

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



**APLICACION DE CONCEPTOS BASICOS DE VALORACIONES
POTENCIOMETRICAS UTILIZANDO HOJA DE CALCULO (EXCEL)**

TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR:

BLANCA VERONICA MEJIA CONTRERAS

CLAUDIA ELIZABETH VASQUEZ GONZALEZ

PARA OPTAR AL GRADO DE

LICENCIATURA EN QUIMICA Y FARMACIA

OCTUBRE, 2011

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR

MSc. RUFINO ANTONIO QUEZADA SANCHEZ

SECRETARIO GENERAL

LIC. DOUGLAS VLADIMIR ALFARO CHAVEZ

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

DECANO

LIC. SALVADOR CASTILLO AREVALO

SECRETARIA

MSc. MORENA LIZETTE MARTINEZ DE DIAZ

COMITE DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

COORDINADORA GENERAL

Lic. María Concepción Odette Rauda Acevedo.

ASESOR DE AREA DE GESTIÓN AMBIENTAL

Toxicología Y Química Legal

Licda. María Luisa Ortiz de López.

**ASESOR DE AREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS
FARMACEUTICOS, COSMETICOS Y VETERINARIOS.**

MSc. Rocío Ruano de Sandoval.

DOCENTE DIRECTOR

Lic. Arturo García Mazzini

AGRADECIMIENTOS

A DIOS TODOPODEROSO

Por darme las fuerzas y lograr que esta etapa de mi carrera culmine y empezar hacia una nueva dirección llena de muchas expectativas y que con mucho entusiasmo espero iniciar.

A MI MADRE Y HERMANAS

Que son la fuerza de mi vida, por estar siempre brindándome su apoyo y cariño.

A MI ABUELITA

Por ser esa gran persona, que me motiva siempre a seguir adelante, y por toda su ayuda a lo largo de este lapso de mi vida

AL TIO NETO

Gracias por todo su apoyo y consejos incondicionales, a mis hermanas y a mí.

A MI AMIGA Y COMPAÑERA CLAUDIA

Por brindarme su amistad a lo largo de nuestros estudios profesionales y darme la oportunidad de trabajar en este proyecto.

FAMILIA VASQUEZ GONZALEZ

Por todos esos fines de semana de trabajo en su hogar, su hospitalidad, apoyo, consejos, amor.

LIC. MAZZINI

Por toda su sabiduría y paciencia al dirigirnos en este proyecto de graduación y depositar su confianza en la realización de esta temática.

Verónica Mejía

AGRADECIMIENTOS

A DIOS TODOPODEROSO, por estar presente en cada día de mi vida brindándome fuerzas y sabiduría para conducir mi camino.

A MI QUERIDISIMA FAMILIA, a mis padres por su apoyo incondicional en todo momento, siendo ellos una guía en mi vida; a mis hermanas por su alegría y por brindarme apoyo y comprensión; a mis queridas tías que han sido pilar en mi vida desde pequeña.

A VERO MEJIA, mi compañera y amiga de fórmula, por su amistad incondicional y alegría que la caracteriza.

A MAURICIO, quien ha sido una pieza clave de apoyo y paciencia, por su amor y cariño.

A MIS AMIGOS, todos y cada uno de ellos por las palabras de ánimo, por estar pendientes de cada detalle, por su alegría, paciencia y el apoyo brindado para la realización del trabajo de graduación.

A Lic. Arturo García Mazzini y al Jurado Calificador, por el apoyo, comprensión y confianza brindado.

Y a todas aquellas personas que pusieron su granito de arena o dieron ánimos para la culminación de éste trabajo de graduación.

Claudia E. Vásquez

DEDICATORIA

La diferencia entre el pasado, el presente y el futuro... es sólo una ilusión persistente.

- Albert Einstein.

Por nuestro pasado de inquietudes, nuestro presente de alegría y nuestro futuro de entusiasmo... por esa ilusión persistente en nosotras, dedicamos la culminación de este trabajo a todas las personas sumamente especiales que estuvieron a nuestro lado apoyando y motivándonos para lograr el objetivo propuesto: graduarnos.

Les dedicamos cada hora de desvelo, carreras, preocupaciones que hoy vienen a ser solo recuerdos; recuerdos satisfactorios; recuerdos de alegría al saber que con la ayuda y sabiduría de Dios y con el apoyo recibido de todos ellos, hemos logrado cumplir nuestro fin.

Mencionarlas es un honor... y saber que están a nuestro lado siempre es una alegría.

Nuestros padres, hermanos, familiares, amores, amigos, compañeros, asesores, jurados, jefes, cada uno de ellos por los cuales fue posible este trabajo.

Gracias,

Verónica Mejía

Claudia E. Vásquez

INDICE

Resumen

Capítulo I

1.0 Introducción xxvi

Capítulo II

2.0 Objetivos

2.1 Objetivo General

2.2 Objetivos Específicos

Capítulo III

3.0 Marco Teórico 32

3.1 Fundamentos Teóricos 32

3.1.1 Química Analítica 32

3.1.2 Análisis Químico 33

3.1.3 Clasificación de los Métodos Analíticos 33

3.1.4 División de la Química Inorgánica 34

3.1.5 División del Análisis Químico Cuantitativo 34

3.1.6 División de los Métodos Químicos dependiendo de la
Naturaleza de la Medición Fina 35

3.1.7 Clasificación de los métodos analíticos de acuerdo al
tratamiento que se le da a la muestra durante el análisis. 36

3.1.8 Etapas de un Análisis Cuantitativo 36

3.2 Teoría de Ácidos y Bases 37

3.2.1 Teoría de Arrhenius. 37

3.2.2	Teoría de Brönsted-Lowry.	37
3.2.3	Teoría de Ácido-Base de Gilbert Newton Lewis (Complejos).	39
3.3	Concepto de pH.	40
3.4	Métodos Volumétricos	42
3.4.1	Fundamento	42
3.4.2	Concepto	42
3.4.3	Aspectos Generales de los Métodos Volumétricos	44
3.5	Tipos de Análisis Volumétricos	47
3.5.1	Titulaciones de Neutralización Acido - Base en medio acuoso	48
3.5.1.1	Titulación de Neutralización Ácido Fuerte frente a Base Fuerte	49
3.5.1.2	Titulación de Neutralización de Ácido Débil frente a Base Fuerte	50
3.5.1.3	Titulación de Neutralización Base Débil frente a un Ácido Fuerte	50
3.5.1.4	Titulación de Neutralización Base Débil frente a un Ácido Débil	50
3.5.2	Titulaciones de Oxido Reducción	51
3.5.2.1	Titulaciones de Oxido-Reducción con Yodo	53
3.5.2.2	Titulaciones de Oxido-Reducción con Permanganato de Potasio	55

3.5.3	Titulaciones por precipitación	56
3.5.3.1	Detección visual del punto final en Argentometría.	58
3.5.3.2	Causas de Error en Volumetría de Precipitación.	58
3.5.3.3	Existen tres métodos diferentes para la determinación de haluros	59
3.5.4	Titulaciones de Formación de Complejos	65
3.5.4.1	Acido Etilendiaminotetraacético (EDTA)	67
3.6	Punto de Equivalencia y Punto Final	70
3.7	Métodos Instrumentales	72
3.7.1	Métodos Potenciométricos	73
3.7.1.1	Fundamentos de electroquímica	73
3.7.1.2	Relación entre el Potencial de Electrodo y Concentración	74
3.7.1.3	Tipos de Métodos Electroanalíticos	76
3.8	Potenciometría	78
3.8.1	Electrodos de Referencia	79
3.8.2	Electrodos Indicadores	81
3.9	Valoraciones Potenciométricas	84
3.9.1	Detección del Punto Final	87

Capítulo IV	
4.0 Diseño Metodológico	92
4.1 Metodología	92
4.2 Investigación Bibliográfica	92
4.3 Investigación de Campo	93
4.4 Parte Experimental	95
Capítulo V	
5.0 Resultados y Discusión de Resultados	108
Capítulo VI	
6.0 Conclusiones	195
Capítulo VII	
7.0 Recomendaciones	199
Bibliografía	
Glosario	
Anexos	

INDICE DE ANEXOS

Anexo N°

- 1 Encuesta utilizada para recolección de datos
- 2 Cuadro resumen de resultados obtenidos en la encuesta
- 3 Listado de Reactivos a utilizar.
- 4 Listado de cristalería, equipo y material de Laboratorio a utilizar en la preparación de reactivos
- 5 Preparación de Agua libre de Dióxido de Carbono
- 6 Experimento N° 1
- 7 Experimento N° 2
- 8 Experimento N° 3
- 9 Experimento N° 4
- 10 Experimento N° 5
- 11 Experimento N° 6

INDICE DE CUADROS

Cuadro N°	N° Pág.
1 Electroodos Indicadores Metálicos	82
2 Clasificación de los tipos de valoraciones hechas y soluciones utilizadas.	94
3 Resumen de fórmulas utilizadas en el diseño de la hoja de cálculo Excel.	97
4 Ejemplo de aplicación de fórmulas a ser introducidas en la hoja de cálculo Excel	98
5 Porcentaje de estudiantes que respondieron haber conocido sobre los Métodos Electroanalíticos.	109
6 Porcentaje de estudiantes que conocen en qué consisten las valoraciones Potenciométricas.	110
7 Porcentajes destacados de Ventajas de las Valoraciones Potenciométricas	111
8 Porcentajes más destacados sobre desventajas mencionadas de las Valoraciones Potenciométricas.	112
9 Porcentaje de estudiantes que conocen sobre el empleo de indicadores en las Valoraciones Potenciométricas.	113

10	Porcentaje de estudiantes que conocen los diferentes tipos de titulaciones potenciométricas.	114
11	Porcentaje de estudiantes que conocen la diferencia entre punto final y punto de equivalencia en la titulación.	115
12	Porcentajes de estudiantes que conocen los diferentes tipos de electrodos utilizados en Valoraciones Potenciométricas.	116
13	Porcentajes de estudiantes que conocen al menos un área de aplicación de los Análisis Potenciométricos.	117
14	Porcentaje de estudiantes que han empleado una hoja de cálculo (Excel) para la determinación del punto final en una Titulación Potenciométrica.	118
15	Porcentaje de estudiantes que conocen la aplicación de la primera y segunda derivada en una Titulación Potenciométrica	119
16	Valoración de Experimento N°1. Valoración HCl 0.1N (Solución muestra) frente a NaOH 0.1N (Solución estandarizada)	121
17	Valoración de Experimento N° 2. Valoración CH ₃ COOH 0.1N (Solución muestra) frente a NaOH 0.1N (Solución estandarizada)	123

18	Valoración de Experimento N°3. Valoración de Cu^{+2} 0.1N (Solución muestra) frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N (Solución estandarizada)	126
19	Valoración de Experimento N°4. Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1N (Solución muestra) frente a KMnO_4 0.1 N (Solución estandarizada).	130
20	Valoración de Experimento N°5. Valoración de KCl 0.01 N (Solución muestra) frente a AgNO_3 0.01 N (Solución estandarizada)	133
21	Valoración de Experimento N° 6. Valoración de Nitrato de Níquel $\text{Ni}(\text{NO}_3) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01 M (Solución muestra) frente a EDTA 0.01 M (Solución estandarizada).	136
22	Valoración de Experimento N° 1, Valoración HCl (Solución muestra) 0.1N frente a NaOH 0.1N (Solución estandarizada)	140
23	Valoración de Experimento N° 2. Valoración CH_3COOH 0.1N (Solución muestra) frente a NaOH 0.1N (Solución estandarizada).	144
24	Valoración de Experimento N°3. Valoración de Cu^{+2} 0.1 N (Solución muestra) vrs $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N (Solución estandarizada)	147

25	Valoración de Experimento N°4. Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N (Solución muestra) frente a KMnO_4 0.1N (Solución estandarizada)	151
26	Valoración de Experimento N°5. Valoración de KCl 0.01 N (Solución muestra) frente a AgNO_3 0.01 N (Solución estandarizada)	155
27	Valoración de Experimento N° 6. Valoración de Nitrato de Níquel $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M (Solución muestra) frente a EDTA 0.01 M (Solución estandarizada).	159
28	Titulación Ácido fuerte – Base fuerte para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.	163
29	Titulación Ácido débil – Base fuerte para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada	166
30	Titulación Oxido – Reducción (Yodometría) para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada	169
31	Titulación Oxido – Reducción (Permanganometría) para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.	172

32	Titulación de Precipitación (Argentometría) para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.	175
33	Titulación de Complejometría, Valoración Níquel – EDTA para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.	178
34	Titulación Acido Fuerte – Base Fuerte para la determinación de punto final exacto.	182
35	Titulación Acido Débil – Base Fuerte para la determinación de punto final exacto.	184
36	Titulación Oxido – Reducción (Yodometría) para la determinación de punto final exacto.	186
37	Titulación Oxido Reducción (Permanganometría) para la determinación de punto final exacto.	188
38	Titulación por Precipitación (Argentometría) para la determinación del punto final exacto.	190
39	Titulación de Complejometría (Níquel – EDTA) para la determinación del punto final exacto.	192

INDICE DE FIGURAS

Figura N°.	Nº PAG
1. Clasificación de la Química Analítica Cuantitativa.	35
2. Esquema de Potenciómetro	78
3. Esquema de Electrodo de Vidrio o Calomel	80
4. Esquema de electrodos para la medición potenciométrica del pH.	83
5. Curva de la Primera Derivada.	89
6. Curva de la Segunda Derivada	90
7. Representación grafica de la Primera derivada.	104
8. Representación grafica de la Segunda derivada	106
9. Gráfico de Estudiantes que respondieron haber conocido sobre los métodos electroanalíticos según encuesta realizada.	109
10. Gráfico de Estudiantes que respondieron en cuanto a su conocimiento sobre las Valoraciones Potenciométricas.	110
11. Gráfico de Ventajas más destacadas de las Valoraciones Potenciométricas, obtenidas de la encuesta realizada	111
12. Gráfico de la frecuencia de desventajas mencionadas de las Valoraciones Potenciométricas obtenidas de encuesta realizada.	112
13. Gráfico comparativo de estudiantes que contestaron afirmativamente y negativamente del empleo de indicadores en las Valoraciones Potenciométricas.	113

14. Gráfico que muestra los diferentes tipos de titulaciones potenciométricas que conocen los alumnos encuestados.	114
15. Gráfico de estudiantes que respondieron afirmativamente conocer la diferencia entre punto final y punto de equivalencia en una titulación.	115
16. Gráfica comparativa de estudiantes que conocen los diferentes tipos de electrodos frente a estudiantes que dicen no conocer los diferentes tipos de electrodos utilizados en las Titulaciones Potenciométricas.	116
17. Gráfica comparativa de estudiantes que conocen al menos un área de aplicación de las titulaciones potenciométricas.	117
18. Gráfico de estudiantes que no han empleado una hoja de cálculo (Excel) para la determinación del punto final en una Titulación Potenciométrica.	118
19. Gráfico de estudiantes que han aplicado la primera y segunda derivada en una Titulación Potenciométrica.	119
20. Electrodos Marca Metrohm-632 y Mettler Toledo DL53 ₍₁₀₎ utilizados en la realización de las titulaciones detalladas en el Cuadro No.1.	120
21. pHmetro utilizado en Valoraciones Acido Fuerte- Base Fuerte marca Metrohm-632.	121
22. pHmetro utilizado en la Valoración Acido Débil – Base Fuerte.	124

23. pHmetro utilizado en el Experimento N°3. Mettler Toledo DL53.	127
24. pHmetro utilizado en el Experimento N°4. Mettler Toledo DL53.	130
25. pHmetro utilizado en el Experimento N°5. Mettler Toledo DL53.	133
26. pHmetro utilizado en el Experimento N°6. Mettler Toledo DL53.	136
27. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación Acido – Base fuerte obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel.	164
28. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación Acido–Base fuerte obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel.	165
29. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación Acido débil – Base fuerte obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel.	167
30. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación Acido débil–Base fuerte obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel.	168
31. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación Oxido – Reducción (Yodometría) obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel	170
32. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación Oxido – Reducción (Yodometría) obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel.	171
33. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación Oxido – Reducción (Permanganometría) obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel.	173
34. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación Oxido – Reducción (Permanganometría) obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel	174

35. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación de Precipitación (Argentometría) obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel	176
	177
36. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación de Precipitación (Argentometría) obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel	
	179
37. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación de Complejometría (Níquel vrs EDTA) obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel	
38. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación de Precipitación (Argentometría) obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel	180
39. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Acido fuerte – Base fuerte en la cual se muestra con exactitud el punto final.	183
40. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Acido débil – Base fuerte en la cual se muestra con exactitud el punto final.	185
41. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Oxido–Reducción Solución de Nitrato de Cobre vrs Tiosulfato de Cobre 0.1 N en la cual se muestra con exactitud el punto final.	187
42. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Oxido– Reducción Solución de Sulfato de hierro heptahidratado vrs Permanganato de potasio 0.1N en la cual se muestra con exactitud el punto final.	189
43. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Precipitación (Argentometría) Solución de KCl vrs AgNO_3 0.01N en la cual se muestra con exactitud el punto final.	191
44. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación de Complejometría Solución de Nitrato de Níquel vrs EDTA 0.01N en la cual se muestra con exactitud el punto final.	193

INDICE DE TABLAS

Tabla N°		N° Pág
1	Hoja de Cálculo diseñada para determinar la Primera y Segunda derivada de una Titulación de AgNO_3 0.01N contra KCl 0.01N, utilizando el Método Potenciométrico.	102
2	Datos utilizados para graficar la Primera derivada.	103
3	Datos utilizados para graficar la Segunda derivada.	105
4	Resultados obtenidos de la titulación Acido fuerte-Base fuerte.	122
5	Resultados obtenidos de la titulación: Acido débil - Base fuerte. CH_3COOH 0.1N vs NaOH 0.1N	125
6	Resultados obtenidos de la titulación oxido-reducción: $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 N vs $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N.	128
7	Resultados obtenidos de la titulación oxido-reducción: de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N frente a KMnO_4 0.1N	131
8	Resultados obtenidos de la titulación: Argentométrica. KCl 0.01N frente a AgNO_3 0.01N.	134
9	Resultados obtenidos de la titulación Complejométrica: $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M vs. EDTA 0.01M.	137
10	Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Acido – Base fuerte. HCl 0.1 N vs. NaOH 0.1N	141

11	Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Acido débil – Base fuerte. CH_3COOH 0.1N frente a NaOH 0.1N	145
12	Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Oxido– Reducción (Yodometría) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1N frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N	148
13	Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Oxido – Reducción (Permanganometría) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1N frente a KMnO_4 0.1N.	152
14	Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación de Precipitación (Argentometría) KCl 0.01 N frente a AgNO_3 0.01N.	156
15	Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Complejométrica: $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01 M vrs EDTA 0.01 M.	160

RESUMEN

La Química Analítica es la ciencia que estudia el conjunto de principios, leyes y técnicas cuya finalidad es la identificación y cuantificación química de una muestra natural o artificial.

Uno de los métodos utilizados por la química analítica para la cuantificación de un analito en una muestra es el método instrumental, en el cual se encuentra el método potenciométrico.

El principal objetivo del trabajo fue la aplicación de conceptos básicos de Valoraciones Potenciométricas utilizando hoja de cálculo Excel. Para la construcción de la hoja de cálculo fue necesario obtener dos datos: volumen añadido en mL de solución titulante y voltaje reportado por el electrodo por cada adición de titulante, datos reportados en los tituladores potenciométricos utilizados marcas: Metrohm-632 y Mettler Toledo DL53.

Utilizando una secuencia de fórmulas se obtuvieron los valores de la Primera y Segunda derivada por cada valor de volumen añadido de solución titulante. Siendo la gráfica de la segunda derivada por excelencia la que se prefiere para reportar el punto final al observarse claramente un cambio de signos en la tendencia de la curva.

Se realizaron 4 tipos de titulaciones: Acido – Base (ácido fuerte-base fuerte y ácido débil-base fuerte, ambos acuosos), Oxido – Reducción (yodometría y permanganometría), Precipitación y Complejométricas; cada una se realizó por triplicado para verificar la reproducibilidad de los datos.

Los ensayos se realizaron en las instalaciones de laboratorios de la Facultad de Química y Farmacia en el periodo de Diciembre de 2010 a Marzo de 2011.

El empleo de éste método de análisis permite obtener el punto final de manera confiable, exacta y rápida, siendo lo interesante de este trabajo, la parte experimental que seria muy útil implementar y darla a conocer a alumnos en proceso de formación, así como, la aplicación de hojas de cálculo Excel.

CAPITULO I
INTRODUCCIÓN

1.0 INTRODUCCION

La Química Analítica es una ciencia de la medición que consiste en un conjunto de ideas y métodos con aplicación en todos los campos científicos y médicos.

El análisis cuantitativo tiene como principal objetivo determinar las cantidades relativas de especies analitos en términos numéricos, en parámetros como volumen, intensidad luminosa o carga eléctrica, siendo este último parámetro el utilizado para los métodos electroanalíticos, miden propiedades eléctricas como voltaje, corriente, resistencia y cantidad de carga eléctrica.

Dentro de los métodos electroanalíticos se encuentra el método potenciométrico, el cual es la medida de un potencial con el fin de conocer la actividad (concentración) de una sustancia en disolución. Con la ventaja de la exactitud que ofrece el método ya que no requiere indicador para observar el punto final, lo que es favorable puesto que las variaciones de colores puede resultar algo subjetivo a la hora de determinar la concentración.

El presente trabajo se basa en la aplicación del Método Potenciométrico a ciertos tipos de titulaciones, con el fin de demostrar la exactitud del análisis realizado con éste.

Se desarrollará la metodología dentro de las instalaciones de la Facultad de Química y Farmacia, por lo cual se propondrá el desarrollo de 4 diferentes tipos de valoraciones a las que se les aplicará la potenciometría, siendo estas: Acido – Base (ácido fuerte-base fuerte y ácido débil-base fuerte, ambos acuosos), Oxido – Reducción (entre ellos yodometría y permanganometría), precipitación, complejometría; utilizando para cada una su respectivo electrodo indicador y de referencia según la característica del analito, sí así lo requiere para su adecuada medición.

Se realizará cada análisis por triplicado para demostrar la reproducibilidad de los datos , Además se propondrá el uso del programa computarizado Excel para el manejo de los datos obtenidos de las titulaciones realizadas.

Se diseñará una hoja de cálculo Excel, la cual contendrá un cuadro de datos en la que se introducirán los resultados de los ensayos realizadas y, mediante la aplicación de fórmulas que serán explicadas en el diseño metodológico, elaborar la gráfica de Voltaje contra Volumen Añadido de titulante, para la posterior obtención de las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Con la obtención de dichas gráficas se determinará el punto final de la titulación de manera más exacta, por lo que la aplicación del programa computarizado hace que el método de análisis sea mucho más rápido y eficiente

CAPITULO II

OBJETIVOS

2.0 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

Aplicar los conceptos básicos de Valoraciones Potenciométricas utilizando hoja de cálculo Excel.

2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

- 2.2.1 Realizar una encuesta para evaluar los conocimientos sobre las Valoraciones Potenciométricas a los alumnos de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- 2.2.2 Aplicar a las titulaciones de Acido-Base, Oxido-reducción, Precipitación y Complejometría, el Método Potenciométrico para determinar el punto final.
- 2.2.3 Diseñar la hoja de cálculo en el programa computarizado Excel para la introducción de datos a graficar, obtenidos de las titulaciones realizadas.
- 2.2.4 Obtener la gráfica de la primera y segunda derivada (Potencial de celda respecto a Volumen) de las Titulaciones Potenciométricas realizadas, a partir de los datos arrojados en la hoja de cálculo Excel.

2.2.5 Interpretar las curvas de valoración obtenidas de las titulaciones potenciométricas, primera y segunda derivada, para determinar con exactitud el punto final.

CAPITULO III
MARCO TEORICO

3.0 MARCO TEORICO

3.1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

3.1.1 Química Analítica⁽⁸⁾

Es la ciencia que estudia el conjunto de principios, leyes y técnicas cuya finalidad es la determinación de la composición y cuantificación química de una muestra natural o artificial.

División de la Química Analítica:

- Análisis Cualitativo.

Identifica elementos en su forma, tales como aniones y cationes en una muestra.

- Análisis Cuantitativo.

Determina la cantidad de uno o varios elementos presentes en una muestra. Se asemejan en el hecho de que se utilizan para la determinación de las propiedades de interés en una situación ya sean Físicas o Químicas.

- Análisis Químico Cuantitativo.

La Química Analítica se considera como la ciencia de la caracterización o del reconocimiento de las sustancias químicas, ya que sirve para saber cuando este presente una sustancia y conocer la cantidad de estas

sustancias presentes en una muestra, nos permite contestar las preguntas que surgen al emplear cualquiera de los procesos químicos para fines técnicos y científicos.

Se considera una ciencia central, ya que es una herramienta esencial en todos los campos de la ciencia, que desarrolla y mejora métodos para obtener información sobre la composición y naturaleza química de la materia.

Es de gran importancia para las ciencias físicas y biológicas debido a que se requieren resultados de tipo analítico, también en medicina para diagnósticos clínicos, geología, etc.

3.1.2 Análisis Químico ⁽⁷⁾

Es el conjunto de técnicas operativas útiles para la determinación de un compuesto, aplica métodos de análisis para resolver problemas relativos a la composición y naturaleza Química de la materia; la ejecución de este análisis Químico requiere destreza, cuidado y paciencia por parte del analista.

3.1.3 Clasificación de los Métodos Analíticos⁽⁷⁾

- Análisis Inorgánico

Se identifican y determinan sustancias de naturaleza inorgánica

- Análisis Orgánico

Se identifican y determinan sustancias de naturaleza orgánica.

3.1.4 División de la Química Inorgánica⁽¹²⁾ ⁽¹³⁾

- Análisis Cualitativo

Es la identificación y reconocimiento de los componentes de una muestra o de una mezcla de elementos.

- Análisis Cuantitativo

Comprende la determinación de las cantidades relativas o absolutas de uno o varios componentes.

3.1.5 División del Análisis Químico Cuantitativo⁽⁸⁾. (Ver Figura N° 1)

- Método Químico.
- Métodos Físicos⁽⁸⁾

Los Métodos Químicos se basan en las propiedades Químicas del analito; que dependen de la aplicación de una reacción química en donde interviene el constituyente que se desea determinar. En estos métodos siempre ocurre una reacción estequiométrica.

3.1.6 División de los Métodos Químicos dependiendo de la Naturaleza de la Medición Fina₍₈₎. (Ver Figura Nº 1)

- 1 - Métodos gravimétricos.
- 2 - Métodos volumétricos.
- 3 - Métodos gasométricos.

Los métodos Físicos son aquellos en donde en el proceso analítico no se incluye ninguna reacción Química.

A los Métodos Físicos se les conoce también como Métodos Instrumentales y a los Métodos Químicos como No Instrumentales o Métodos Clásicos.

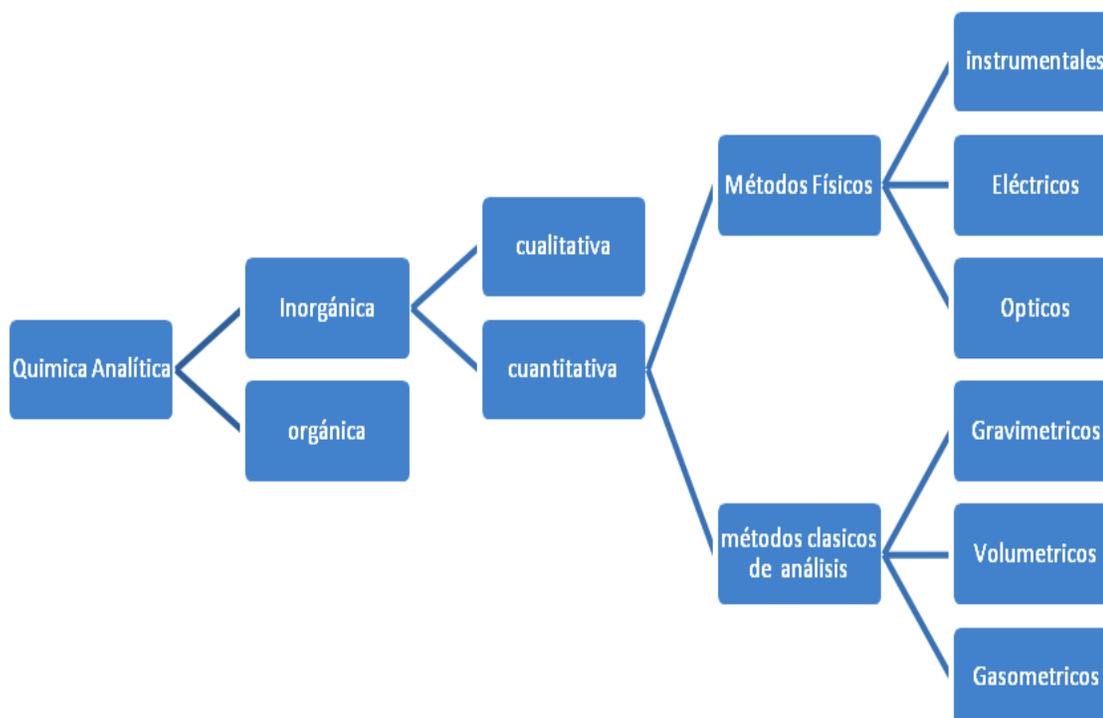


Figura Nº. 1. Clasificación de la Química Analítica Cuantitativa₍₈₎

3.1.7 Clasificación de los métodos analíticos de acuerdo al tratamiento que se le da a la muestra durante el análisis⁽¹³⁾

- Análisis destructivo: Cuando para llevar a cabo el análisis es necesario que la muestra se descomponga en otras sustancias más sencillas.
- Análisis no destructivo: Cuando para conocer el contenido de un compuesto en una muestra, no necesitamos cambiar la composición original de la muestra.

3.1.8 Etapas de un Análisis Cuantitativo⁽⁸⁾

Aunque los métodos difieren entre si, un análisis cuantitativo típico comprende una secuencia de etapas:

- a) Selección de un método de análisis.
- b) Muestreo
- c) Procesamiento de la muestra
- d) Pesada
- e) Disolución de la muestra
- f) Eliminación de interferencias
- g) Calibración y medición
- h) Cálculo e interpretación de resultados
- i) Evaluación de resultados.

3.2 TEORÍA DE ACIDOS Y BASES ⁽¹⁾⁽³⁾

Los términos Acido y Base, tal como se usan en Química, proceden de una serie de teorías químicas, las cuales se definen por sus características propias.

A continuación se describen cada una de estas teorías, ampliando así la definición de Acido y Base.

3.2.1 Teoría de Arrhenius

En 1884, Svante August Arrhenius estudio las propiedades conductoras de las disoluciones electrolíticas en su tesis doctoral, formulando la teoría de la disociación electrolítica.

Definiendo los conceptos Ácido y Base de la siguiente manera:

- **Acido:** Sustancia química que contienen hidrogeno y disueltas en agua producían una concentración de iones hidrógeno H^+ o protones.
- **Base:** Sustancia que disuelta en agua producen un exceso de iones hidróxilo OH^- .

3.2.2 Teoría de Brönsted-Lowry

En 1923, los químicos Brönsted y Lowry propusieron de forma independiente una teoría del comportamiento acido-base, particularmente útil en la química analítica.

Ellos definieron a un Acido y una Base de la siguiente manera:

- **Acido:** Especie química con capacidad de donar protones.
- **Base:** Especie química con capacidad de aceptar protones.

Para que una molécula se comporte como un Ácido debe encontrarse con un aceptor de protones (Base). De igual forma, una molécula que puede aceptar un protón se comporta como Base, si esta se encuentra con una molécula capaz de donar protones (Ácido).



Cada base produce un ácido conjugado como resultado de aceptar un protón



Una titulación potenciométrica consiste en medir el potencial de un electrodo indicador adecuado en función del volumen de titulante.

Dando como resultado:



Originando los Ácidos y las Bases conjugadas.

3.2.3 Teoría de Ácido-Base de Gilbert Newton Lewis (Complejos).

En 1938, Gilbert Newton Lewis, desarrolló la teoría del enlace covalente y, propuso el concepto más general de ácidos y bases, introduciendo el uso de las fórmulas del electrón e^- .

- **Acido de Lewis:** Sustancia capaz de aceptar y compartir un par electrónico
- **Base de Lewis :** Sustancia capaz de donar y compartir un par electrónico

Aunque la definición de Lewis de ácidos y bases tiene una gran importancia por su generalidad, se habla comúnmente de un Ácido o de una Base en términos de la definición de Brönsted-Lowry. En general, la expresión “Acido de Lewis” se utiliza para sustancias que pueden aceptar un par de electrones pero que no contienen átomos de hidrogeno ionizables.

De donde se obtienen los siguientes conceptos:

- **Acido de Lewis:** es característico del ión metálico central aceptor de pares electrónicos
- **Base de Lewis:** es característico del ión complejante, donador de pares electrónicos.

3.3 CONCEPTO DE pH₍₁₎₍₃₎

Al tener una disolución acuosa, en ésta, están presentes concentraciones de iones H^+ y OH^- , en cantidades tan pequeñas que se dificulta el trabajo con ellas y así su interpretación.

Por ello, Sören-Sörensen propuso en 1909 una medida más práctica denominada pH, definida como: logaritmo negativo de la concentración del ión hidrógeno (mol/L)

$$pH = -\log [H^+]$$

Al utilizar el logaritmo negativo se proporciona un valor o un número positivo para el valor de pH, que de otra manera sería un número negativo, debido al pequeño valor de $[H^+]$.

Así, el término $[H^+]$ de la expresión $pH = -\log [H^+]$, sólo corresponde a la parte numérica de la expresión para la concentración del ion hidrógeno, ya que no se puede tomar el logaritmo de las unidades. Donde el pH de una disolución es una cantidad adimensional.

Las disoluciones ácidas y básicas a 25° C se identifican por sus valores de pH, como sigue:

Disoluciones ácidas $[H^+] > 1.0 \times 10^{-7} \text{ M}$, $\text{pH} < 7.00$

Disoluciones básicas $[H^+] < 1.0 \times 10^{-7} \text{ M}$, $\text{pH} > 7.00$

Disoluciones neutras $[H^+] = 1.0 \times 10^{-7} \text{ M}$, $\text{pH} = 7.00$

Con el logaritmo negativo de la concentración de iones hidrógeno H^+ de una disolución se obtiene una escala de pOH análoga a la de pH, obteniéndose el pOH como:

$$\text{pOH} = -\log [OH^-]$$

Al considerar la constante del producto iónico del agua a 25°C

$$[H^+] [OH^-] = K_w = 1.0 \times 10^{-14}$$

Aplicando logaritmo negativo a cada lado, se obtiene:

$$-\log [H^+] + \log [OH^-] = -\log (1.0 \times 10^{-14})$$

$$-\log [H^+] - \log [OH^-] = 14.00$$

A partir de las definiciones de pH y pOH se obtiene:

$$\text{pH} + \text{pOH} = 14.00$$

De donde

$$\text{pH} = 14 - \text{pOH}$$

$$\text{pOH} = 14 - \text{pH}$$

3.4 MÉTODOS VOLUMÉTRICOS

3.4.1 Fundamento⁽³⁾ (13)

Los métodos por titulación comprenden un grupo de métodos analíticos que se basan en determinar la cantidad de reactivo de concentración conocida que se necesita para que reaccione por completo el analito en una medición de volumen.

Se puede obtener la concentración de un constituyente en base a los mililitros de un reactivo que son gastados en una determinación.

El reactivo puede ser una solución patrón de un compuesto químico o una corriente eléctrica de magnitud conocida.

3.4.2 Concepto⁽⁸⁾

El Análisis Volumétrico consiste en la determinación del volumen de una solución de concentración conocida necesaria para reaccionar con la disolución de una cantidad de sustancia pesada o medida volumétricamente, es decir mide el volumen de una solución que contiene suficiente reactivo para reaccionar completamente con el analito.

Una valoración es un proceso en el cual se mide cuantitativamente la capacidad de una sustancia para combinarse con un reactivo. Ordinariamente, esto se lleva a cabo por la adición controlada de un reactivo de concentración conocida a una disolución de la sustancia a investigar, además de un indicador, hasta

que luego se complete la reacción entre los dos, entonces es medido el volumen de reactivo gastado. Se dará por terminada esta reacción hasta que el indicador agregado cambie de color que indica la finalización de la reacción.

Requisitos Fundamentales para que se de una Reacción Volumétrica:

- La reacción entre el constituyente buscado y el reactivo de concentración conocida debe ser sencilla.
- La reacción debe ser estequiometrica; los cálculos a efectuar con los datos exigen una reacción definida.
- La reacción debe ser rápida, con el objeto de que la valoración pueda realizarse en poco tiempo.
- La reacción debe ser completa en el momento que se han añadido cantidades equivalentes (estequiométricas) de las sustancias reaccionantes.
- Debe de disponerse de una disolución patrón como reactivo valorante.
- Debe existir un indicador que señale el punto final de la valoración
- Debe existir un método utilizable para detectar el punto de equivalencia en la reacción.
- Debe de tener una constante de equilibrio.

3.4.3 Aspectos Generales de los Métodos Volumétricos ⁽⁸⁾ ⁽¹³⁾

Patrón Primario:

Es un compuesto de alta pureza que sirve de referencia en todos los métodos Gravimétricos y Volumétricos.

Requisitos más importantes que debe cumplir un Patrón Primario:

- Pureza elevada (se debe contar con métodos establecidos para confirmar su pureza).
- Estabilidad atmosférica.
- Ausencia de agua de hidratación para que la composición del sólido no cambie con la variación en la humedad relativa.
- Que sea barato y de fácil obtención.
- Tener una solubilidad razonable en el medio de la titulación.
- Tener una masa molar razonablemente grande para reducir al mínimo el error relativo asociado a la operación de pesada.
- Las sustancias interferentes que acompañan al estándar, tales como impurezas en un patrón primario, deben ser susceptibles de identificar mediante ensayos sencillos de sensibilidad conocida.

Solución Patrón

Es un reactivo de concentración conocida, con el que se lleva a cabo un análisis por titulación y que puede prepararse de forma directa o por normalización mediante una reacción con un patrón primario.

Comúnmente la concentración de una disolución patrón se puede establecer de las siguientes formas:

- La disolución patrón es preparada disolviendo una cantidad cuidadosamente pesada del reactivo puro y luego disolviéndolo en una cantidad determinada de disolvente.
- Es necesario que se tomen en cuenta las propiedades de los patrones primarios, utilizados para un análisis, como se preparan y como se expresan sus concentraciones.
- Sea suficiente estable para que sólo sea necesario determinar una vez su concentración.
- Reaccionar rápido con el analito para reducir al mínimo el tiempo requerido entre las adiciones del reactivo.
- Reaccionar completamente con el analito para que se alcance satisfactoriamente el punto final.
- Reaccionar en forma selectiva con el analito para que esta reacción, pueda describirse por una simple ecuación balanceada.

La confiabilidad de un análisis por titulación dependerá de la exactitud de la concentración de la solución patrón utilizado.

El proceso mediante el cuál es determinada la concentración de una disolución patrón por valoración de un patrón primario es llamado normalización o estandarización; determinado por su titulación, cantidad cuidadosamente medida por un patrón primario o secundario, utilizando instrumentos de medición exacta.

La titulación se realiza añadiendo con una bureta u otro artefacto automatizado que haga contacto con la solución patrón a la solución del analito hasta que la reacción se considere completa.

El volumen de reactivo requerido para completar la titulación se determina por diferencia entre las lecturas inicial y final.

Para detectar los puntos finales también se utilizan instrumentos que responden a los cambios de ciertas propiedades de la solución durante una titulación, entre ellos tenemos: colorímetros, turbidímetros, instrumentos que miden temperatura, voltímetros, conductímetros y potenciométricos.

3.5 TIPOS DE ANÁLISIS VOLUMÉTRICOS⁽³⁾ (11)

Este tipo de análisis se caracteriza por el uso de una solución patrón que se agrega a la solución del analito, llevándose a cabo una reacción química, estequiométrica, con el objetivo de cuantificar dicho analito.

Existen 5 Tipos de titulaciones volumétricas, las cuales son:

- Titulación de neutralización ácido-base en medio acuoso.
- Titulación de neutralización ácido-base en medio no acuoso.
- Titulación de oxido reducción.
- Titulación de precipitación.
- Titulación de formación de complejos.

Al realizar cualquier tipo de titulación volumétrica, esta implícito un error en el análisis que puede ser de dos tipos:

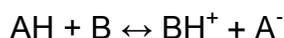
- Error determinado: Cuando el pH (Ácido-Base) con el cual se modifica el color del indicador este difiere con el correspondiente al punto de equivalencia.
- Error indeterminado: Por la limitada capacidad del ojo humano para distinguir de manera reproducible el color intermedio del indicador.

3.5.1. Titulaciones de Neutralización Acido - Base en medio acuoso ⁽⁶⁾

Se emplean mucho para determinar la concentración de analitos que son ácidos o bases, siendo el agua el disolvente habitual.

Basándose en una neutralización, dependerá de una reacción química entre el analito y un reactivo patrón. El punto final se detecta por medio de un indicador químico y, con un método instrumental, el punto de equivalencia.

La saturación estequiométrica de la solución que se analiza se hace con una solución de carácter opuesto, según:



Este tipo de titulaciones puede clasificarse en tres tipos:

- Acido fuerte – base fuerte: Presenta un tipo de sal que no posee características ni de acido ni básico, con pH neutro en su punto final, dando como resultado sal y agua.
- Acido débil – base fuerte: Presenta una sal de carácter base fuerte y un viraje en medio débilmente alcalino.
- Acido fuerte – base débil: Presenta una sal de carácter ácido y el punto de equivalencia esta en medio débilmente ácido.

3.5.1.1 Titulación de Neutralización Ácido Fuerte frente a Base Fuerte ⁽³⁾

En solución acuosa, los ácidos y las bases fuertes se encuentran totalmente disociados; por tanto, el pH a lo largo de la titulación se puede calcular directamente de las cantidades estequiométricas de un ácido y base que van reaccionando.

En las titulaciones ácido-base es común preparar las soluciones del ácido y de la base a una concentración aproximada a la que se desea tener y, después estandarizar una de las soluciones con un estándar primario.

La solución así estandarizada se puede utilizar como estándar secundario para obtener la normalidad de la otra. Este tipo de valoraciones presentan una curva en forma de S en la cuál si se coloca la sustancia valorante en el erlenmeyer siendo este un ácido, se iniciarán en la parte baja de la ordenada terminando en la parte superior, en este tipo de curvas se plotea el pH resultante en la ordenada contra los mililitros del valorante los cuáles se ubican en la abscisa.

Las soluciones concentradas de ácidos y bases fuertes, resisten grandes cambios en el pH y las curvas de titulación son planas en un rango de pH bastante amplio. Estas soluciones se pueden emplear para mantener constante el pH a valores muy altos o muy bajos.

3.5.1.2 Titulación de Neutralización de Ácido Débil frente a Base Fuerte ⁽³⁾

En este tipo de valoraciones interviene un ácido débil monoprótico y en su disociación su respectiva sal.

Diferencias con una valoración Ácido Fuerte-Base Fuerte tenemos:

- La concentración del ión H^+ en un inicio es considerablemente más pequeña que la de un ácido fuerte.
- En los primeros momentos de la valoración el pH de la disolución aumenta con rapidez debido a que la ionización del ácido débil está restringida por efecto del ión común del anión que se forma en la neutralización.

3.5.1.3 Titulación de Neutralización Base Débil frente a un Ácido Fuerte ⁽³⁾

Los Ácidos Fuertes reaccionan de modo completo con el disolvente dando su respectivo ácido conjugado.

3.5.1.4 Titulación de Neutralización Base Débil frente a un Ácido Débil ⁽³⁾

Este tipo de valoraciones representan reacciones incompletas con el disolvente; en consecuencia, la concentración de iones hidronio o hidroxilo de sus respectivas soluciones son menores que la concentración formal del reactivo.

3.5.2 Titulaciones de Oxido Reducción ⁽³⁾(12)

Los métodos de Oxidación y Reducción son aquellos en los cuáles se pierden y ganan electrones y dichos electrones se transfieren entre el analito y el titulante. La oxidación es el proceso en que un átomo, ión o molécula pierde uno o más electrones. La reducción es la ganancia de uno o más electrones por parte de un átomo, ión o molécula.

- **Agente Reductor:** Sustancia que pierde uno o más electrones y se lleva a cabo la oxidación.
- **Agente Oxidante:** Sustancia que gana uno o más electrones y se lleva a cabo la reducción.

Propiedades generales que un reductor u oxidante deben cumplir para ser utilizados como regulador de estado de oxidación:

- El reductor u oxidante debe ser lo suficientemente fuertes para que la reacción sea completa.
- Deben convertirse en otra sustancia cuantitativa para su estado de oxidación deseado.
- El reductor o el oxidante deben de reaccionar rápidamente con la sustancia a determinar.

Requisitos que se llevan a cabo en los Métodos de Oxidación y Reducción:

- La reacción debe ser rápida y completa.
- Disponer de una técnica indicadora para localizar el punto de equivalencia con una exactitud razonable.
- Que el elemento o constituyente a analizar esté presente en un estado de oxidación.
- En las titulaciones de Oxidación y Reducción existen soluciones patrón que actúan como agentes reductores patrón y agentes oxidantes patrón.

Agentes Reductores Patrón :

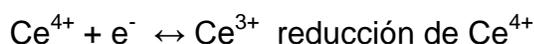
- Soluciones de Hierro
- Tiosulfato de Sodio

Agentes Oxidantes Patrón:

- Permanganato de Potasio y Cerio (IV)
- Dicromato de Potasio
- Yodo

Se basan en una reacción en la que existe transferencia de electrones de un flujo de electrones de una especie a otra, existiendo dos tipos:

- **Agente oxidante:** Sustancia con fuerte afinidad por los electrones
- **Agente reductor :** Sustancia que dona fácilmente electrones



En la determinación del punto final tiene mucha importancia los colores de la forma oxidada y reducida de un ión estándar porque puede servir como indicador del punto final. Esto se alcanza cuando el agente reductor es completamente oxidado por el agente oxidante.

Un indicador oxido-reducción es una sustancia cuya forma oxidada tiene color diferente al de la forma reducida.

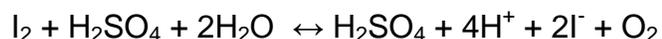
3.5.2.1 Titulaciones de Oxido-Reducción con Yodo₍₁₃₎

Los procesos de oxido reducción involucrando yodo pueden clasificarse en dos grupos :

- Métodos directos (yodimetría)
- Métodos indirectos (yodometría)

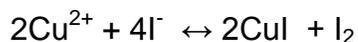
– **Métodos directos (yodimetría)**

Comprenden valoraciones efectuadas con soluciones valoradas de yodo disuelto, en yoduro de potasio, por lo que la especie reactiva es el ion I_3^- , aunque por simplicidad es usado como yodo molecular, los reductores fuertes que tienen potencial de reducción más bajo, como el ácido sulfúrico reacciona cuantitativamente y rápidamente con yodo aún en solución ácida.



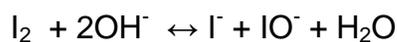
– **Métodos indirectos (yodometría)**

Consisten en la valoración del yodo que se libera por oxidación del ión yoduro. Si un agente oxidante fuerte se trata en solución neutra o ácida con exceso de ión yoduro, que reacciona como reductor, el oxidante se reduce cuantitativamente una cantidad equivalente de yodo se libera y se titula con solución valorada de un reductor como tiosulfato de sodio.



El potencial normal de reducción de yodo-yoduro es independiente del pH de solución siempre que el pH sea menor a 8, ya que a pH mayores el yodo reacciona con los iones hidroxilo (OH^-) dando yoduro e hipoyodito inestable,

este se transforma rápidamente dando como producto yodato y yoduro por autooxidación y reducción

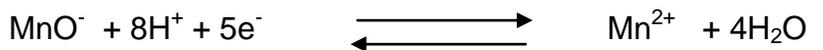


La reacción entre yoduro y el ión cúprico se produce sólo a causa de la remoción del ión cuproso o por el yoduro sólido.

3.5.2.2 Titulaciones de Oxido-Reducción con Permanganato de Potasio ⁽¹³⁾

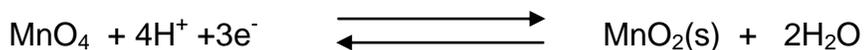
El Permanganato de Potasio (KMnO_4) es un agente oxidante de intenso color violeta.

En soluciones fuertemente acidas ($\text{pH} = 1$) se reduce a Mn^{2+}



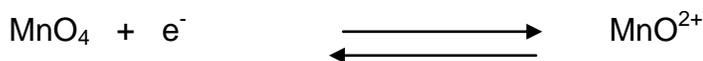
Ion manganeso

En solución neutra o alcalina, el producto de la reacción es el sólido de color castaño MnO_2 :



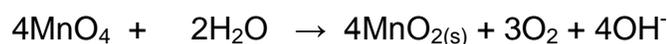
Dióxido de Manganeso (Café)

En soluciones fuertemente alcalinas ($\text{NaOH } 2\text{M}$) se produce el ion manganato, de color verde:



Manganato

Para preparar soluciones estables, el KMnO_4 se disuelve en agua destilada, se hierve a fin de acelerar la reacción entre MnO^- y las impurezas orgánicas y se hace pasar por un filtro limpio de vidrio sinterizado para separar el MnO_4 precipitado.



Medio Alcalino.

En el caso de titulaciones realizadas en soluciones fuertemente acidas, el KMnO_4 mismo desempeña la función de indicador. El producto Mn^{+2} , es incoloro. El punto final se considera alcanzado en el primer momento en que permanezca el color rosa pálido del MnO_4 .

3.5.3 Titulaciones por precipitación ⁽³⁾ ⁽¹²⁾

Estas titulaciones son caracterizadas por la formación de precipitado en el punto final de limitada solubilidad, es un método muy limitado porque la velocidad de formación de precipitado es muy lenta, además de ser muy pocos los agentes precipitantes.

El reactivo precipitante más utilizado es el Nitrato de Plata, empleado para la determinación de haluros, mercaptanos, ácidos grasos, etc.

Para llegar a formar una valoración de precipitación la reacción que se forma, se debe a un precipitado ligeramente soluble, el cuál ha de satisfacer requisitos importantes:

- La velocidad de reacción entre el agente precipitante y la sustancia que ha de precipitar debe ser rápida.
- La reacción ha de ser cuantitativa y debe transcurrir conforme a una ecuación estequiométrica definida.
- Debe disponerse de un medio razonable simple y cómodo para identificar el punto en el cuál la cantidad de precipitante agregado es estequiométricamente equivalente a la sustancia que se precipite.
- Debe formar un producto de composición reproducible y de baja solubilidad.

Dentro de las titulaciones de Precipitación se tienen las que usan como valorante el AgNO_3 , por eso se les denomina Métodos Argentométricos o Argentimétricos.

El fundamento de la “Argentometría” es la reacción entre el ión Plata y el ión Cloruro



Es decir que si se trata una solución de cloruro soluble, con otra porción de solución de Nitrato de Plata, puede aparecer nuevo precipitado, si es que aún queda ión Cloruro libre, pero cuando ha desaparecido todo, una nueva gota de solución de Nitrato de Plata, no producirá más precipitado, siendo este el punto final de la reacción.

Para apreciar el punto final de la reacción de una manera más sencilla y rápida se añade un indicador que desarrolla distinto color al original cuando se alcanza el punto final en la valoración.

3.5.3.1 Detección visual del punto final en Argentometría ⁽⁸⁾

En una titulación por Precipitación, el indicador es una sustancia que produce con el titulante una reacción de precipitación, que va acompañada de un cambio de color y, que esto ocurre a un valor de pH cercano al del punto de equivalencia.

El punto final de una reacción en los análisis por métodos de precipitación puede determinarse de tres formas:

- Añadiendo una solución tipo a la solución de la sustancia por analizar, hasta que no se forme precipitado. Ejemplo: Determinación del ión cloruro, con solución tipo de Nitrato de Plata.
- Añadiendo solución tipo a una sustancia transparente de la sustancia por analizar, hasta que se forme el precipitado.
- Mediante la adición de un indicador apropiado.

3.5.3.2 Causas de Error en Volumetría de Precipitación ⁽⁸⁾

- Las precipitaciones son generalmente lentas y no se inician de inmediato, muchos precipitados tienden a adsorber y, por lo tanto a coprecipitar las especies tituladas ó titulantes.

- Puede adsorberse el indicador en el precipitado formado durante la titulación, el cuál deja de funcionar en las cercanías del punto final.
- Si el precipitado es altamente coloreado llegando a la formación de una solución lechosa, la detección visual de un cambio de color en el punto final, llega a ser imposible, la que puede complicar en alto grado la detección del punto final.

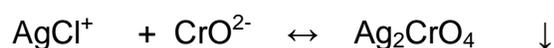
3.5.3.3 Existen tres métodos diferentes para la determinación de haluros ⁽⁸⁾

- Método de Morh: Formación de un precipitado coloreado.
- Método de Volhard: Formación de un compuesto coloreado.
- Método de Fajans: Método con indicador de adsorción

Método de Morh

Se considera un método directo, para determinar iones cloruros y bromuros de metales alcalinos, magnesio y amonio el cuál consiste en: Si a una solución neutra de Cloruros se agrega solución valorada de Nitrato de Plata, en presencia de una pequeña cantidad de solución de Cromato de Potasio al 5%, que actúa como indicador, en el punto final, los iones Cromato se combinan con los iones Plata, para formar Cromato de Plata rojo, escasamente soluble.

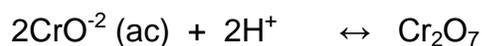
El Cromato de Plata se forma por adición de un ligero exceso de Nitrato de Plata, sólo después que prácticamente ha sido precipitado todo el ión Cloruro en forma de Cloruro de Plata.



Condiciones del Método:

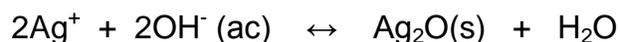
- El valor de pH debe estar entre los valores $7 < \text{pH} < 10$

Si $\text{pH} < 7$ es decir tenemos un medio ácido



Se formaría un ión Dicromato, impidiendo se forme Ag_2CrO_4 y que nos indique el punto final.

- Si $\text{pH} > 10$ es decir tenemos un medio básico.



Se formaría un precipitado oscuro de Oxido de Plata, lo que también impediría ver el punto final.

El método debe realizarse en medio neutro o débilmente alcalino, y a temperatura ambiente ya que a temperaturas mayores aumenta la solubilidad del Ag_2CrO_4 .

Este método es empleado para reconocer cloruros, pero no es confiable para yoduros.

Método de Volhard

Método de valoración indirecta, utilizado para la determinación de Plata y compuestos de Plata, aniones que se precipitan con plata como Cloro, Bromo, Yodo, SCN^- .

Se utilizan 2 soluciones valoradas, una de AgNO_3 y otra de KSCN las cuales consisten en:

Una solución de cloruros se agrega un exceso cuidadosamente medido de solución de Nitrato de Plata estándar y una cantidad apropiada de Ácido Nítrico, más la solución de Sulfato Férrico Amónico, todos los iones Cl^- han reaccionado, quedando Plata en exceso; luego se dispone a una segunda valoración.

Para saber cuál es el punto final se agrega indicador de iones Fe^{+2} el cuál formará:



Se utiliza el hecho de que el ión férrico en medio ácido forma un complejo de color rojizo con el ión Tiocianato. Esta será una valoración por retroceso o retrovaloración.

En los Yoduros, el problema de remoción del precipitado no es de consecuencia como en la determinación del Cloruro, pues la solubilidad de los precipitados son del mismo orden que del Tiocianato de Plata.

En la valoración de yoduro, la sal Férrica que se emplea como indicador no debe de agregarse, sino hasta que haya Plata en exceso, pues el yoduro en solución reacciona con el ión Férrico.



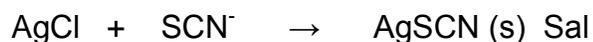
Condiciones del Método

- A valores de pH entre $1 < \text{pH} < 2$

Es decir medio fuertemente ácido, para evitar que ocurra precipitaciones de :

- Arseniatos
 - Oxalatos
 - Carbonatos
- } Precipitan en medio básico o medio neutro

El precipitado de AgCl debe mantenerse coagulado y aislado del resto de la solución antes de la valoración con SCN.



Si ocurre esta reacción no podría observarse con exactitud el punto final ya que la metátesis nos daría error.

Debe evitarse la metátesis:

- Filtrando el AgCl y luego titulado el filtrado más las aguas de lavado
- Por calentamiento, coagulando el AgCl.
- Recubriendo el precipitado con Nitrobenceno.

Método de Fajans

El método de Fajans para los Cloruros es uno de los mejores para la determinación volumétrica de este ión el cuál es un método directo en donde se utiliza como valorante el AgNO₃ y como indicador Fluoresceína (HFI); el método consiste en:

Al inicio de la reacción, es decir con las primeras gotas de valorante se formara:



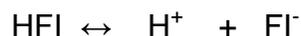
Se adsorberán los iones comunes al precipitado y que están en mayor cantidad. Se llega al punto de equivalencia o estequiométrico cuando todos los Cl^- adsorbidos los iones FI^- del indicador, se observará el punto final que estará dado por un color rosado debido a la formación de fluoresceínato de plata.



Condiciones del método:

- pH del medio debe ser entre $7 < \text{pH} < 10$

Si el $\text{pH} < 7$ o sea en medio ácido



Al aumentar H, disminuyen los iones FI^- y esto impedirá la formación de Fluoresceínato de Plata.

- Debe mantenerse una alta dispersión del precipitado.

Este tipo de precipitado tiene la tendencia a flocular o coagular y, no es deseable esta coagulación, ya que se desea tener una gran superficie de contacto.

Para la titulación inversa (solución de cloruro que se agrega a la del Nitrato de Plata) un indicador conveniente es la Tartrazina. En el punto final, la solución casi incolora toma un color azul.

3.5.4. Titulaciones de Formación de Complejos ^{(3) (13)}

En estas titulaciones se formarán complejos a partir de un Agente Quelante, el cuál se forma por un agente orgánico que tiene dos o más grupos capaces de formar complejos con un ión metálico.

Se dice que los iones complejos son compuestos constituidos por un ión metálico con otros iones o moléculas. Las partes del complejo se mantienen unidas mediante uniones covalentes coordinadas en las cuales el ión o molécula, son diferentes del ión metálico central.

La teoría de Lewis es la que por lo general se considera como la más aplicable en estas titulaciones complejométricas.

Se puede decir que el ión metálico central actúa como ácido de Lewis y los otros iones o moléculas como bases de Lewis. La mayoría de los iones metálicos reaccionan como donadores de pares de electrones formando complejos o compuestos de coordinación.

La especie donadora, es llamada ligando; debe tener disponible al menos un par de electrones no compartidos para formar el enlace. El agua, el amoníaco y los iones de halogenuros son los ligandos inorgánicos más comunes.

- Ligandos Monodentados: Poseen un posible sitio de coordinación (enlace simple) entre ellos tenemos iones Haluro, NH_3 .
- Ligandos Bidentados: Poseen dos sitios de coordinación, entre ellos tenemos: Etilendiamino el cuál reacciona con el Zn^{+2} y Ni^{+2}

Para que dicho proceso se lleve a cabo, es necesario que se de un enmascaramiento o purificación de las sustancias mediante la adición de un reactivo apropiado, que impide la acción de las sustancias interferentes.

Existen ligandos multidentados de mucha importancia en la aplicación de valoraciones complejométricas, en las cuáles utilizan como titulante el ácido Etilendiaminotetraacético (EDTA), que es estable con un gran número de iones polivalentes.

Cada uno de los átomos de hidrógeno en los grupos carboxílicos ($-\text{COOH}$) experimentan disociación ácida.

La forma neutra del ácido es tetraprótica y se representa con fórmula H_4Y , que establece complejos en razón de 1:1 debido a que el ión H_4Y posee en total seis grupos funcionales: cuatro grupos carboxílicos y dos grupos aminos, que pueden ocupar cuatro, cinco o seis posiciones de coordinación entorno del ión metálico central.

La sal disódica $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, es un reactivo de uso común que sirve como materia prima para la preparación de soluciones de EDTA estándares que son las que se utilizan en las valoraciones.

Es preciso que el indicador sea de color intenso cuando este enlazado con el metal o cuando este libre , a esta propiedad que poseen los indicadores se le denomina Metalocrómicos. Dentro de los indicadores Metalocrómicos utilizados en las Titulaciones Complejométricas se tienen:

- Negro de Eriocromo T (NET) el más utilizado.
- Calcon.
- Naranja de Xilenol.
- Murexida.

3.5.4.1 Acido Etilendiaminotetraacético (EDTA) ⁽³⁾

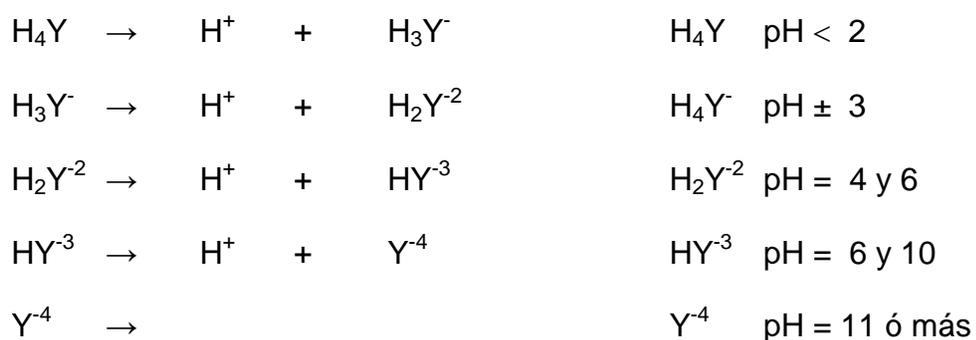
Usado como valorante bastante utilizado en complejometría con 6 posibles sitios de enlace con un ión metálico: 4 grupos carboxilo y 2 grupos amino.

La mayor parte son elementos electronegativos tienden a ceder pares electrónicos.

El EDTA es un ligando hexadentado, este se une a los iones analíticos por medio de dos nitrógenos y cuatro hidrógenos de los grupos carboxílicos.

Si las soluciones a titular son bastante ácidas el H_4Y se descompondría a medida se alcalinice el medio dando diferentes especies, por ejemplo:

HAY^- o también, $A^{+2} + Y^{-4} \rightarrow CuY^{-2}$, es posible obtener varias reacciones dependiendo la presencia de iones H_3O^+ o sea el pH de la solución.



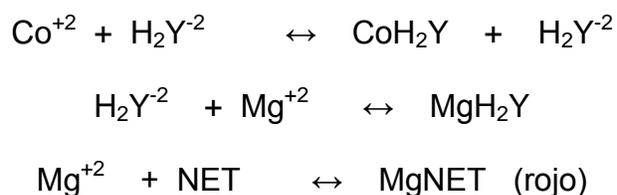
Métodos de valoración con EDTA:

- Valoración Directa: Cuando se agrega el titulante directamente a la sustancia a valorar, manteniendo un pH generalmente de 9-10. La solución buffer utilizada es NH_4Cl-NH_4OH y como indicador el Negro de Eriocromo T (NET). Entre los cationes que se pueden valorar de manera directa Mg^{+2} , Ca^{+2} Formándose el complejo:

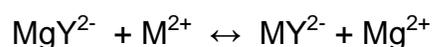
-



- Valoración Indirecta o Retroceso: Cuando se agrega en exceso la especie titulante y luego el exceso se valora. Hay casos que no hay indicador satisfactorio o cuando el ión metálico forme complejo con el EDTA muy lentamente.



- Valoración por Retroceso: Son útiles en determinación de cationes que forman complejos estables con EDTA y no se dispone de indicadores adecuados.
- Valoración por Desplazamiento: En la disolución del analito es agregado en exceso sin cuantificar, de una disolución con el complejo (EDTA) con Mg o Zn. Si el analito forma un complejo más estable que el Zinc o Magnesio ocurre la reacción de desplazamiento.



Donde M^{2+} es el catión analito y Mg^{2+} es el catión liberado.

3.6 PUNTO DE EQUIVALENCIA Y PUNTO FINAL ⁽³⁾⁽¹¹⁾

Los estudios de las reacciones se llevan a cabo en forma adecuada por medio de una técnica conocida como: Valoración o Titulación. En una Valoración una disolución de concentración exactamente conocida, denominada Disolución Patrón, se agrega en forma gradual a otra disolución de concentración desconocida hasta que la reacción química entre las dos disoluciones se complete.

La adición de la Disolución Patrón se efectúa hasta alcanzar el Punto de Equivalencia, e inmediatamente después, el Punto Final, definiéndose cada uno de ellos de la siguiente manera:

- Punto de equivalencia: De una valoración se define como la cantidad de valorante añadido el cual es química y cuantitativamente equivalente a la cantidad de analito en la muestra, en el cual ha reaccionado o neutralizado completamente la muestra.
- Punto Final: Es un fenómeno puramente físico y experimental relacionado con la condición de equivalencia como un cambio de color o viraje de un indicador.

La diferencia entre ambos siempre debe ser mínima.

Durante una titulación, el punto de equivalencia se alcanza cuando la cantidad de titulante añadido es química y cuantitativamente equivalente a la cantidad de analito en la muestra.

El Punto de Equivalencia es el resultado ideal (teórico) que se busca en una valoración y no se puede determinar experimentalmente, es el punto en el cual la cantidad de valorante añadida es exactamente la necesaria para que reaccione estequiométricamente con el analito.

Lo que se mide es el punto final de la valoración, el cual se observa por un cambio brusco de una propiedad Física o Química dados por la misma solución o por un reactivo auxiliar.

Debe esperarse que sea pequeña la diferencia de volumen o masa entre el punto final y el punto de equivalencia debido a imperfecciones en los cambios físicos y nuestra habilidad para observarlas, este es llamado error de titulación.

Entre los métodos para determinar el momento en que se ha consumido el analito se citan:

- Detectar un cambio brusco de voltaje o de corriente entre un par de electrodos
- Observar un cambio de color del indicador
- Formación de un precipitado coloreado

3.7 MÉTODOS INSTRUMENTALES⁽¹²⁾.

Además de los métodos gravimétricos y volumétricos conocidos como métodos clásicos, existen otros métodos que se basan en la medición de propiedades ópticas, eléctricas o térmicas de la muestra que se va a analizar.

A estos métodos se les denomina Métodos Instrumentales, ya que para hacer la medición cuantitativa de una sustancia, se hace uso de un instrumento medidor de una propiedad específica.

División de los Métodos Instrumentales de acuerdo a la propiedad que se mide:

- Métodos Electroanalíticos: Miden una propiedad eléctrica.
- Métodos Ópticos: Miden una propiedad óptica.

Dentro de los más útiles se citan:

- Métodos electroanalíticos.
- Potenciométricos: Mide el potencial de un electrodo en equivalencia con la sustancia a analizar.
- Conductométricos: Mide la conductividad de una muestra en solución.

Estos métodos se basan en la determinación de un componente metálico, separándolo de una solución por medio de un proceso de electrólisis.

Una electrólisis se lleva a cabo en una celda electrolítica para lograr una reacción electroquímica.

3.7.1 Métodos Potenciométricos ⁽¹²⁾.

3.7.1.1 Fundamentos de electroquímica ⁽¹²⁾.

Parte de la Química que trata de la relación entre corrientes eléctricas y reacciones químicas y, de la conversión de la energía química en eléctrica y viceversa.

Todos los cambios químicos implican una reagrupación o reajuste de los electrones en las sustancias que reaccionan; por eso puede decirse que dichos cambios son de carácter eléctrico.

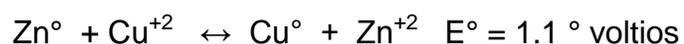
Para producir una corriente eléctrica a partir de una reacción química, es necesario tener un oxidante, es decir una sustancia que gane electrones fácilmente (se reduzca) y, un reductor, una sustancia que pierda electrones con facilidad (se oxide).

Las reacciones oxido-reducción tienen lugar por transferencia directa de electrones de un elemento que será el que los cede a otro elemento que a su vez es que acepta los electrones.

Cada semireacción esta caracterizada por un cierto potencial de semicelda o electrodo, el potencial representa la tendencia del metal a oxidarse y formar iones cargados eléctricamente.



No podemos obtener el potencial de un solo electrodo en forma directa, pero si unimos dos semiceldas podemos medir la diferencia de potencial entre dos electrodos de una misma celda.



A este valor de E se le denomina Potencial de Celda y a los valores de $E^{\circ}1$ y $E^{\circ}2$ Potenciales de electrodo o de semicelda.

3.7.1.2 Relación entre el Potencial de Electrodo y Concentración ⁽¹²⁾

El potencial de un electrodo es una medida de la fuerza química con que una semireacción tiende al equilibrio. Así, si un sistema (productos y reactantes) están en equilibrio, no hay cambios y su potencial $E=0$ y en cuanto más se aleje del equilibrio, E será mayor.

Nerst formuló una expresión que relaciona el potencial de una semicelda con la concentración de las sustancias que contiene:

La ecuación de Nerst:

$$E = E^{\circ} - \frac{RT}{nF} \ln \frac{\text{fórmula reducida}}{\text{fórmula oxidada}}$$

En donde E° = Potencial estándar.

E = Potencial de semicelda.

R = Constante Universal de los Gases 8.314 Joules/°K.

T = temperatura Absoluta (°K).

ne^{-} = Número de electrones que participan en la reacción.

F = 1 Faraday = 96,500 coulombs.

$[\text{red}]$ y $[\text{ox}]$ = Concentraciones Molares de forma Oxidada o Reducida.

Efectuando todas las operaciones de los valores se obtiene la siguiente ecuación₍₁₂₎:

$$E = E^{\circ} - \frac{0.05915}{ne} \log \frac{[\text{red}]}{[\text{ox}]}$$

La electroquímica analítica comprende un grupo de métodos para el análisis cuantitativo basado en el comportamiento de una solución de una muestra cuando forma parte de una celda electroquímica.

3.7.1.3 Tipos de Métodos Electroanalíticos⁽¹²⁾

- Métodos que dependen de la relación directa entre la concentración de cierto parámetro eléctrico como potencial, corriente, resistencia o conductancia.
- Métodos que utilizan alguno de los parámetros eléctricos que se acaban de mencionar para establecer el punto final de una titulación
- Métodos que agrupan los procedimientos en los cuales el analíto se convierte por acción de la corriente eléctrica, en forma que pueda ser pesada.

Métodos Potenciométricos

La pHmetría se basa en la medida del número de electrones usados en una reacción Química.

La potenciometría es el uso de electrodos para medir voltajes y suministrar así información química.

En las medidas potenciométricas, el electrodo indicador responde a los cambios de actividad del analíto y el electrodo de referencia se halla en una semicelda aparte produciendo un potencial de referencia constante. Los electrodos de referencia más utilizados son el electrodo de calomel y el de plata-cloruro de plata.

Electrodos Indicadores de uso Frecuente:

- Electrodo inerte de Pt
- Electrodo de plata, que responde a Ag^+
- Electrodo selectivos de iones.

Los métodos potenciométricos pueden realizarse de dos maneras:

- Métodos de Potenciometría Directa: Consiste en la comparación directa del potencial de un electrodo sensible a la concentración de iones en la muestra, con el potencial de un segundo electrodo, cuyo valor se mantiene constante.
- Volumetría Potenciométrica: Consiste en seguir el curso de una valoración midiendo la diferencia de potencial entre los electrodos sumergido en la solución a valorar, a medida que se le agrega el valorante.

Este tipo de valoraciones tiene la desventaja que necesita más tiempo que cualquier método volumétrico y también es necesario la utilización de instrumentación especial.

3.8 POTENCIOMETRIA ⁽¹²⁾

La potenciometría es una de las tantas técnicas abarcadas por la electroanalítica. Emplean todas las propiedades electroquímicas con las que cuenta una determinada solución para precisar debidamente la concentración que ésta posee de un analito.

La potenciometría no es más que la medición de la diferencia de potencial de una celda electroquímica.

El potenciómetro se conforma por un electrodo de referencia (reference electrode), un electrodo indicador o de trabajo (un electrodo sensible a la especie electroactiva, sensing electrode) y un dispositivo para medir esa diferencia de potencial.

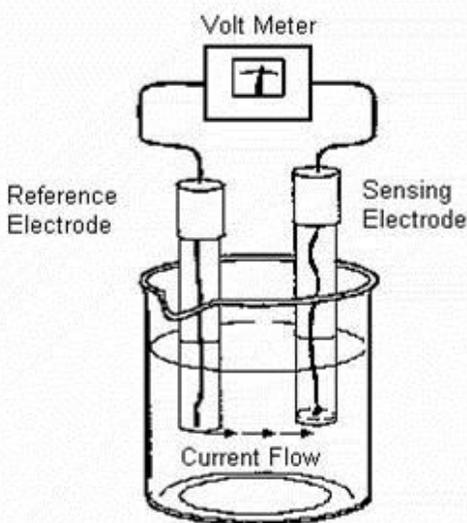


Figura N°2. Esquema de Potenciómetro

3.8.1 Electroodos de Referencia ⁽⁸⁾

El electrodo de referencia ideal tiene un potencial que se conoce con exactitud y es constante e insensible a la composición de la disolución del analíto.

Debe ser fácil de montar, proporcionar potenciales reproducibles y tener un potencial sin cambios con el paso de pequeñas corrientes.

Existen los siguientes tipos:

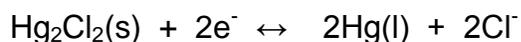
I. Electrodo de Calomel.

Se representa de la siguiente manera:



Donde x representa la concentración molar de cloruro de potasio en la solución.

La reacción del electrodo está dada por la ecuación:



El potencial de esta celda varia con la concentración del cloruro y, esta cantidad debe especificarse al describir al electrodo. Es el más usado por su fácil preparación.

Se pueden obtener en el comercio varios tipos de electrodos de calomel que resultan adecuados; en la Figura N°3 se muestra un modelo típico. El cuerpo

del electrodo consiste en un tubo de vidrio de 5 a 15 cm de largo y 0,5 a 1 cm de diámetro.

Un tubo interior contiene una pasta de mercurio-cloruro de mercurio(I) conectado a la solución saturada de cloruro de potasio del tubo externo, a través de un pequeño orificio.

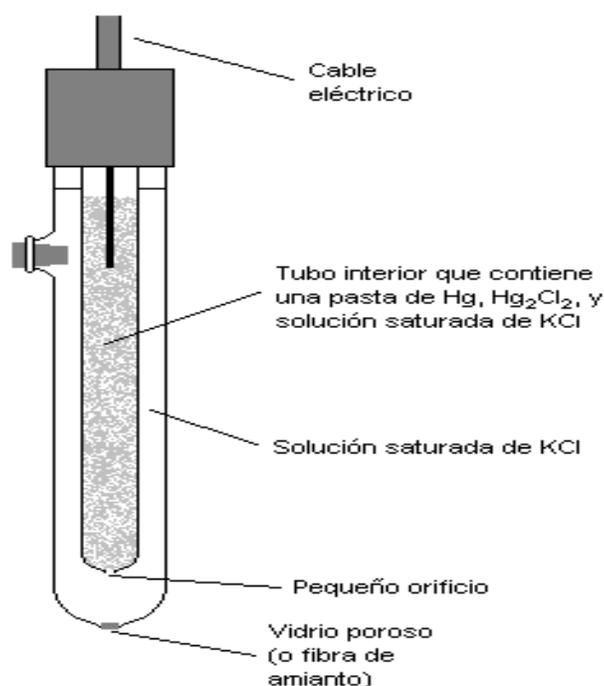


Figura N° 3. Esquema de Electrodo de Vidrio o Calomel

II. Electrodo de Plata-Cloruro de Plata

Consiste en un electrodo de plata sumergido en una disolución saturada en cloruro de potasio y cloruro de plata, se representa:



3.8.2 Electrodo Indicadores⁽⁸⁾

Este tipo de electrodo responde según la concentración del analito, responden de manera rápida, para las medidas potenciométricas son de dos tipos fundamentales, denominados metálicos y de membrana.

Características que debe poseer un electrodo indicador, para que pueda ser utilizado en Potenciometría Directa o para Valoración Potenciométrica

- Debe existir relación directa entre la concentración de una o más sustancias reaccionantes y el potencial del electrodo.
- El electrodo debe dar una respuesta rápida y reproducible con las variaciones de concentración.
- Debe de poseer una forma física adecuada, para efectuar las lecturas con comodidad.

Tipos de Electrodo indicadores:

1. Electrodo indicadores metálicos
2. Electrodo indicadores de membrana

1- Electroodos Indicadores Metálicos

Cuadro N° 1 Electroodos Indicadores Metálicos.

Electrodos de 1° especie (De primer orden para cationes)	Electrodo de 2° especie (De segundo orden para aniones)	Electrodo para sistema Redox
Electrodo metálico puro en equilibrio directo con su catión en la disolución. No son muy usados porque no son muy selectivos.	Los metales responden también en forma indirecta a los aniones que forman precipitados poco solubles o complejos con su catión.	Existen varios conductores inertes que responden a sistemas redox más apropiado: electrodo de platino

2- Electroodos indicadores de Membrana.

Durante muchos años, ha sido el método más adecuado para la medida de pH consiste en medir el potencial que se genera a través de una fina membrana de vidrio, que separa dos soluciones con diferente concentración del ión hidrógeno (H^+).

Se han desarrollado electrodos de membrana selectivos de iones que permiten la cuantificación potenciométrica directa de varios iones tales como K^+ , Na^+ , Li^+ , F^- y Ca^{2+}

Estos tipos de electrodos se clasifican según el estado físico de la sustancia que forma la membrana del electrodo. Entre ellos están:

- Electrodo selectivo de vidrio
- Electrodo selectivo de membrana Sólida
- Electrodo selectivo de membrana líquida

- • **Electrodo Selectivo de Vidrio**

Se emplean para determinar el pH y Na. Consiste en un electrodo indicador de vidrio que al sumergirse en la disolución absorbe agua, formando una capa de superficie. La delgada membrana en el extremo del electrodo, es la que responde a los cambios de pH.

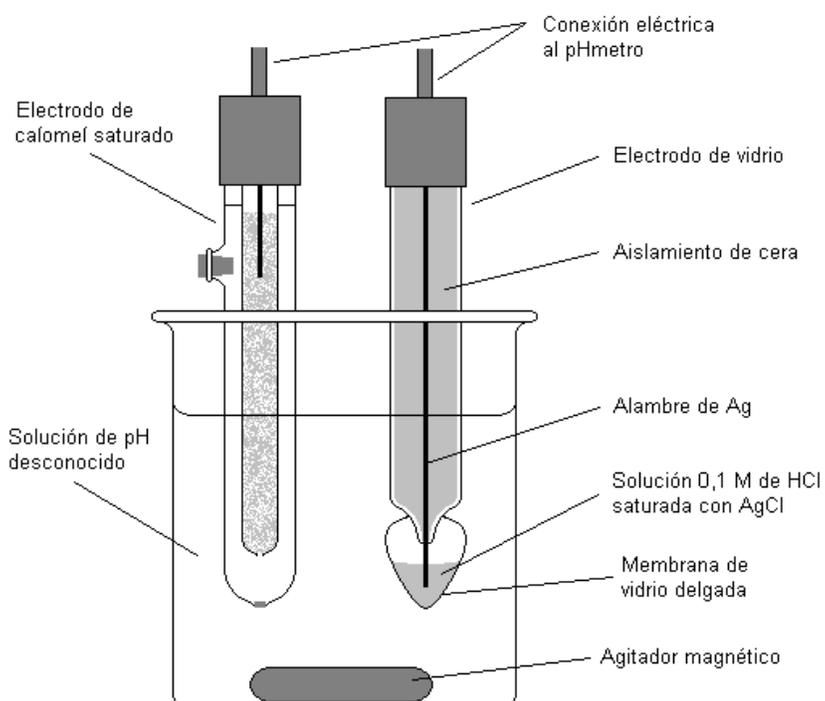


Figura N° 4 Esquema de electrodos para la medición potenciométrica del pH.

- **Electrodo Selectivo de Membrana Solida**

Existen dos tipos, los de membrana solida o granulado. Cuando se sumerge la membrana en la disolución, se desarrolla un potencial basado en el transporte de partículas cargadas sobre la interfase membrana/disolución hasta alcanzar el equilibrio dinámico. El material debe ser un conductor iónico con un solo ión móvil.

Electrodos Selectivo de Membrana Líquida

En este tipo de electrodo la membrana es un líquido inmiscible con un agente complejante neutro o cargado sobre una matriz porosa como PVC. Presenta conductancia iónica y preferencia por un ión particular.

Los electrodos de membrana líquida son un medio para la determinación potenciométrica directa de las actividades de varios cationes polivalentes y de ciertos aniones.

3.9 VALORACIONES POTENCIOMETRICAS ⁽⁸⁾ ⁽¹²⁾

El potencial de un electrodo indicador adecuado puede utilizarse en forma muy conveniente para establecer el punto de equivalencia de una titulación, lo que se denomina Titulación Potenciométrica.

Son valoraciones que consisten en medir el potencial de un electrodo indicador apropiado en función del volumen del valorante.

Son mucho más fiables que las valoraciones en donde se usan indicadores químicos, además de ser aplicadas en disoluciones muy coloreadas o turbias y para detectar la presencia de especies no conocidas en una solución.

Las medidas basadas en el volumen de valorante producen un cambio rápido del potencial cerca del punto de equivalencia. La valoración depende mucho de la disponibilidad de un valorante de concentración conocida exacta.

Su uso implica medir y registrar el potencial de celda en milivoltios o unidades de pH después de cada adición del reactivo. El valorante se agrega en grandes incrementos durante la fase inicial de la valoración que son cada vez menores conforme se acerca al punto final.

Debe concederse suficiente tiempo para la obtención del equilibrio después de cada adición de reactivo. La buena y constante agitación es eficaz para acelerar el logro del equilibrio.

Existen diferentes tipos de Valoraciones Potenciométricas:

- Valoraciones de neutralización (ácido-base).
- Valoraciones oxido-reducción.
- Valoraciones de precipitación.
- Valoraciones de formación de complejos.

I. Valoraciones de Neutralización (ácido-base)

Las curvas experimentales usualmente están desplazadas respecto a las teorías ya que son trabajadas bajo concentraciones. Este desplazamiento tiene un efecto mínimo en la determinación de puntos finales, siendo muy útil en análisis de mezclas de ácidos o de ácidos polipróticos, incluyendo a las bases. Se obtienen utilizando electrodos de vidrio y calomel. Resulta útil su utilización cuando se titulan soluciones coloreadas o turbias.

II. Valoraciones Oxido-Reducción

Habitualmente en este tipo de valoración se utiliza un electrodo indicador inerte de platino para detectar el punto final.

III. Valoraciones de Precipitación.

Para una titulación de precipitación, el electrodo indicador es a menudo el metal del que se deriva el catión reaccionante. Pueden emplearse también electrodos de membrana sensibles a uno de los iones que participan en el proceso de titulación.

IV. Valoraciones de Formación de Complejos

En valoraciones potenciométricas de formación de complejos se emplean electrodos metálicos de membrana. Los reactivos más importantes para las Titulaciones Complejométricas, son un grupo de ácidos aminocarboxílicos de los cuales un ejemplo es el Acido Etilenodiaminotetraacético (EDTA).

Los cuatro grupos funcionales carboxilato, al igual que los nitrógenos amínicos, participan en la formación de enlaces con los iones metálicos.

3.9.1 Detección del Punto Final ⁽³⁾ ⁽⁸⁾

El método más directo consiste en una gráfica directa del potencial en función del volumen de reactivo (E° vrs Vol). Se estima visualmente el punto de inflexión en la parte casi vertical de la curva y se determina como punto final.

Se han propuesto diferentes métodos mecánicos para ayudar a establecer este punto final mejorando así la precisión.

Otro procedimiento consiste en calcular el cambio de potencial por unidad de cambio en el volumen del reactivo (primera derivada). Una representación grafica de este parámetro en función del volumen promedio permite obtener el punto final más definido.

Con ambos procedimientos, la curva de titulación es asimétrica con relación al verdadero punto de equivalencia y la inflexión en la curva corresponde a dicho punto.

Esto se cumple siempre que las sustancias participantes en el proceso químico reaccionen entre sí en una razón equimolar y, también que el proceso del electrodo sea lo más perfectamente reversible. Cuando no se cumplen estos requisitos, resulta una curva asimétrica.

Generalmente, el cambio de potencial en la región del punto de equivalencia de estas curvas es bastante grande, por lo que se introduce un error de titulación despreciable si se escoge como punto final el punto medio de la parte de pendiente pronunciada de la curva.

Solo cuando se desea una precisión extraordinaria o cuando se emplean soluciones muy diluidas debe tomarse en cuenta esta fuente de error.

Primera Derivada ($\Delta E / \Delta V$) (1)

La primera derivada es calculada para detectar el punto final es calcular el cambio de potencial por volumen unitario de valorante, la gráfica produce una curva con un máximo que corresponde al punto de inflexión.

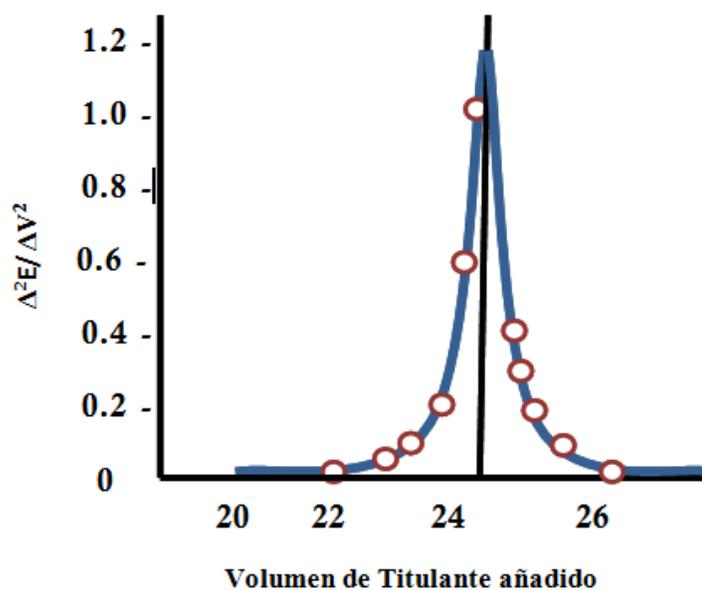


Figura N° 5. Curva de la Primera Derivada.

Segunda Derivada ($\Delta^2 E / \Delta V^2$) (1)

La segunda derivada se calcula ya que posee la característica de un cambio de signo en el punto de inflexión, que es el punto en que la segunda derivada cruza el cero que se toma como punto final y se puede localizar de manera muy precisa.

También se pueden definir tipos de curvas para cada tipo de titulación. Así se definen curvas para titulaciones de formación de complejos, Acido-Base, oxido-reducción y precipitación.

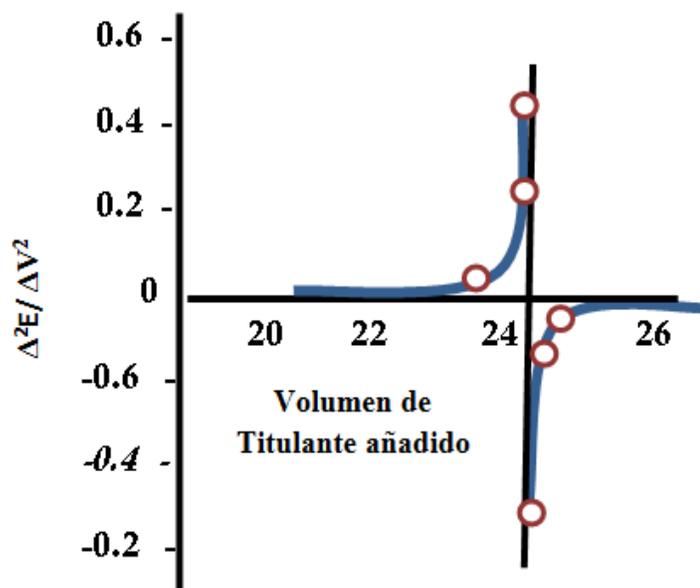


Figura N° 6. Curva de la Segunda Derivada

CAPITULO IV
DISEÑO METODOLOGICO

4.0 - DISEÑO METODOLÓGICO

4.1 METODOLOGIA

Tipo de Estudio

- **Prospectivo:** Este trabajo de graduación tuvo la visión de ser utilizado como referencia en análisis posteriores.
- **Experimental:** Puesto que se realizaron ensayos para demostrar su efectiva aplicación.
- **Analítico:** Este tipo de estudio es analítico, ya que propuso una aplicación en la rama de Química Analítica, específicamente en Titulaciones Volumétricas.

4.2 INVESTIGACIÓN BIBLIOGRAFICA

La recolección bibliográfica se realizó visitando, las siguientes bibliotecas:

- Biblioteca Dr. Benjamín Orozco de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Biblioteca de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad de El Salvador.
- Biblioteca Central de la Universidad de El Salvador.
- Biblioteca de la Universidad Salvadoreña Alberto Masferrer
- Internet

4.3 INVESTIGACIÓN DE CAMPO

Universo

Todos aquellos tipos de valoraciones actualmente existentes a los que se les pudo aplicar la potenciometría o llevar a cabo titulaciones potenciométricas.

Muestra ⁽¹⁾

Para el desarrollo de la parte práctica de esta investigación, se utilizó Muestreo Puntual Dirigido, realizando los siguientes tipos de titulaciones potenciométricas:

- Neutralización (Acido-Base acuoso)
- Redox (Yodometría y Permanganometría)
- Precipitación (Argentométrica)
- Complejometría (EDTA)

Se aplicó este tipo de muestreo debido a que se han seleccionado previamente los tipos de titulaciones a realizar, a las que se les aplicó el Método Potenciométrico.

Por cada tipo de titulación realizada, el análisis de la Solución Muestra frente a la Solución Estandarizada se realizó por triplicado, verificando con ello, la reproducibilidad de los datos.

En el Cuadro N° 2 se detallan las soluciones utilizadas por cada tipo de titulación realizada.

Cuadro. N°2. Clasificación de los tipos de valoraciones hechas y soluciones utilizadas.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada	Estándar Primario
Neutralización	Acido fuerte-Base fuerte	HCl (0.1 N) *	NaOH 0.1 N	KHC ₈ H ₄ O 0.1 N
	Acido débil- Base fuerte	CH ₃ COOH (0.1 N) *	NaOH 0.1 N	KHC ₈ H ₄ O 0.1 N
Redox	Yodometría	Cu(NO ₃) ₂ (0.1 N) *	Na ₂ S ₂ O ₃ 0.1 N	Cu ⁺² 0.1 N
	Permanganometría	FeSO ₄ .7H ₂ O (0.1 N) *	KMnO ₄ 0.1 N	Na ₂ C ₂ O ₄ 0.1 N
Precipitación	Argentometría	KCl (0.01 N) *	AgNO ₃ 0.01 N	NaCl 0.01 N
Complejometría	Niquel vrs. EDTA	Ni(NO ₃).6H ₂ O (0.01 M) *	EDTA 0.01 M	CaCO ₃ 0.01 M

*Concentraciones teóricas.

Instrumento de Recolección de Datos (ver Anexo N°1)

Se realizó una Encuesta para evaluar los conocimientos de las Valoraciones Potenciométricas en los alumnos que hayan cursado la materia de Química Analítica I y Química Analítica II de la Licenciatura en Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador. Se realizó en el periodo que comprende Enero a Febrero de 2011.

4.4 PARTE EXPERIMENTAL

1. Se preparó cada solución detallada en el Cuadro N°2, las cuales comprenden: Soluciones Muestra y Soluciones a Estandarizar.
2. Se efectuó la respectiva estandarización de la solución titulante (Solución Estandarizada), usando para ello el Estándar Primario especificado en el Cuadro N°2. La estandarización se realizó por medio de una titulación potenciométrica. (Ver en anexos la preparación de cada una de las soluciones).
3. Se realizaron las titulaciones de la Solución Muestra con la Solución Estandarizada que se detallan en el Cuadro N° 2, aplicándoles el Método Potenciométrico, de las cuales se obtuvieron dos datos: Volumen agregado a la solución muestra de solución estandarizada y Potencial registrado por cada adición.

4. Se diseñó la hoja de cálculo en el programa computarizado de Excel, en la cual se ingresaron las fórmulas detalladas en el Cuadro N°3 y los datos reportados de las titulaciones realizadas.
5. Se ingresaron los datos obtenidos en la hoja de cálculo de Excel que corresponden a: Volumen agregado de solución estandarizada y Potencial registrado por cada adición.
6. Desarrollar las fórmulas especificadas en el Cuadro N° 3, contenidas en la hoja de Calculo Excel, con las cuales se obtuvieron los datos que se utilizaran para graficar las curvas de titulación.
7. Se realizaron las gráficas de la Primera y Segunda Derivada de cada titulación, y se determinaron con ellas el punto final exacto del análisis realizado.

A continuación se presenta como ejemplo de Valoración por Precipitación observándose en la Figura N° 6 el Gráfico de Primera Derivada. La formación de una cresta que aparece alrededor de 24.3 mL se podría determinar como punto final de la titulación.

Como ejemplo de gráfico de segunda derivada: Ver Figura N° 7. El punto final se toma en el punto de intersección de la derivada con el cero.

Cuadro N° 3 Resumen de fórmulas utilizadas en el diseño de la hoja de cálculo Excel.

Datos Obtenidos de la Titulación	
Vol. de AgNO₃ (mL) (A)	Volumen en mL gastado en la titulación de la Solución Valorada o Solución Patrón.
E contra ECS en V (B)	Potencial registrado en el electrodo, por cada adición de solución valorada.
Primera Derivada	
Vol. en el Punto Medio (C)	Promedio de volumen en mL gastados en la titulación de la Solución Valorada o Solución Patrón. $C = (A1+A2)/ 2$
ΔE (D)	Diferencia entre potenciales leídos. $D = B2-B1$
Δvol (E)	Diferencia entre volúmenes gastados. $E = A2-A1$
$\Delta E/\Delta V$ (F)	Cociente entre diferencial de potencial (ΔE) y diferencial de volumen (ΔVol) $F = D1/E1$
Segunda Derivada	
Vol. En el punto medio (G)	Promedio de volumen en el punto medio de la primera derivada. $G = (C2+C1)/2$
$\Delta(\Delta E/\Delta V)$ (H)	Diferencia de la primera derivada ($\Delta E/\Delta V$). $H = F2-F1$
ΔVol (I)	Volumen en el punto medio de la primera derivada. $I = C2-C1$
$\Delta^2 E/\Delta V^2$ (J)	Obtención de la segunda derivada por medio del cociente entre el diferencial de la primera derivada y el diferencial de volumen en el punto medio de la primera derivada. $J = H6 / I6$

Se presenta a continuación un ejemplo de cálculos realizados para obtener el resultado a ingresar en la hoja de cálculo Excel.

Cuadro N° 4. Ejemplo de aplicación de fórmulas a ser introducidas en la hoja de cálculo Excel.

Primera Derivada	
Vol. en el Punto Medio (C)	<p>Es el volumen promedio de solución Titulante añadido en la titulación, se toma el volumen de la adición anterior y de la adición siguiente y se hace el promedio de ambas, reportando el promedio. $C = (A1+A2)/ 2$</p> <p>Se toma como ejemplo un dato de la Tabla N° 1.</p> <p>Ejemplo: 5 mL + Volumen Titulante en la primera adición. $\frac{15 \text{ mL}}{20 \text{ mL}} = \text{Volumen Titulante en la segunda adición}$</p> <p>Promedio : $20 \text{ mL} \div 2 = 10 \text{ mL}$ Volumen reportado en el punto medio.</p> <p>Se realiza el mismo proceso para todos los siguientes valores.</p>
ΔE (D)	<p>Se determina la diferencia de potenciales reportados. Se efectúa restando el valor del potencial leído en la adición realizada menos la adición anterior de Titulante. $D = B2-B1$</p> <p>Se toma como ejemplo un dato de la Tabla N° 1</p> <p>Ejemplo: 0.085 mV - Potencial reportado en la adición realizada. $\frac{0.062 \text{ mV}}{0.023 \text{ mV}} = \text{Potencial reportado en la adición anterior.}$</p> <p>Resultado: 0.023mV, Diferencia de potencial reportado.</p> <p>Se realiza el mismo cálculo para cada potencial reportado.</p>

<p>Δvol (E)</p>	<p>Para obtener este dato a ingresar en la tabla se debe de realizar la diferencia de volúmenes gastados de solución titulante en dos adiciones realizadas.</p> $E = A2 - A1$ <p>Se toma como ejemplo un dato de la Tabla N° 1.</p> <p>Ejemplo: 15 mL - Volumen Titulante en la segunda adición.</p> $\frac{5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} = \text{Volumen Titulante en la primera adición}$ <p>10 mL, Volumen reportado como diferencia de volúmenes gastados.</p> <p>Se realiza el mismo proceso para todos los siguientes valores.</p>
<p>$\Delta E/\Delta V$ (F) Primera Derivada</p>	<p>Cociente entre diferencial de potencial (ΔE) y diferencial de volumen (ΔVol)</p> $F = D1/E1$ <p>Se realiza una división entre el dato reportado como diferencial de potencial y el diferencial de volumen. De la totalidad de datos reportados en esta columna, depende la grafica de la Primera Derivada.</p> <p>Se toma como ejemplo un dato de la Tabla N° 1.</p> <p>Ejemplo: $0.002 \text{ mV} \div 10.000 \text{ mL} = 0.0023$</p> <p>= 0.0023, Dato obtenido, el cual se utilizará junto a todos los demás obtenidos de la misma manera para graficar la Primera derivada.</p> <p>Se realiza el mismo cálculo para cada pareja de datos.</p>

Segunda Derivada	
Volumen en el punto medio (G)	<p>Promedio de volumen en el punto medio de la primera derivada.</p> $G = (C2+C1)/2$ <p>Es el promedio de volúmenes reportados como volumen promedio para la primera derivada. Se hace un nuevo promedio de los datos, y se utiliza éste para la segunda derivada.</p> <p>Se toma como ejemplo un dato de la Tabla N° 1.</p> <p>Ejemplo: 10.00 mL + Volumen en el punto medio 1 <u>17.50 mL</u> Volumen en el punto medio 2 27.50 mL</p> <p>$27.50 \text{ mL} \div 2 = 13.75 \text{ mL}$, Dato reportado como volumen en el punto medio de la primera derivada.</p> <p>Se realiza el mismo cálculo para cada pareja de datos.</p>
$\Delta(\Delta E/\Delta V)$ (H)	<p>Diferencia de la primera derivada ($\Delta E/\Delta V$). $H = F2-F1$</p> <p>Se realiza la división de los datos que se utilizaron para graficar la primera derivada. Los cuales corresponden a diferencial de potencial y diferencial de volumen.</p> <p>Se toma como ejemplo un dato de la Tabla N° 1.</p> <p>Ejemplo: 0.004 mV - Diferencial de la primera derivada casilla 2 <u>0.002 mV</u> Diferencial de la primera derivada casilla 1 0.002 mV</p> <p>Se realiza el mismo cálculo para cada pareja de datos.</p>

<p style="text-align: center;">ΔVol (I)</p>	<p>Volumen en el punto medio de la primera derivada. $I = C2 - C1$</p> <p>Es la resta de diferencial de volúmenes reportados para la primera derivada.</p> <p>Se toma como ejemplo un dato de la Tabla N° 1.</p> <p>Ejemplo: 17.50 mL - Volumen en el punto medio casilla 2 $\frac{10.00 \text{ mL}}{7.50 \text{ mL}}$ Volumen en el punto medio casilla 1</p> <p>Se realiza el mismo cálculo para cada pareja de datos.</p>
<p style="text-align: center;">$\Delta^2 E / \Delta V^2$ Segunda Derivada (J)</p>	<p>Obtención de la segunda derivada por medio del cociente entre el diferencial de la primera derivada y el diferencial de volumen en el punto medio de la primera derivada. $J = H6 / I6$</p> <p>Se toma como ejemplo un dato de la Tabla N° 1.</p> <p>Diferencial de la primera derivada entre Diferencial de volumen en el punto medio de la primera derivada. $(0.002 \div 7.500 = 0.000)$</p> <p>0.000, dato obtenido para graficar la Segunda derivada.</p> <p>Se toma el conjunto de datos obtenidos en esta columna, con los cuales se obtendrá la grafica de la Segunda derivada.</p> <p>Se observa en la Tabla N°. 1, un cambio de signo, el cual indica el punto final de la titulación, lo cual puede observarse claramente en la grafica que se obtiene.</p>

Como Ejemplo, se presenta la tabulación de datos en la hoja de cálculo Excel, donde se explica el uso de las fórmulas anteriormente descritas.

Tabla N° 1. Hoja de Cálculo diseñada para determinar la Primera y Segunda derivada de una Titulación de AgNO_3 0.01N contra KCl 0.01N, utilizando el Método Potenciométrico.

	Datos		Primera derivada				Segunda derivada			
	Volum en de AgNO_3 0.01 N (mL) (A)	E (V) E: voltaje (B)	Vol. en el punto medio (C)	ΔE (D)	$\Delta \text{vol.}$ (E)	$\Delta E/\Delta V$ (F)	vol. En el punto medio (G)	$\Delta(\Delta E/\Delta V)$ (H)	$\Delta \text{Vol.}$ (I)	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ (J)
1	5.0	0.062	-	-	-	-	-	-	-	-
2	15.0	0.085	10.00	0.023	10.0	0.002	-	-	-	-
3	20.0	0.107	17.50	0.022	5.0	0.004	13.75	0.002	7.50	0.000
4	22.0	0.123	21.00	0.016	2.0	0.008	19.25	0.004	3.50	0.001
5	23.0	0.138	22.50	0.015	1.0	0.015	21.75	0.007	1.50	0.005
6	23.5	0.146	23.25	0.008	0.5	0.016	22.88	0.001	0.75	0.001
7	23.8	0.161	23.65	0.015	0.3	0.050	23.45	0.034	0.40	0.085
8	24.0	0.174	23.90	0.013	0.2	0.065	23.78	0.015	0.25	0.060
9	24.1	0.183	24.05	0.009	0.1	0.090	23.98	0.025	0.15	0.167
10	24.2	0.194	24.15	0.011	0.1	0.110	24.10	0.020	0.10	0.200
11	24.3	0.233	24.25	0.039	0.1	0.390	24.20	0.280	0.10	2.800
12	24.4	0.316	24.35	0.083	0.1	0.830	24.30	0.440	0.10	4.400
13	24.5	0.34	24.45	0.024	0.1	0.240	24.40	-0.590	0.10	-5.900
14	24.6	0.351	24.55	0.011	0.1	0.110	24.50	-0.130	0.10	-1.300
15	24.7	0.358	24.65	0.007	0.1	0.070	24.60	-0.040	0.10	-0.400
16	25.0	0.373	24.85	0.015	0.3	0.050	24.75	-0.020	0.20	-0.100
17	25.5	0.385	25.25	0.012	0.5	0.024	25.05	-0.026	0.40	-0.065
18	26.0	0.396	25.75	0.011	0.5	0.022	25.50	-0.002	0.50	-0.004
19	28.0	0.426	27.00	0.030	2.0	0.015	26.34	-0.007	1.25	-0.006

E: voltaje en mV

(-): no se reportan datos debido al proceso

Graficar los siguientes datos, correspondientes a la Primera derivada y Segunda derivada:

Primera Derivada

Para obtener el gráfico de la Primera derivada, se utilizan los datos en el cuadro que corresponden al Volumen gastado en la titulación y la derivada de Potencial con respecto a volumen.

Tabla N° 2. Datos utilizados para graficar la Primera derivada.

Volumen de AgNO ₃ 0.01 N(mL)	$\Delta E/\Delta V$
5.0	–
15.0	0.002
20.0	0.004
22.0	0.008
23.0	0.015
23.5	0.016
23.8	0.050
24.0	0.065
24.1	0.090
24.2	0.110
24.3	0.390
24.4	0.830
24.5	0.240
24.6	0.110
24.7	0.070
25.0	0.050
25.5	0.024
26.0	0.022
28.0	0.015

(-): no se reportan datos debido al proceso

La gráfica obtenida es de la siguiente forma:

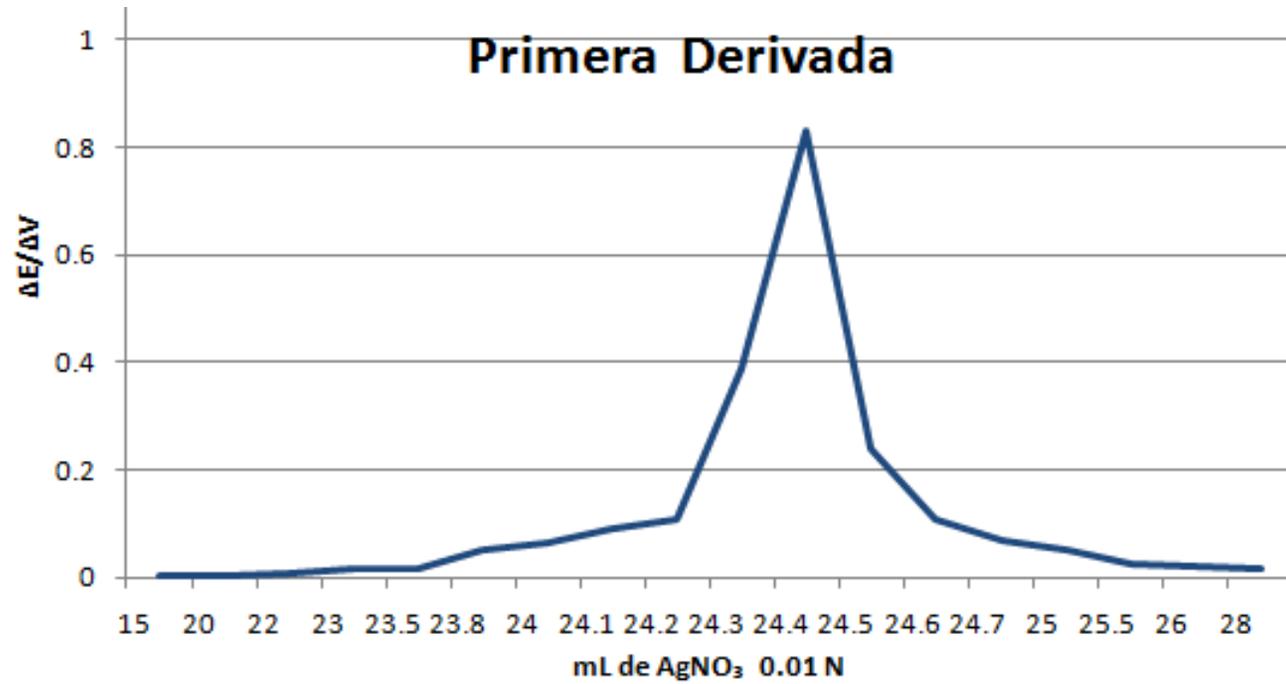


Figura N^o7. Representación grafica de la Primera derivada.

Segunda Derivada

Para obtener el grafico de la Segunda derivada, se utilizan los datos en el cuadro que corresponden al Volumen gastado en la titulación y el cociente entre el diferencial de la primera derivada y el diferencial de volumen en el punto medio de la primera derivada.

Tabla N° 3. Datos utilizados para graficar la Segunda derivada.

Volumen de AgNO ₃ 0.01 N(mL)	$\Delta^2E/\Delta V^2$
5.0	-
15.0	-
20.0	0.000
22.0	0.001
23.0	0.005
23.5	0.001
23.8	0.085
24.0	0.060
24.1	0.167
24.2	0.200
24.3	2.800
24.4	4.400
24.5	-5.900
24.6	-1.300
24.7	-0.400
25.0	-0.100
25.5	-0.065
26.0	-0.004
28.0	-0.006

(-): no se reportan datos debido al proceso

La gráfica obtenida es de la siguiente forma:



Figura N° 8. Representación grafica de la Segunda derivada

CAPITULO V
RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

5.0 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Para la realización de la parte experimental del trabajo, se realizaron 6 tipos de titulaciones las cuales comprenden titulación Acido-Base, Oxido-Reducción, Precipitación y Complejometría; se les aplicó el Método Potenciométrico para determinar el punto final.

Con los datos obtenidos de cada titulación que comprenden: volumen agregado de solución titulante y el potencial registrado en el electrodo; se procede a tabular los datos obtenidos en la hoja de cálculo Excel diseñada para obtener la gráfica de la Primera y Segunda derivada, con las cuales se determinará el punto final exacto de la titulación.

Se realizó una encuesta para evaluar los conocimientos de las Valoraciones Potenciométricas en los alumnos de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador. Los encuestados comprenden estudiantes que han cursado la materia de Química Analítica I y II en el período de Enero a Febrero de 2011.

Para la interpretación de los datos se han construido gráficos de barras para cada una de las preguntas de la encuesta, para así observar los porcentajes de las respuestas obtenidas.

Los datos obtenidos de la realización de la encuesta se presentan en el Anexo N° 2, del cual se tomaron los datos para realizar las graficas correspondientes a cada pregunta elaborada en la encuesta.

1- Estudiantes que conocen sobre los métodos Electroanalíticos.

Cuadro N°5. Porcentaje de estudiantes que respondieron haber conocido sobre los Métodos Electroanalíticos.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Si	33	66 %
No	17	34 %

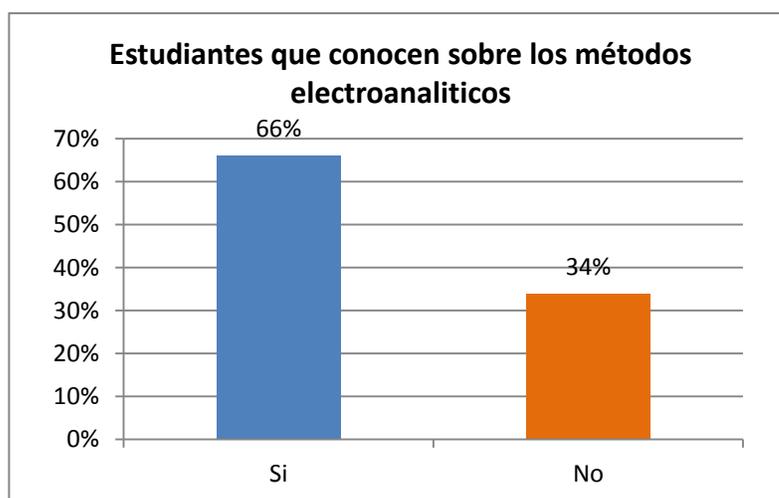


Figura N°9. Gráfico de Estudiantes que respondieron haber conocido sobre los métodos electroanalíticos según encuesta realizada.

Se encuestaron en total 50 alumnos de la Facultad de Química y Farmacia, que se encuentran cursando entre el 3° - 5° año de estudio. De ellos un 66% están cursando el 4°-5° año de la carrera, respondieron si conocer de los Métodos Electroanalíticos, el 34% son alumnos que cursan el 3er año de la carrera respondieron negativamente. Se determina con el análisis de ésta pregunta, que los alumnos de 3er año de la carrera no han recibido como parte de los temas impartidos en clase la parte que corresponde a Electroanalítica, de ahí el desconocimiento que tienen del tema.

2- Estudiantes que conocen en qué consisten las Valoraciones Potenciométricas.

Cuadro N°6. Porcentaje de estudiantes que conocen en qué consisten las valoraciones Potenciométricas.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Si	31	62 %
No	19	38 %

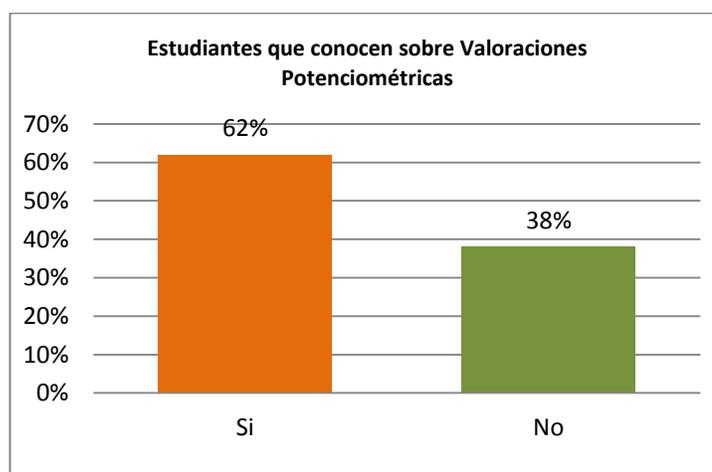


Figura N°10. Gráfico de Estudiantes que respondieron en cuanto a su conocimiento sobre las Valoraciones Potenciométricas.

Se puede observar claramente que de los alumnos encuestados el 62% de ellos conoce en qué consisten las Valoraciones Potenciométricas, mientras que el 38% no. Esta respuesta se amarra con el resultado obtenido de la primera pregunta realizada. De ahí se puede determinar que los alumnos tienen conocimiento de las valoraciones potenciométricas sólo si ya han cursado el 4º año de estudio en la carrera de Química y Farmacia.

3- Ventajas y Desventajas del uso de Valoraciones Potenciométricas

Cuadro N°7. Porcentajes destacados de Ventajas de las Valoraciones Potenciométricas

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Rapidez en el análisis	16	32%
Más Exacto	28	56%
No sabe	6	12%

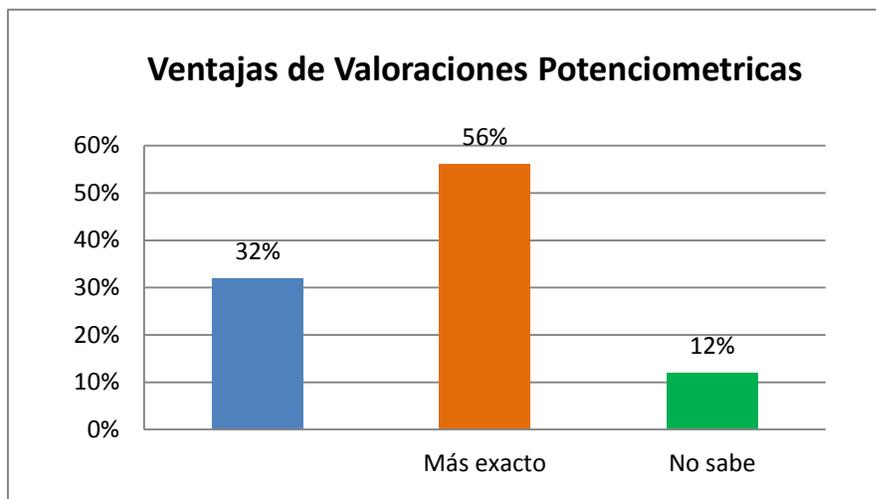


Figura N°11. Gráfico de Ventajas más destacadas de las Valoraciones Potenciométricas, obtenidas de la encuesta realizada

Se puede analizar de las respuestas dadas a esta pregunta que los alumnos encuestados conocen de las ventajas de utilizar valoraciones potenciométricas. A pesar de no haber recibido en clases la temática de Electroanalítica, deducen que el uso de valoraciones potenciométricas facilita y agiliza el proceso de análisis. Respondiendo un 32% como análisis más exacto y un 56% determinando el análisis potenciométrico como más exacto que una titulación con indicador.

Cuadro N°8 Porcentajes más destacados sobre desventajas mencionadas de las Valoraciones Potenciométricas.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Alto costo	19	38%
Mala calibración del equipo	5	10%
No sabe	26	52%

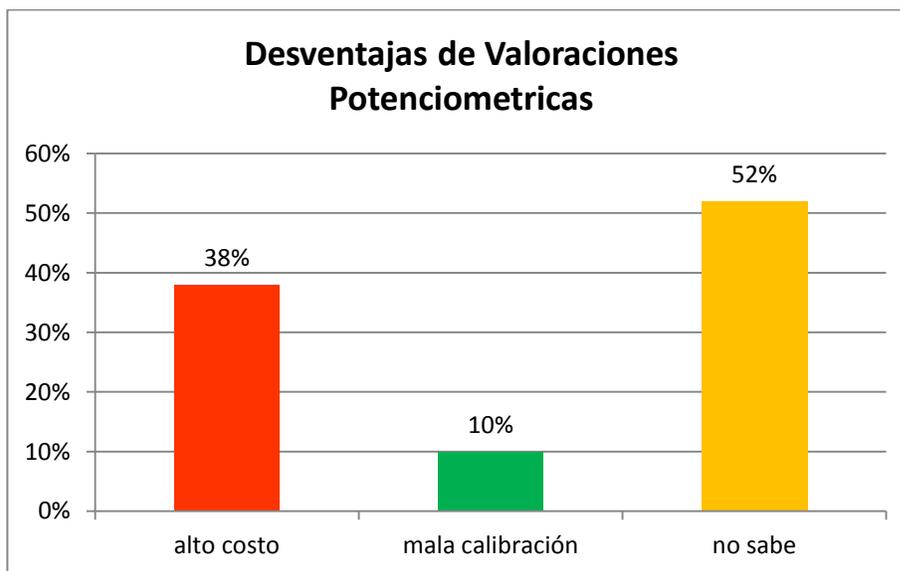


Figura N°12. Gráfico de la frecuencia de desventajas mencionadas de las Valoraciones Potenciométricas obtenidas de encuesta realizada.

Las desventajas más marcadas mostradas en las respuestas brindadas en la encuesta se puede observar que está el alto costo del análisis, explicando los encuestados que se debe a lo sofisticado y/o especializado del equipo utilizado en la realización de los análisis. También comentaron de la probabilidad de tener problemas en la realización de los análisis por una mala calibración del equipo, observándose esto en el 10% de las respuestas. El resto desconoce de las desventajas que puede traer el uso de Valoraciones Potenciométricas.

4- En las Titulaciones Potenciométricas ¿Tiene conocimiento si son empleados indicadores para la detección del punto final?

Cuadro N°9. Porcentaje de estudiantes que conocen sobre el empleo de indicadores en las Valoraciones Potenciométricas.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Si	22	44%
No	28	56%

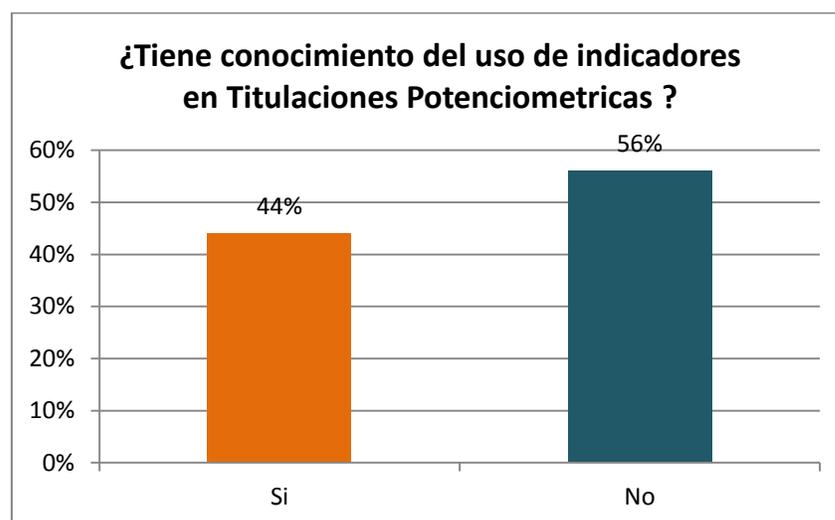


Figura N°13. Gráfico comparativo de estudiantes que contestaron afirmativamente y negativamente del empleo de indicadores en las Valoraciones Potenciométricas.

Se observa que aproximadamente la mitad de la población encuestada contestó que no se usan indicadores durante una titulación potenciométrica, la otra mitad de la población probablemente haya afirmado un uso de indicadores debido a la confusión y falta de práctica de este método.

5- ¿Conoce los diferentes tipos de Titulaciones Potenciométricas que existen?

Cuadro N°10. Porcentaje de estudiantes que conocen los diferentes tipos de titulaciones potenciométricas.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Acido-Base	22	44%
Oxido-Reducción	15	30%
Precipitación	9	18%
Complejométrica	4	8%

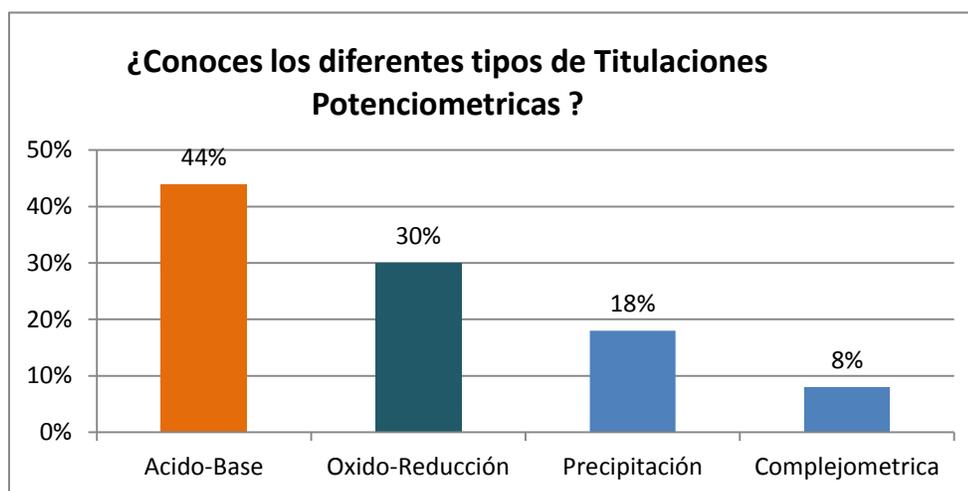


Figura N°14. Gráfico que muestra los diferentes tipos de titulaciones potenciométricas que conocen los alumnos encuestados.

Se observa claramente que el tipo de titulación más conocida por los estudiantes es el de Acido-Base, tipo de titulación que se estudia desde el primer año de la carrera aunque no como titulación potenciométrica. Conocen que con el electrodo de vidrio se pueden hacer lecturas en voltios aunque no lo han utilizado como tal. Las demás titulaciones mencionadas por los encuestados muestra el poco conocimiento que se tiene de ellas.

6- Conocimiento entre la diferencia entre punto final y punto de equivalencia.

Cuadro N°11. Porcentaje de estudiantes que conocen la diferencia entre punto final y punto de equivalencia en la titulación.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Si	50	100%
No	0	0%

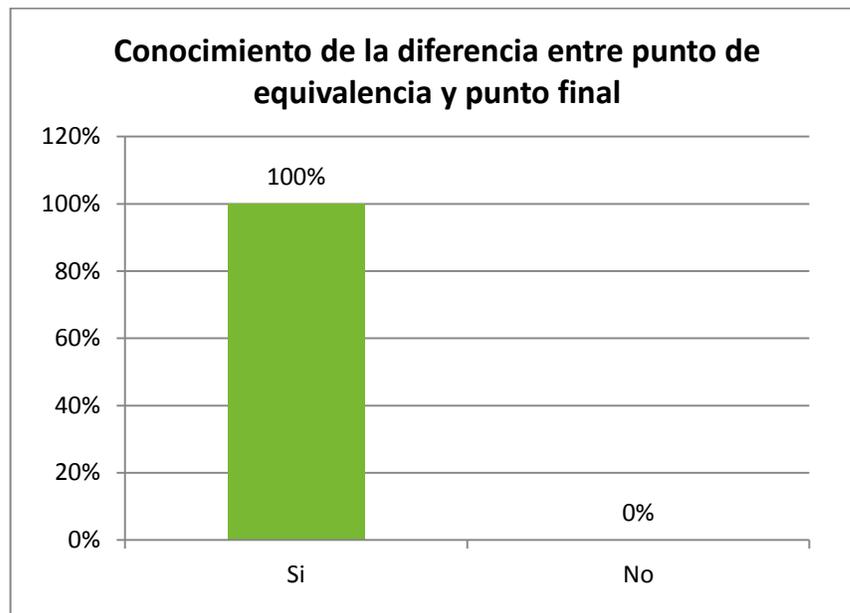


Figura N°15. Gráfico de estudiantes que respondieron afirmativamente conocer la diferencia entre punto final y punto de equivalencia en una titulación.

Se observa que el 100% de la población conoce claramente la diferencia entre punto final y punto de equivalencia en una titulación. Esta temática se imparte desde el primer año de estudio de la carrera, lo cual se observa en la respuesta dada por los encuestados.

7- Conocimiento de los diferentes tipos de electrodos utilizados en Valoraciones Potenciométricas.

Cuadro N°12 Porcentajes de estudiantes que conocen los diferentes tipos de electrodos utilizados en Valoraciones Potenciométricas.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Si	3	6%
No	47	94%

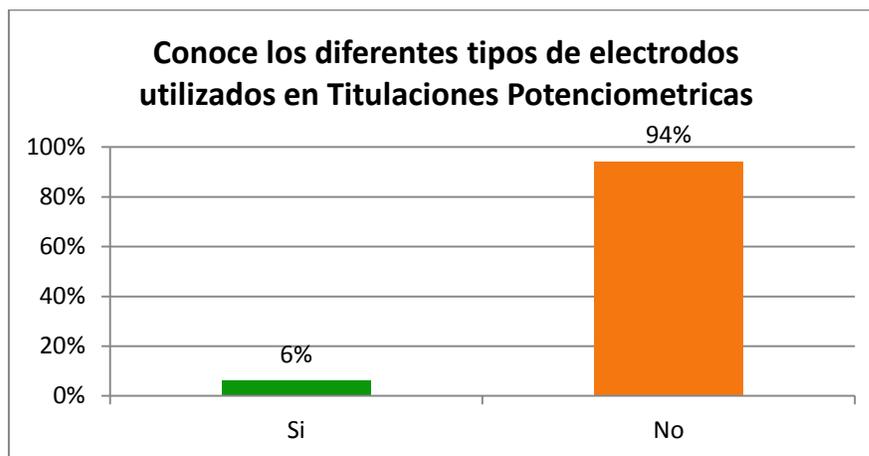


Figura N°16. Gráfica comparativa de estudiantes que conocen los diferentes tipos de electrodos frente a estudiantes que dicen no conocer los diferentes tipos de electrodos utilizados en las Titulaciones Potenciométricas.

La mayoría de la población encuestada respondió no conocer los tipos de electrodos utilizados en Titulaciones Potenciométricas, resultado que refleja la falta de práctica de este método de análisis, debido a que únicamente un 6% si respondió conocer de la existencia de otros tipos de electrodos empleados en este método.

8- Podría mencionar al menos un área de aplicación de los Análisis Potenciométricos ó Valoraciones Potenciométricas.

Cuadro N°13 Porcentajes de estudiantes que conocen al menos un área de aplicación de los Análisis Potenciométricos.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Análisis de Agua	17	34%
Análisis de alimentos	13	26%
Cuantificación de elementos	15	30%
No sabe	5	10%

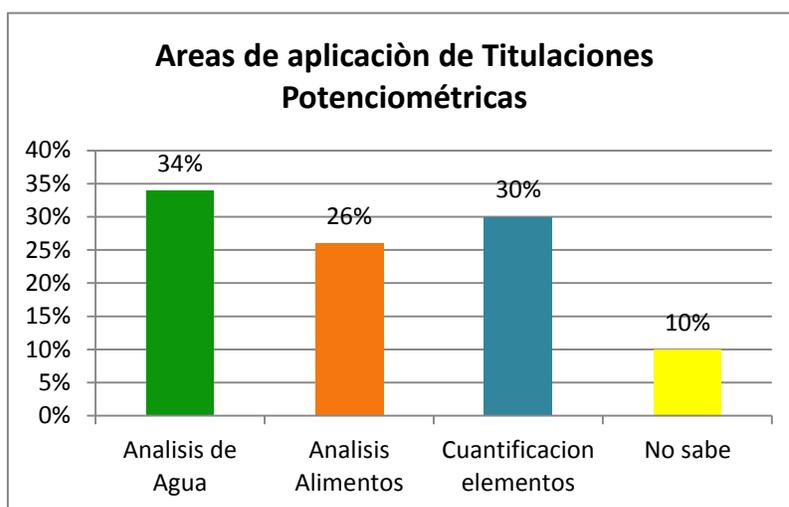


Figura N°17. Gráfica comparativa de estudiantes que conocen al menos un área de aplicación de las titulaciones potenciométricas.

La mayoría de la población encuestada respondió afirmativamente a esta pregunta. Se puede observar claramente que tiene conocimiento de las áreas de aplicación de la Potenciometría. Sólo un pequeño porcentaje manifestó no saber la aplicación, pero a pesar de ello se demuestra que la mayoría conocen la aplicación de los métodos potenciométricos.

9- Empleo de Hoja de cálculo (Excel) para la determinación del punto final en una Titulación Potenciométrica

Cuadro N°14. Porcentaje de estudiantes que han empleado una hoja de cálculo (Excel) para la determinación del punto final en una Titulación Potenciométrica.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Si	0	0%
No	50	100%

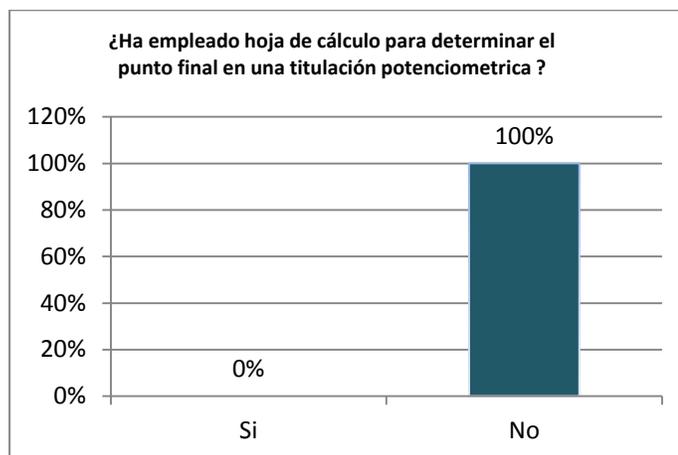


Figura N°18. Gráfico de estudiantes que no han empleado una hoja de cálculo (Excel) para la determinación del punto final en una Titulación Potenciométrica.

El 100% de la población afirma no haber utilizado hoja de cálculo para determinar el punto final de una Titulación Potenciométrica. No obstante nos aclararon haber utilizado hojas de cálculo para otros fines y en otras cátedras. Se confirma el poco o nulo implemento de este método en la realización de análisis potenciométricos.

10- Aplicación de la primera y segunda derivada en una Titulación Potenciométrica

Cuadro N°15. Porcentaje de estudiantes que conocen la aplicación de la primera y segunda derivada en una Titulación Potenciométrica.

Respuesta	Cantidad	Porcentaje
Si	0	0%
No	50	100%

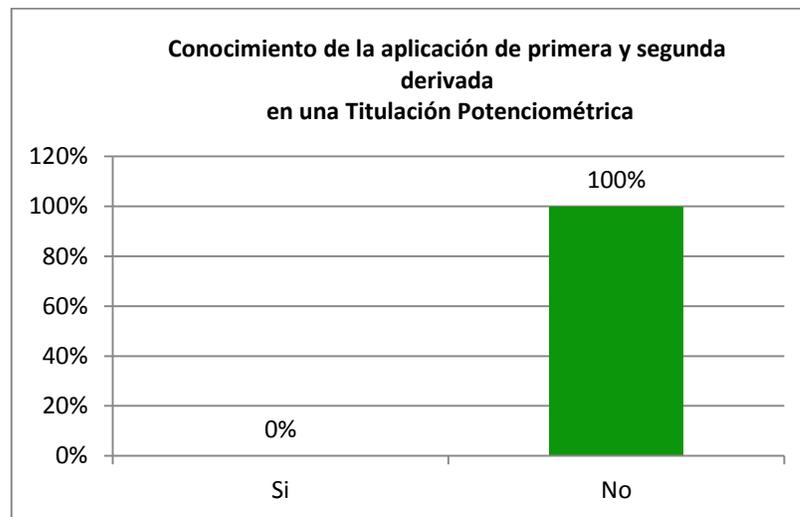


Figura N°19. Gráfico de estudiantes que han aplicado la primera y segunda derivada en una Titulación Potenciométrica.

Podemos observar que el 100% de la población dice desconocer la aplicación de la primera y segunda derivada en una Titulación Potenciométrica, por lo que se refleja un resultado similar al de la pregunta anterior, por lo que se dice que los encuestados reflejan poco marco contextual sobre las Titulaciones Potenciométricas. Nos hicieron la aclaración, al igual que el ítem anterior, que sí han utilizado Primera y Segunda derivada, pero no en una Titulación potenciométrica.

Para la determinación del punto final aplicando el método potenciométrico a las titulaciones de Acido-Base, Oxido-Reducción, Precipitación y Complejometría se utilizaron electrodos especializados conocidos como electrodos selectivos para cada una de ellas.(7).

Con los electrodos selectivos utilizados se logró reportar el voltaje a medida se llevó a cabo la titulación, luego de cada adición controlada de solución titulante. Se realizó el ensayo sumergiendo el electrodo selectivo en la solución muestra hasta que éste quedara completamente cubierto por la solución, prosiguiendo con la adición de la solución titulante. A medida se adicionaba la solución titulante, se observaba en el aparato el voltaje reportado. Se realizó este ensayo por triplicado para cada uno de los tipos de titulaciones detalladas en el cuadro N°2. Se reportan los valores promedios obtenidos de los tres ensayos



Figura N° 20. Electrodos Marca Metrohm-632 y Mettler Toledo DL53(10) utilizados en la realización de las titulaciones detalladas en el Cuadro N°1.

Experimento N° 1

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Fuerte – Base Fuerte

Valoración HCl (Soln. muestra) 0.1N frente a NaOH 0.1N (Soln. estandarizada)

Cuadro N° 16. Valoración de Experimento N°1. Valoración HCl 0.1N frente a NaOH 0.1N

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Neutralización	Acido fuerte-Base fuerte	HCl 0.1N	NaOH 0.1 N

En el experimento N° 1 se efectuó la titulación de Acido clorhídrico (solución muestra) frente a Hidróxido de Sodio 0.1N (solución Titulante), obteniendo los siguientes datos, los cuales se reportan como promedio de los 3 ensayos realizados en la tabla N° 4.

Se utilizó para realizar los ensayos el pHmetro marca METROHM-632, en él se observó la lectura de potencial a medida se adicionaba la solución Titulante.



Figura N°21. pHmetro utilizado en Valoraciones Acido Fuerte- Base Fuerte marca Metrohm-632.

Al realizar la titulación Acido fuerte – Base fuerte, se obtuvieron los resultados correspondientes a volumen añadido de titulante y potencial reportado por cada adición. Se tabularon los datos en la tabla N° 4.

Tabla N° 4. Resultados obtenidos de la titulación Acido fuerte-Base fuerte HCl 0.1 N frente a NaOH 0.1 N.

No.	Datos	
	Volumen de NaOH 0.1 N(mL).	E (V). (E= voltaje)
1	0.0	302
2	1.0	301
3	2.0	301
4	3.0	300
5	4.0	299
6	5.0	298
7	6.0	297
8	7.0	296
9	8.0	296
10	9.0	295
11	10.0	294
12	11.0	292
13	12.0	291
14	13.0	289
15	14.0	288
16	15.0	285
17	16.0	283
18	17.0	280
19	18.0	277
20	19.0	274
21	20.0	270
22	21.0	265
23	22.0	260
24	23.0	251

Tabla N° 4 (Continuación).

25	24.0	239
26	25.0	203
27	26.0	-105
28	26.1	-111
29	26.2	-116
30	26.3	-122
31	26.4	-126
32	26.5	-130
33	26.6	-134
34	26.7	-138

E = voltaje en mV

Experimento N° 2

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Débil – Base Fuerte

Valoración CH_3COOH (Soln. muestra) 0.1N frente a NaOH 0.1N (Soln. estandarizada).

Cuadro N°17. Valoración de Experimento N° 2. Valoración CH_3COOH 0.1N frente a NaOH 0.1N

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Neutralización	Acido débil-Base fuerte	CH_3COOH 0.1 N	NaOH 0.1 N

En el experimento N° 2 se efectuó la titulación de Acido acético (solución muestra) frente a Hidróxido de Sodio 0.1N (solución Titulante), obteniendo los siguientes datos, los cuales se reportan como promedio de los 3 ensayos realizados en la tabla N° 5.

Se utilizó para realizar los ensayos el pHmetro marca METROHM-632, en el se observó la lectura de potencial a medida se adicionaba la solución Titulante.



Figura N°22. pHmetro utilizado en la Valoración Acido Débil – Base Fuerte.

Al realizar la titulación Acido débil – Base fuerte, se obtuvieron los resultados correspondientes a Volumen añadido de titulante y potencial reportado por cada adición. Se tabularon los datos, se reportan a continuación en la tabla N° 5

Tabla N° 5. Resultados obtenidos de la titulación: Acido débil - Base fuerte.
 CH_3COOH 0.1N vrs NaOH 0.1 N

No.	Datos	
	Volumen de NaOH 0.1N (mL)	E (V) (E= voltaje)
1	1.0	220
2	3.0	198
3	5.0	184
4	7.0	172
5	9.0	165
6	12.0	152
7	15.0	141
8	18.0	129
9	21.0	116
10	23.0	104
11	24.0	97
12	25.0	85
13	26.3	65
14	26.5	60
15	27.0	40
16	27.1	32
17	27.2	23
18	27.3	9
19	27.4	-2
20	27.5	-17
21	27.6	-82
22	27.7	-93
23	27.8	-102
24	28.0	-106
25	28.5	-129
26	29.0	-145
27	29.5	-159

E= voltaje en mV

Tabla N° 5 (Continuación)

28	30.0	-173
29	30.5	-186
30	31.0	-200
31	31.5	-211
32	32.0	-219
33	32.5	-225

E = Voltaje en mV

Experimento N° 3

Volumetría por Oxido-Reducción (Redox)

Yodometría

Valoración de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ (Solución muestra) 0.1 N frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N (Solución estandarizada).

Cuadro N°18. Valoración de Experimento N°3. Valoración de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1N frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Redox	Yodometría	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1N	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N

Se efectuó la titulación de la solución de Nitrato de Cobre (solución muestra) frente a Tiosulfato de sodio 0.1N (solución Titulante), obteniendo los siguientes datos, los cuales se reportan como promedio de los 3 ensayos realizados en la tabla N°6.

Se utilizó para realizar los ensayos el pHmetro marca Mettler Toledo DL53, en él se observó la lectura de potencial a medida se adicionaba la solución Titulante.



Figura N°23. pHmetro utilizado en el Experimento N°3. Marca Mettler Toledo DL53.

Al realizar la titulación Nitrato de Cobre frente a Tiosulfato de sodio 0.1N, se obtuvieron los resultados correspondientes a Volúmen añadido de titulante y potencial reportado por cada adición. Se tabularon los datos, se reportan a continuación en la tabla N° 6.

Tabla N°6. Resultados obtenidos de la titulación oxido-reducción:
 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 N vs $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N.

No.	Datos	
	Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1N (mL)	E (V) E = voltaje
1	0.0000	403.2
2	0.5700	401.7
3	0.8540	401.0
4	1.0000	400.7
5	1.2920	399.9
6	1.7920	398.7
7	2.2920	397.3
8	2.7920	396.1
9	3.2920	394.6
10	3.7920	393.2
11	4.2920	391.8
12	4.7920	390.2
13	5.2920	388.6
14	5.7920	386.9
15	6.2920	385.0
16	6.7920	382.9
17	7.2920	380.7
18	7.7920	377.9
19	8.2920	374.8
20	8.7920	371.1
21	9.2920	366.1
22	9.7920	358.6
23	10.1900	347.2
24	10.3780	335.5
25	10.4780	320.1
26	10.5780	258.7
27	10.6780	238.8
28	10.7780	236.6
29	10.8780	234.7

Tabla N°6 (Continuación)

30	11.0780	232.0
31	11.4780	227.2
32	11.9780	222.5
33	12.4780	216.0
34	12.9560	214.1
35	13.3160	209.2
36	13.6580	205.2
37	14.1580	198.8
38	14.6580	193.1
39	15.1580	187.2
40	15.6580	183.2
41	16.1580	179.0
42	16.6580	174.9
43	17.1580	171.1
44	17.6580	167.7
45	18.1580	164.5
46	18.6580	161.6
47	19.1580	158.9
48	19.6580	156.4
49	20.0000	154.8

E = voltaje en mV

Experimento N° 4

Volumetría por Oxido-Reducción (Redox).

Permanganometría.

Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N (Solución muestra) frente a KMnO_4 0.1 N (Solución estandarizada).

Cuadro N° 19 Valoración de Experimento N°4. Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1N frente a KMnO_4 0.1 N

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Redox	Permanganometría	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N	KMnO_4 0.1 N

En el experimento N° 4 se efectuó la titulación de Sulfato de hierro heptahidratado (solución muestra) frente a Permanganato de potasio 0.1N (solución Titulante), obteniendo los siguientes datos, los cuales se reportan como promedio de los 3 ensayos realizados en la tabla N° 7.

Se utilizó para realizar los ensayos el pHmetro marca Mettler Toledo DL53, en él se observó la lectura de potencial a medida se adicionaba la solución Titulante.



Figura N°24. pHmetro utilizado en el Experimento N°4. Marca Mettler Toledo DL53.

Al realizar la titulación Sulfato de Hierro Heptahidratado (solución muestra) frente a Permanganato de potasio (solución Titulante) 0.1 N, se obtuvieron los resultados correspondientes a volumen añadido de titulante y potencial reportado por cada adición. Se tabularon los datos, se reportan a continuación en la tabla N° 7.

Tabla N° 7. Resultados obtenidos de la titulación oxido-reducción: de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N frente a KMnO_4 0.1 N

No.	Datos	
	Volumen de KMnO_4 0.1N(mL)	E (V) (E = voltaje)
1	0.0	460.2
2	0.3	461.7
3	0.4	462.9
4	0.5	463.7
5	0.6	464.8
6	0.9	466.6
7	1.1	468.7
8	1.4	470.9
9	1.6	473.3
10	1.9	476.1
11	2.1	478.9
12	2.4	482.1
13	2.6	485.9
14	2.9	490.1
15	3.1	495.1
16	3.4	501.0
17	3.6	508.5
18	3.9	517.3

Tabla N° 7. (Continuación)

19	4.0	526.5
20	4.1	534.9
21	4.2	543.7
22	4.3	552.2
23	4.3	563.4
24	4.4	582.7
25	4.4	651.2
26	4.5	863.3
27	4.5	861.0
28	4.6	875.6
29	4.7	889.6
30	4.8	904.3
31	5.1	916.1
32	5.3	923.8
33	5.6	929.4
34	5.8	933.8
35	6.1	937.3
36	6.3	940.2
37	6.6	943.1
38	6.8	945.3
39	7.1	947.4
40	7.3	949.5
41	7.6	951.3
42	7.8	953.1
43	8.1	954.8
44	8.3	956.4
45	8.6	957.9
46	8.8	959.4
47	9.1	960.8
48	9.3	962.1
49	9.6	963.4
50	9.8	964.7
51	10.0	965.8

E= voltaje en mV

Experimento N° 5

Volumetría por Precipitación

Argentometría

Valoración de KCl (Solución muestra) 0.01 N frente a AgNO_3 0.01 N (Solución estandarizada).

Cuadro N°20. Valoración de Experimento N°5. Valoración de KCl 0.01 N frente a AgNO_3 0.01 N

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Precipitación	Argentometría	KCl 0.01N	AgNO_3 0.01N

En el experimento N° 5 se efectuó la titulación de solución de Cloruro de Potasio (KCl) (solución muestra) 0.01N frente a Nitrato de Plata 0.1N (solución Titulante), obteniendo los siguientes datos, los cuales se reportan como promedio de los 3 ensayos realizados en la tabla N° 8.



Figura N°25. pHmetro utilizado en el Experimento N°5. Marca Mettler Toledo DL53.

Al realizar la titulación, se obtuvieron los resultados correspondientes a Volúmen añadido de titulante y potencial reportado por cada adición. Se tabularon los datos en la tabla N° 8.

Tabla N°8. Resultados obtenidos de la titulación: Argentométrica. KCl 0.01 N frente a AgNO_3 0.01 N.

No.	Datos	
	Volumen de AgNO_3 0.01N (mL)	E (V) (E = voltaje)
1	0.0	44.8
2	0.3	46.3
3	0.4	47.2
4	0.5	47.3
5	0.6	48.3
6	0.9	50.0
7	1.1	51.2
8	1.4	53.1
9	1.6	54.9
10	1.9	56.8
11	2.1	58.9
12	2.4	61.1
13	2.6	63.5
14	2.9	66.4
15	3.1	69.3
16	3.4	72.9
17	3.6	77.1
18	3.9	82.0
19	4.1	88.5
20	4.4	96.9
21	4.6	106.6
22	4.7	114.9

Tabla N° 8 (Continuación).

23	4.8	122.7
24	4.9	130.4
25	4.9	137.8
26	5.0	144.8
27	5.1	152.5
28	5.2	159.2
29	5.3	167.7
30	5.6	176.7
31	5.8	182.6
32	6.1	187.4
33	6.3	191.3
34	6.6	194.4
35	6.8	197.2
36	7.1	199.7
37	7.3	201.9
38	7.6	204.0
39	7.8	205.8
40	8.1	207.5
41	8.3	209.0
42	8.6	210.3
43	8.8	211.6
44	9.1	212.8
45	9.3	214.0
46	9.6	215.0
47	9.8	216.0
48	10.0	217.0

E = voltaje en mV

Experimento N° 6

Volumetría de Complejometría

Valoración Níquel - EDTA

Valoración de Nitrato de Níquel (Solución muestra) 0.01M frente a EDTA 0.01 M (Solución estandarizada).

Cuadro N°21. Valoración de Experimento N° 6. Valoración de Nitrato de Níquel $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01 M frente a EDTA 0.01 M

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Complejometría	Níquel vrs. EDTA	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M	EDTA 0.01 M

En el experimento N° 6 se efectuó la titulación de solución de Nitrato de Níquel (solución muestra) frente a EDTA 0.01N (solución Titulante), obteniendo los siguientes datos, los cuales se reportan como promedio de los 3 ensayos realizados en la tabla N°9.



Figura N°26. pHmetro utilizado en el Experimento N°6. Marca Mettler Toledo DL53.

Al realizar la titulación, se obtuvieron los resultados correspondientes a Volumen añadido de titulante y potencial reportado por cada adición. Se tabularon los datos en la tabla N° 9.

Tabla N° 9. Resultados obtenidos de la titulación Complejométrica:
Ni(NO₃).6H₂O 0.01 M vs. EDTA 0.01 M.

No.	Datos	
	Volumen de EDTA 0.01N (mL)	E (V) (E = voltaje)
1	0.00	152.08
2	0.38	153.46
3	0.67	153.86
4	0.81	158.12
5	0.89	159.16
6	1.03	160.45
7	1.29	161.30
8	1.53	162.67
9	1.80	164.04
10	2.06	165.61
11	2.30	167.24
12	2.56	169.08
13	2.82	171.21
14	3.07	173.80
15	3.33	176.62
16	3.58	180.12
17	3.83	184.29
18	4.09	188.84
19	4.32	194.35
20	4.51	200.10
21	4.65	206.65
22	4.77	212.40
23	4.84	219.50

Tabla N°9.(Continuación)

24	4.90	231.03
25	4.96	260.35
26	5.02	356.35
27	5.06	359.80
28	5.08	363.25
29	5.14	390.20
30	5.21	407.37
31	5.32	414.43
32	5.52	421.02
33	5.78	426.67
34	6.03	431.64
35	6.29	435.65
36	6.54	438.74
37	6.79	441.35
38	7.05	443.62
39	7.30	445.57
40	7.56	447.27
41	7.81	448.94
42	8.06	450.39
43	8.32	451.74
44	8.57	453.10
45	8.83	454.29
46	9.08	455.44
47	9.34	456.46
48	9.59	457.48
49	9.84	458.41
50	10.08	458.72

E = volatje en mV

Con las lecturas obtenidas de las titulaciones realizadas que comprenden volumen adicionado de titulante y potencial reportado luego de cada adición, se ingresan los datos en una hoja de cálculo en el programa computarizado de Excel, y basándose en las formulas del Cuadro N°3, se construye una tabla similar a la Tabla N° 1, con la cual se procede a efectuar las diversas fórmulas que ahí se detallan para la obtención de los datos que nos permitirán graficar la Primera y Segunda derivada de cada ensayo.(7)

Para el diseño de la hoja de cálculo se requiere de fórmulas con las cuales se obtendrán los datos que nos permitirán obtener la grafica de la Primera y Segunda derivada y determinar así el punto final de la titulación de una manera rápida y confiable.

Las fórmulas a utilizar para el diseño de la hoja de cálculo de Excel se detallan en el Cuadro N° 4.

A continuación se presentan los resultados obtenidos de las titulaciones realizadas que comprenden titulación : Acido – Base, Oxido-Reducción, Precipitación y Complejométrica.

Se presenta por cada ensayo, el cuadro en el cual están incluidas todas las fórmulas descritas en el Cuadro N° 4 para la obtención de los datos que nos permitirán graficar la Primera y Segunda derivada.

Experimento N° 1

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Fuerte – Base Fuerte

Valoración HCl (Soln. muestra) 0.1 N frente a NaOH 0.1N (Soln. estandarizada)

Cuadro N° 22. Valoración de Experimento N° 1, Valoración HCl 0.1N frente a NaOH 0.1N

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Neutralización	Acido fuerte-Base fuerte	HCl 0.1 N	NaOH 0.1 N

Se presenta a continuación la Tabla N° 10, la cual contiene la totalidad de datos obtenidos del Experimento N° 1, en la cual han sido ingresadas y realizadas todas las fórmulas y operaciones detalladas en Cuadro N° 4

Se presenta en color oscuro las columnas que serán utilizadas para realizar las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tabla N° 10. Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Acido – Base fuerte. HCl 0.1 N vrs. NaOH 0.1 N

	Datos		Primera derivada				Segunda derivada			
	Volumen de NaOH 0.1N (mL) (A)	E (V) E = voltaje (B)	Vol. en el punto medio (C)	ΔE (D)	$\Delta vol.$ (E)	$\Delta E/\Delta V$ (F)	vol. En el punto medio (G)	$\Delta(\Delta E/\Delta V)$ (H)	$\Delta Vol.$ (I)	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ (J)
1	0.0	302	-	-	-	-	-	-	-	-
2	1.0	301	0.50	0.5	0.5	1	-	-	-	-
3	2.0	301	1.50	0.0	0.5	0	1.00	-1	1.00	-1
4	3.0	300	2.50	0.5	0.5	1	2.00	1	1.00	1
5	4.0	299	3.50	0.5	0.5	1	3.00	0	1.00	0
6	5.0	298	4.50	0.5	0.5	1	4.00	0	1.00	0
7	6.0	297	5.50	0.5	0.5	1	5.00	0	1.00	0
8	7.0	296	6.50	0.5	0.5	1	6.00	0	1.00	0
9	8.0	296	7.50	0.0	0.5	0	7.00	-1	1.00	-1
10	9.0	295	8.50	0.5	0.5	1	8.00	1	1.00	1
11	10.0	294	9.50	0.5	0.5	1	9.00	0	1.00	0
12	11.0	292	10.50	1.0	0.5	2	10.00	1	1.00	1
13	12.0	291	11.50	0.5	0.5	1	11.00	-1	1.00	-1
14	13.0	289	12.50	1.0	0.5	2	12.00	1	1.00	1
15	14.0	288	13.50	0.5	0.5	1	13.00	-1	1.00	-1
16	15.0	285	14.50	1.5	0.5	3	14.00	2	1.00	2

Tabla N° 10 (Continuación).

17	16.0	283	15.50	1.0	0.5	2	15.00	-1	1.00	-1
18	17.0	280	16.50	1.5	0.5	3	16.00	1	1.00	1
19	18.0	277	17.50	1.5	0.5	3	17.00	0	1.00	0
20	19.0	274	18.50	1.5	0.5	3	18.00	0	1.00	0
21	20.0	270	19.50	2.0	0.5	4	19.00	1	1.00	1
22	21.0	265	20.50	2.5	0.5	5	20.00	1	1.00	1
23	22.0	260	21.50	2.5	0.5	5	21.00	0	1.00	0
24	23.0	251	22.50	4.5	0.5	9	22.00	4	1.00	4
25	24.0	239	23.50	6.0	0.5	12	23.00	3	1.00	3
26	25.0	203	24.50	18.0	0.5	36	24.00	24	1.00	24
27	26.0	-105	25.50	154.0	0.5	308	25.00	272	1.00	272
28	26.1	-111	26.05	3.0	0.05	60	25.78	-248	0.55	-450.90
29	26.2	-116	26.15	2.5	0.05	50	26.10	-10	0.10	-100
30	26.3	-122	26.25	3.0	0.05	60	26.20	10	0.10	100
31	26.4	-126	26.35	2.0	0.05	40	26.30	-20	0.10	-200
32	26.5	-130	26.45	2.0	0.05	40	26.40	-1.4E-12	0.10	-1.42E-11
33	26.6	-134	26.55	2.0	0.05	40	26.50	0	0.10	0
34	26.7	-138	26.65	2.0	0.05	40	26.60	1.42E-12	0.10	1.42E-11
35	26.8	-143	26.75	2.5	0.05	50	26.70	10	0.10	100
36	26.9	-146	26.85	1.5	0.05	30	26.80	-20	0.10	-200
37	27.0	-150	26.95	2.0	0.05	40	26.90	10	0.10	100

Tabla N° 10. (Continuación)

38	27.1	-152	27.05	1.0	0.05	20	27.00	-20	0.10	-200
39	27.2	-156	27.15	2.0	0.05	40	27.10	20	0.10	200
40	27.3	-159	27.25	1.5	0.05	30	27.20	-10	0.10	-100
41	27.4	-162	27.35	1.5	0.05	30	27.30	1.07E-12	0.10	1.06581E-11
42	27.5	-165	27.45	1.5	0.05	30	27.40	-1.1E-12	0.10	-1.06581E-11
43	27.6	-168	27.55	1.5	0.05	30	27.50	0	0.10	0
44	27.7	-171	27.65	1.5	0.05	30	27.60	1.07E-12	0.10	1.06581E-11
45	27.8	-173	27.75	1.0	0.05	20	27.70	-10	0.10	-100
46	27.9	-176	27.85	1.5	0.05	30	27.80	10	0.10	100
47	28.0	-179	27.95	1.5	0.05	30	27.90	-1.1E-12	0.10	-1.06581E-11

(-): no se reportan datos debido al proceso.

Experimento N° 2

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Débil – Base Fuerte

Valoración CH_3COOH (Soln. muestra) 0.1 N frente a NaOH 0.1N (Soln. estandarizada)

Cuadro N°23. Valoración de Experimento N° 2. Valoración Acido débil – Base fuerte: CH_3COOH 0.1N frente a NaOH 0.1N

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Neutralización	Acido débil- Base fuerte	CH_3COOH 0.1 N	NaOH 0.1 N

Se presenta a continuación la Tabla N°11, la cual contiene la totalidad de datos obtenidos del Experimento N° 2, en la cual han sido ingresadas y realizadas todas las fórmulas y operaciones detalladas en Cuadro N° 4

Se presenta en color oscuro las columnas que serán utilizadas para realizar las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tabla N°.11. Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Acido débil – Base fuerte. CH₃COOH 0.1N frente a NaOH 0.1N

	Datos		Primera derivada				Segunda derivada			
	Volumen de NaOH (mL) 0.1N (A)	E (V) E =voltaje (B)	Vol. en el punto medio (C)	ΔE (D)	$\Delta vol.$ (E)	$\Delta E/\Delta V$ (F)	vol. En el punto medio (G)	$\Delta(\Delta E/\Delta V)$ (H)	$\Delta Vol.$ (I)	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ (J)
1	1.0	220	-	-	-	-	-	-	-	-
2	3.0	198	2.00	11.0	1	11.0	-	-	-	-
3	5.0	184	4.00	7.0	1	7.0	3.0	-4.0	2.000	-2.0
4	7.0	172	6.00	6.0	1	6.0	5.0	-1.0	2.000	-0.5
5	9.0	165	8.00	3.5	1	3.5	7.0	-2.5	2.000	-1.3
6	12.0	152	10.50	6.5	1.5	4.3	9.3	0.8	2.500	0.3
7	15.0	141	13.50	5.5	1.5	3.7	12.0	-0.7	3.000	-0.2
8	18.0	129	16.50	6.0	1.5	4.0	15.0	0.3	3.000	0.1
9	21.0	116	19.50	6.5	1.5	4.3	18.0	0.3	3.000	0.1
10	23.0	104	22.00	6.0	1	6.0	20.8	1.7	2.500	0.7
11	24.0	97	23.50	3.5	0.5	7.0	22.8	1.0	1.500	0.7
12	25.0	85	24.50	6.0	0.5	12.0	24.0	5.0	1.000	5.0
13	26.3	65	25.65	10.0	0.65	15.4	25.1	3.4	1.150	2.9
14	26.5	60	26.40	2.5	0.1	25.0	26.0	9.6	0.750	12.8
15	27.0	40	26.75	10.0	0.25	40.0	26.6	15.0	0.350	42.9
16	27.1	32	27.05	4.0	0.05	80.0	26.9	40.0	0.300	133.3

Tabla N° 11 (Continuación)

17	27.2	23	27.15	4.5	0.05	90.0	27.1	10.0	0.100	100.0
18	27.3	9	27.25	7.0	0.05	140.0	27.2	50.0	0.100	500.0
19	27.4	-2	27.35	5.5	0.05	110.0	27.3	-30.0	0.100	-300.0
20	27.5	-17	27.45	7.5	0.05	150.0	27.4	40.0	0.100	400.0
21	27.6	-82	27.55	32.5	0.05	650.0	27.5	500.0	0.100	5000.0
22	27.7	-93	27.65	5.5	0.05	110.0	27.6	-540.0	0.100	-5400.0
23	27.8	-102	27.75	4.5	0.05	90.0	27.7	-20.0	0.100	-200.0
24	28.0	-106	27.90	2.0	0.1	20.0	27.8	-70.0	0.150	-466.7
25	28.5	-129	28.25	11.5	0.25	46.0	28.1	26.0	0.350	74.3
26	29.0	-145	28.75	8.0	0.25	32.0	28.5	-14.0	0.500	-28.0
27	29.5	-159	29.25	7.0	0.25	28.0	29.0	-4.0	0.500	-8.0
28	30.0	-173	29.75	7.0	0.25	28.0	29.5	0.0	0.500	0.0
29	30.5	-186	30.25	6.5	0.25	26.0	30.0	-2.0	0.500	-4.0
30	31.0	-200	30.75	7.0	0.25	28.0	30.5	2.0	0.500	4.0
31	31.5	-211	31.25	5.5	0.25	22.0	31.0	-6.0	0.500	-12.0
32	32.0	-219	31.75	4.0	0.25	16.0	31.5	-6.0	0.500	-12.0

(-): no se reportan datos debido al procedimiento

Experimento N° 3

Volumetría por Oxido-Reducción (Redox)

Yodometría

Valoración de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1N (Solución muestra) 0.1 N frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

0.1 N (Solución estandarizada)

Cuadro N° 24 Valoración de Experimento N°3. Valoración de Oxido- Reducción:
 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1N vrs $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Redox	Yodometría	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1N	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N

Se presenta a continuación la Tabla N° 12, la cual contiene la totalidad de datos obtenidos del Experimento N°.3, en la cual han sido ingresadas y realizadas todas las fórmulas y operaciones detalladas en Cuadro N°.4

Se presenta en color oscuro las columnas que serán utilizadas para realizar las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tabla N°.12. Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Oxido – Reducción (Yodometría): $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1N frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N

Datos		Primera derivada				Segunda derivada			
Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL) 0.1 N (A)	E (V) E:voltaje (B)	Vol. en el punto medio (C)	ΔE (D)	$\Delta \text{vol.}$ (E)	$\Delta E/\Delta V$ (F)	vol. En el punto medio (G)	$\Delta(\Delta E/\Delta V)$ (H)	$\Delta \text{Vol.}$ (I)	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ (J)
0.0000	403.2	-	-	-	-	-	-	-	-
0.5700	401.7	0.29	-1.50	0.57	-2.63	-	-	-	-
0.8540	401.0	0.71	-0.70	0.28	-2.46	0.50	0.17	0.43	0.39
1.0000	400.7	0.93	-0.30	0.15	-2.05	0.82	0.41	0.22	1.91
1.2920	399.9	1.15	-0.80	0.29	-2.74	1.04	-0.68	0.22	-3.13
1.7920	398.7	1.54	-1.20	0.50	-2.40	1.34	0.34	0.40	0.86
2.2920	397.3	2.04	-1.40	0.50	-2.80	1.79	-0.40	0.50	-0.80
2.7920	396.1	2.54	-1.20	0.50	-2.40	2.29	0.40	0.50	0.80
3.2920	394.6	3.04	-1.50	0.50	-3.00	2.79	-0.60	0.50	-1.20
3.7920	393.2	3.54	-1.40	0.50	-2.80	3.29	0.20	0.50	0.40
4.2920	391.8	4.04	-1.40	0.50	-2.80	3.79	0.00	0.50	0.00
4.7920	390.2	4.54	-1.60	0.50	-3.20	4.29	-0.40	0.50	-0.80
5.2920	388.6	5.04	-1.60	0.50	-3.20	4.79	0.00	0.50	0.00
5.7920	386.9	5.54	-1.70	0.50	-3.40	5.29	-0.20	0.50	-0.40
6.2920	385.0	6.04	-1.90	0.50	-3.80	5.79	-0.40	0.50	-0.80
6.7920	382.9	6.54	-2.10	0.50	-4.20	6.29	-0.40	0.50	-0.80

Tabla N°.12 (Continuación)

7.2920	380.7	7.04	-2.20	0.50	-4.40	6.79	-0.20	0.50	-0.40
7.7920	377.9	7.54	-2.80	0.50	-5.60	7.29	-1.20	0.50	-2.40
8.2920	374.8	8.04	-3.10	0.50	-6.20	7.79	-0.60	0.50	-1.20
8.7920	371.1	8.54	-3.70	0.50	-7.40	8.29	-1.20	0.50	-2.40
9.2920	366.1	9.04	-5.00	0.50	-10.00	8.79	-2.60	0.50	-5.20
9.7920	358.6	9.54	-7.50	0.50	-15.00	9.29	-5.00	0.50	-10.00
10.1900	347.2	9.99	-11.40	0.40	-28.64	9.77	-13.64	0.45	-30.39
10.3780	335.5	10.28	-11.70	0.19	-62.23	10.14	-33.59	0.29	-114.64
10.4780	320.1	10.43	-15.40	0.10	-154.00	10.36	-91.77	0.14	-637.26
10.5780	258.7	10.53	-61.40	0.10	-614.00	10.48	-460.00	0.10	-4600.00
10.6780	238.8	10.63	-19.90	0.10	-199.00	10.58	415.00	0.10	4150.00
10.7780	236.6	10.73	-2.20	0.10	-22.00	10.68	177.00	0.10	1770.00
10.8780	234.7	10.83	-1.90	0.10	-19.00	10.78	3.00	0.10	30.00
11.0780	232.0	10.98	-2.70	0.20	-13.50	10.90	5.50	0.15	36.67
11.4780	227.2	11.28	-4.80	0.40	-12.00	11.13	1.50	0.30	5.00
11.9780	222.5	11.73	-4.70	0.50	-9.40	11.50	2.60	0.45	5.78
12.4780	216.0	12.23	-6.50	0.50	-13.00	11.98	-3.60	0.50	-7.20
12.9560	214.1	12.72	-1.90	0.48	-3.97	12.47	9.03	0.49	18.46
13.3160	209.2	13.14	-4.90	0.36	-13.61	12.93	-9.64	0.42	-23.00
13.6580	205.2	13.49	-4.00	0.34	-11.70	13.31	1.92	0.35	5.46

Tabla N°.12.(Continuación)

14.1580	198.8	13.91	-6.40	0.50	-12.80	13.70	-1.10	0.42	-2.62
14.6580	193.1	14.41	-5.70	0.50	-11.40	14.16	1.40	0.50	2.80
15.1580	187.2	14.91	-5.90	0.50	-11.80	14.66	-0.40	0.50	-0.80
15.6580	183.2	15.41	-4.00	0.50	-8.00	15.16	3.80	0.50	7.60
16.1580	179.0	15.91	-4.20	0.50	-8.40	15.66	-0.40	0.50	-0.80
16.6580	174.9	16.41	-4.10	0.50	-8.20	16.16	0.20	0.50	0.40
17.1580	171.1	16.91	-3.80	0.50	-7.60	16.66	0.60	0.50	1.20
17.6580	167.7	17.41	-3.40	0.50	-6.80	17.16	0.80	0.50	1.60
18.1580	164.5	17.91	-3.20	0.50	-6.40	17.66	0.40	0.50	0.80
18.6580	161.6	18.41	-2.90	0.50	-5.80	18.16	0.60	0.50	1.20
19.1580	158.9	18.91	-2.70	0.50	-5.40	18.66	0.40	0.50	0.80
19.6580	156.4	19.41	-2.50	0.50	-5.00	19.16	0.40	0.50	0.80
20.0000	154.8	19.83	-1.60	0.34	-4.68	19.62	0.32	0.42	0.76

(-): no se reportan datos debido al procedimiento

Experimento N° 4

Volumetría por Oxido-Reducción (Redox).

Permanganometría.

Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Solución muestra) 0.1N frente a KMnO_4 0.1 N (Solución estandarizada).

Cuadro N°25. Valoración de Experimento N°4. Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1N frente a KMnO_4 0.1N

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Redox	Permanganometría	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1N	KMnO_4 0.1 N

Se presenta a continuación la Tabla N° 13, la cual contiene la totalidad de datos obtenidos del Experimento N°.4, en la cual han sido ingresadas y realizadas todas las fórmulas y operaciones detalladas en Cuadro N°4

Se presenta en color oscuro las columnas que serán utilizadas para realizar las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tabla N°. 13. Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Oxido – Reducción (Permanganometría)
 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1N frente a KMnO_4 0.1 N.

Datos		Primera derivada				Segunda derivada			
Volumen de KMnO_4 (mL) 0.1N (A)	E (V) E: voltaje (B)	Vol. en el punto medio (C)	ΔE (D)	$\Delta \text{vol.}$ (E)	$\Delta E/\Delta V$ (F)	vol. En el punto medio (G)	$\Delta(\Delta E/\Delta V)$ (H)	$\Delta \text{Vol.}$ (I)	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ (J)
0.0	460.2	-	-	-	-	-	-	-	-
0.3	461.7	0.14	0.75	0.14	5.26	-	-	-	-
0.4	462.9	0.36	0.60	0.07	8.45	0.25	3.19	0.21	14.93
0.5	463.7	0.46	0.40	0.04	10.96	0.41	2.51	0.11	23.33
0.6	464.8	0.57	0.55	0.07	7.53	0.52	-3.42	0.11	-31.28
0.9	466.6	0.77	0.90	0.13	7.20	0.67	-0.33	0.20	-1.69
1.1	468.7	1.02	1.05	0.13	8.40	0.90	1.20	0.25	4.80
1.4	470.9	1.27	1.10	0.12	8.84	1.15	0.44	0.25	1.74
1.6	473.3	1.52	1.20	0.13	9.56	1.40	0.73	0.25	2.91
1.9	476.1	1.77	1.40	0.13	11.20	1.65	1.64	0.25	6.54
2.1	478.9	2.02	1.40	0.13	11.20	1.90	0.00	0.25	0.00
2.4	482.1	2.27	1.60	0.13	12.80	2.15	1.60	0.25	6.40
2.6	485.9	2.52	1.90	0.13	15.20	2.40	2.40	0.25	9.60
2.9	490.1	2.77	2.10	0.13	16.80	2.65	1.60	0.25	6.40
3.1	495.1	3.02	2.50	0.13	20.00	2.90	3.20	0.25	12.80
3.4	501.0	3.27	2.95	0.13	23.60	3.15	3.60	0.25	14.40

Tabla N°. 13 (Continuación).

3.6	508.5	3.52	3.75	0.13	30.00	3.40	6.40	0.25	25.60
3.9	517.3	3.76	4.40	0.11	39.82	3.64	9.82	0.24	41.69
4.0	526.5	3.95	4.60	0.08	57.14	3.85	17.32	0.19	90.70
4.1	534.9	4.08	4.20	0.05	79.25	4.01	22.10	0.13	165.56
4.2	543.7	4.17	4.40	0.04	110.00	4.13	30.75	0.09	330.70
4.3	552.2	4.24	4.25	0.03	151.79	4.21	41.79	0.07	614.50
4.3	563.4	4.30	5.60	0.03	224.00	4.27	72.21	0.05	1362.53
4.4	582.7	4.35	9.65	0.02	386.00	4.32	162.00	0.05	3240.00
4.4	651.2	4.40	34.25	0.02	1370.00	4.37	984.00	0.05	19680.00
4.5	863.3	4.45	106.05	0.02	4242.00	4.42	2872.00	0.05	57440.00
4.5	861.0	4.50	-1.15	0.02	-46.00	4.47	-4288.00	0.05	-85760.00
4.6	875.6	4.55	7.30	0.03	292.00	4.52	338.00	0.05	6760.00
4.7	889.6	4.61	7.00	0.04	157.30	4.58	-134.70	0.07	-1938.08
4.8	904.3	4.75	7.35	0.09	82.58	4.68	-74.72	0.13	-559.69
5.1	916.1	4.96	5.90	0.13	47.20	4.86	-35.38	0.21	-165.35
5.3	923.8	5.21	3.85	0.13	30.80	5.09	-16.40	0.25	-65.60
5.6	929.4	5.46	2.80	0.13	22.40	5.34	-8.40	0.25	-33.60
5.8	933.8	5.71	2.20	0.13	17.60	5.59	-4.80	0.25	-19.20
6.1	937.3	5.96	1.75	0.13	14.00	5.84	-3.60	0.25	-14.40
6.3	940.2	6.21	1.45	0.13	11.60	6.09	-2.40	0.25	-9.60
6.6	943.1	6.46	1.45	0.13	11.60	6.34	0.00	0.25	0.00

Tabla N°. 13.(Continuación)

6.8	945.3	6.71	1.10	0.13	8.80	6.59	-2.80	0.25	-11.20
7.1	947.4	6.96	1.05	0.13	8.40	6.84	-0.40	0.25	-1.60
7.3	949.5	7.21	1.05	0.13	8.40	7.09	0.00	0.25	0.00
7.6	951.3	7.46	0.90	0.13	7.20	7.34	-1.20	0.25	-4.80
7.8	953.1	7.71	0.90	0.13	7.20	7.59	0.00	0.25	0.00
8.1	954.8	7.96	0.85	0.13	6.80	7.84	-0.40	0.25	-1.60
8.3	956.4	8.21	0.80	0.13	6.40	8.09	-0.40	0.25	-1.60
8.6	957.9	8.46	0.75	0.13	6.00	8.34	-0.40	0.25	-1.60
8.8	959.4	8.71	0.75	0.13	6.00	8.59	0.00	0.25	0.00
9.1	960.8	8.96	0.70	0.12	5.60	8.84	-0.40	0.25	-1.60
9.3	962.1	9.21	0.65	0.13	5.20	9.09	-0.40	0.25	-1.60
9.6	963.4	9.46	0.65	0.13	5.20	9.34	0.00	0.25	0.00
9.8	964.7	9.71	0.65	0.13	5.20	9.59	0.00	0.25	0.00
10.0	965.8	9.92	0.55	0.08	6.75	9.82	1.55	0.21	7.50

(-): no se reportan datos debido al proceso

Experimento N° 5.

Volumetría por Precipitación.

Argentometría.

Valoración de KCl (Solución muestra) 0.01 N frente a AgNO_3 0.01 N (Solución estandarizada).

Cuadro N°26. Valoración de Experimento N°5. Valoración por Precipitación: KCl 0.01 N frente a AgNO_3 0.01 N

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Precipitación	Argentometría	KCl 0.01 N	AgNO_3 0.01 N

Se presenta a continuación la Tabla N° 14, la cual contiene la totalidad de datos obtenidos del Experimento N°.5, en la cual han sido ingresadas y realizadas todas las fórmulas y operaciones detalladas en Cuadro N°. 4

Se presenta en color oscuro las columnas que serán utilizadas para realizar las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tabla N°.14. Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación de Precipitación (Argentometría)
KCl 0.01 N frente a AgNO₃ 0.01 N.

Datos		Primera derivada				Segunda derivada			
Volumen de AgNO ₃ (mL) 0.01N (A)	E (V) E: voltaje (B)	Vol. en el punto medio (C)	ΔE (D)	$\Delta vol.$ (E)	$\Delta E/\Delta V$ (F)	vol. En el punto medio (G)	$\Delta(\Delta E/\Delta V)$ (H)	$\Delta Vol.$ (I)	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ (J)
0.0	44.8	-	-	-	-	-	-	-	-
0.3	46.3	0.14	0.75	0.14	5.26	-	-	-	-
0.4	47.2	0.36	0.45	0.07	6.34	0.25	1.07	0.21	5.03
0.5	47.3	0.46	0.05	0.04	1.37	0.41	-4.97	0.11	-46.22
0.6	48.3	0.57	0.50	0.07	6.85	0.52	5.48	0.11	50.04
0.9	50.0	0.77	0.85	0.13	6.80	0.67	-0.05	0.20	-0.25
1.1	51.2	1.02	0.60	0.13	4.80	0.90	-2.00	0.25	-8.00
1.4	53.1	1.27	0.95	0.12	7.63	1.15	2.83	0.25	11.34
1.6	54.9	1.52	0.90	0.13	7.17	1.40	-0.46	0.25	-1.84
1.9	56.8	1.77	0.95	0.13	7.60	1.65	0.43	0.25	1.71
2.1	58.9	2.02	1.05	0.13	8.40	1.90	0.80	0.25	3.20
2.4	61.1	2.27	1.10	0.13	8.80	2.15	0.40	0.25	1.60
2.6	63.5	2.52	1.20	0.13	9.60	2.40	0.80	0.25	3.20
2.9	66.4	2.77	1.45	0.13	11.60	2.65	2.00	0.25	8.00
3.1	69.3	3.02	1.45	0.13	11.60	2.90	0.00	0.25	0.00

Tabla N°.14 (Continuación)

3.4	72.9	3.27	1.80	0.13	14.40	3.15	2.80	0.25	11.20
3.6	77.1	3.52	2.10	0.13	16.80	3.40	2.40	0.25	9.60
3.9	82.0	3.77	2.45	0.13	19.60	3.65	2.80	0.25	11.20
4.1	88.5	4.02	3.25	0.13	26.00	3.90	6.40	0.25	25.60
4.4	96.9	4.27	4.20	0.12	34.29	4.14	8.29	0.25	33.48
4.6	106.6	4.49	4.85	0.10	51.05	4.38	16.77	0.22	77.09
4.7	114.9	4.64	4.15	0.06	71.55	4.56	20.50	0.15	133.98
4.8	122.7	4.74	3.90	0.04	89.66	4.69	18.10	0.10	178.36
4.9	130.4	4.82	3.85	0.04	105.48	4.78	15.82	0.08	197.80
4.9	137.8	4.89	3.70	0.03	112.12	4.86	6.64	0.07	95.56
5.0	144.8	4.96	3.50	0.03	106.06	4.92	-6.06	0.07	-91.83
5.1	152.5	5.03	3.85	0.04	93.90	4.99	-12.16	0.07	-164.30
5.2	159.2	5.12	3.35	0.05	71.28	5.07	-22.63	0.09	-257.11
5.3	167.7	5.25	4.25	0.09	50.00	5.18	-21.28	0.13	-161.19
5.6	176.7	5.46	4.50	0.13	36.00	5.36	-14.00	0.21	-66.67
5.8	182.6	5.71	2.95	0.13	23.60	5.59	-12.40	0.25	-49.60
6.1	187.4	5.96	2.40	0.13	19.20	5.84	-4.40	0.25	-17.60
6.3	191.3	6.21	1.95	0.13	15.60	6.09	-3.60	0.25	-14.40
6.6	194.4	6.46	1.55	0.13	12.40	6.34	-3.20	0.25	-12.80
6.8	197.2	6.71	1.40	0.13	11.20	6.59	-1.20	0.25	-4.80
7.1	199.7	6.96	1.25	0.13	10.00	6.84	-1.20	0.25	-4.80

Tabla N°.14 (Continuación).

7.3	201.9	7.21	1.10	0.13	8.80	7.09	-1.20	0.25	-4.80
7.6	204.0	7.46	1.05	0.13	8.40	7.34	-0.40	0.25	-1.60
7.8	205.8	7.71	0.90	0.13	7.20	7.59	-1.20	0.25	-4.80
8.1	207.5	7.96	0.85	0.13	6.80	7.84	-0.40	0.25	-1.60
8.3	209.0	8.21	0.75	0.13	6.00	8.09	-0.80	0.25	-3.20
8.6	210.3	8.46	0.65	0.13	5.20	8.34	-0.80	0.25	-3.20
8.8	211.6	8.71	0.65	0.13	5.20	8.59	0.00	0.25	0.00
9.1	212.8	8.96	0.60	0.13	4.80	8.84	-0.40	0.25	-1.60
9.3	214.0	9.21	0.60	0.13	4.80	9.09	0.00	0.25	0.00
9.6	215.0	9.46	0.50	0.13	4.00	9.34	-0.80	0.25	-3.20
9.8	216.0	9.71	0.50	0.13	4.00	9.59	0.00	0.25	0.00
10.0	217.0	9.92	0.50	0.08	6.06	9.81	2.06	0.21	9.93

(-): no se reportan datos debido al proceso

Experimento N° 6.

Volumetría de Complejometría.

Valoración Níquel – EDTA.

Valoración de Nitrato de Níquel 0.01M (Solución muestra) frente a EDTA 0.01M (Solución estandarizada).

Cuadro N°27. Valoración de Experimento N°6. Valoración por Complejometría: Nitrato de Níquel $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M frente a EDTA 0.01 M

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Complejometría	Níquel vrs. EDTA	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01 M	EDTA 0.01 M

Se presenta a continuación la Tabla N° 15, la cual contiene la totalidad de datos obtenidos del Experimento N°.6, en la cual han sido ingresadas y realizadas todas las fórmulas y operaciones detalladas en Cuadro N° 3

Se presenta en color oscuro las columnas que serán utilizadas para realizar las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tabla N° 15 Hoja de cálculo Excel diseñada para la Titulación Complejométrica: Ni(NO₃).6H₂O
0.01 M vs EDTA 0.01 M.

Datos		Primera derivada				Segunda derivada			
Volumen EDTA (mL) 0.01M (A)	E (V) E: voltaje (B)	Vol. en el punto medio (C)	ΔE (D)	$\Delta \text{vol.}$ (E)	$\Delta E/\Delta V$ (F)	vol. En el punto medio (G)	$\Delta(\Delta E/\Delta V)$ (H)	$\Delta \text{Vol.}$ (I)	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ (J)
0.00	152.08	-	-	-	-	-	-	-	-
0.38	153.46	0.19	1.38	0.38	3.632	-	-	-	-
0.67	153.86	0.53	0.40	0.29	1.379	0.358	-2.252	0.34	-6.723
0.81	158.12	0.74	4.26	0.14	30.429	0.633	29.049	0.22	135.113
0.89	159.16	0.85	1.04	0.08	13.000	0.795	-17.429	0.11	-158.442
1.03	160.45	0.96	1.29	0.14	9.214	0.905	-3.786	0.11	-34.416
1.29	161.30	1.16	0.85	0.26	3.269	1.060	-5.945	0.20	-29.725
1.53	162.67	1.41	1.37	0.24	5.708	1.285	2.439	0.25	9.756
1.80	164.04	1.67	1.37	0.27	5.074	1.538	-0.634	0.26	-2.487
2.06	165.61	1.93	1.57	0.26	6.038	1.798	0.964	0.27	3.639
2.30	167.24	2.18	1.63	0.24	6.792	2.055	0.753	0.25	3.013
2.56	169.08	2.43	1.84	0.26	7.077	2.305	0.285	0.25	1.141
2.82	171.21	2.69	2.13	0.26	8.192	2.560	1.115	0.26	4.290
3.07	173.80	2.95	2.59	0.25	10.360	2.818	2.168	0.26	8.501
3.33	176.62	3.20	2.82	0.26	10.846	3.073	0.486	0.26	1.906
3.58	180.12	3.46	3.50	0.25	14.000	3.328	3.154	0.26	12.368

Tabla N° 15 (Continuación).

3.83	184.29	3.71	4.17	0.25	16.680	3.580	2.680	0.25	10.720
4.09	188.84	3.96	4.55	0.26	17.500	3.833	0.820	0.26	3.216
4.32	194.35	4.21	5.51	0.23	23.957	4.083	6.457	0.25	26.353
4.51	200.10	4.42	5.75	0.19	30.263	4.310	6.307	0.21	30.032
4.65	206.65	4.58	6.55	0.14	46.786	4.498	16.523	0.17	100.137
4.77	212.40	4.71	5.75	0.12	47.917	4.645	1.131	0.13	8.700
4.84	219.50	4.81	7.10	0.07	101.429	4.758	53.512	0.09	563.283
4.90	231.03	4.87	11.53	0.06	192.167	4.838	90.738	0.07	1395.971
4.96	260.35	4.93	29.32	0.06	488.667	4.900	296.500	0.06	4941.667
5.02	356.35	4.99	96.00	0.06	1600.000	4.960	1111.333	0.06	18522.222
5.06	359.80	5.04	3.45	0.04	86.250	5.015	-1513.750	0.05	-30275.000
5.08	363.25	5.05	6.90	0.06	115.000	5.020	-1485.000	0.06	-24750.000
5.14	390.20	5.11	26.95	0.06	449.167	5.080	334.167	0.06	5569.444
5.21	407.37	5.18	17.17	0.07	245.286	5.143	-203.881	0.07	-3136.630
5.32	414.43	5.27	7.06	0.11	64.182	5.220	-181.104	0.09	-2012.266
5.52	421.02	5.42	6.59	0.20	32.950	5.343	-31.232	0.15	-201.496
5.78	426.67	5.65	5.65	0.26	21.731	5.535	-11.219	0.23	-48.779
6.03	431.64	5.91	4.97	0.25	19.880	5.778	-1.851	0.26	-7.258
6.29	435.65	6.16	4.01	0.26	15.423	6.033	-4.457	0.26	-17.478
6.54	438.74	6.42	3.09	0.25	12.360	6.288	-3.063	0.26	-12.012

Tabla N° 15 (Continuación)

6.79	441.35	6.67	2.61	0.25	10.440	6.540	-1.920	0.25	-7.680
7.05	443.62	6.92	2.27	0.26	8.731	6.793	-1.709	0.26	-6.703
7.30	445.57	7.18	1.95	0.25	7.800	7.048	-0.931	0.26	-3.650
7.56	447.27	7.43	1.70	0.26	6.538	7.303	-1.262	0.26	-4.947
7.81	448.94	7.69	1.67	0.25	6.680	7.558	0.142	0.26	0.555
8.06	450.39	7.94	1.45	0.25	5.800	7.810	-0.880	0.25	-3.520
8.32	451.74	8.19	1.35	0.26	5.192	8.063	-0.608	0.26	-2.383
8.57	453.10	8.45	1.36	0.25	5.440	8.318	0.248	0.25	0.971
8.83	454.29	8.70	1.19	0.26	4.577	8.573	-0.863	0.25	-3.385
9.08	455.44	8.96	1.15	0.25	4.600	8.828	0.023	0.26	0.090
9.34	456.46	9.21	1.02	0.26	3.923	9.083	-0.677	0.26	-2.655
9.59	457.48	9.47	1.02	0.25	4.080	9.338	0.157	0.25	0.615
9.84	458.41	9.72	0.93	0.25	3.720	9.590	-0.360	0.25	-1.440
10.08	458.72	9.96	0.31	0.24	1.292	9.838	-2.428	0.25	-9.912

(-): no se reportan datos debido al proceso

Luego de obtener todos los datos según la Tabla N° 1, se procedió a elaborar las gráficas de Primera ($\Delta E/\Delta V$) y Segunda derivada ($\Delta^2 E/\Delta V^2$) de cada titulación realizada, a continuación se presentan ambas gráficas de los ensayos realizados.

Experimento N° 1

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Fuerte – Base Fuerte

Valoración HCl (Soln. muestra) 0.1 N frente a NaOH 0.1N (Soln. estandarizada).

Cuadro N° 28. Titulación Ácido fuerte – Base HCl 0.1 N frente a NaOH 0.1N. fuerte para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Neutralización	Acido fuerte - Base fuerte	HCl 0.1 N	NaOH 0.1 N

Se muestra en las figuras N° 27 y 28 las gráficas de la Primera y Segunda derivada de la titulación Acido – Base fuerte obtenidas a partir de los resultados obtenidos de la hoja de cálculo Excel.

Se utilizaron las columnas de la hoja de cálculo que están sombreadas de color oscuro las cuales se muestran detalladas en las tablas anteriores.

Los datos a graficar corresponden a Volumen titulante añadido, Primera deriva y segunda deriva de la titulación Acido – base fuerte.

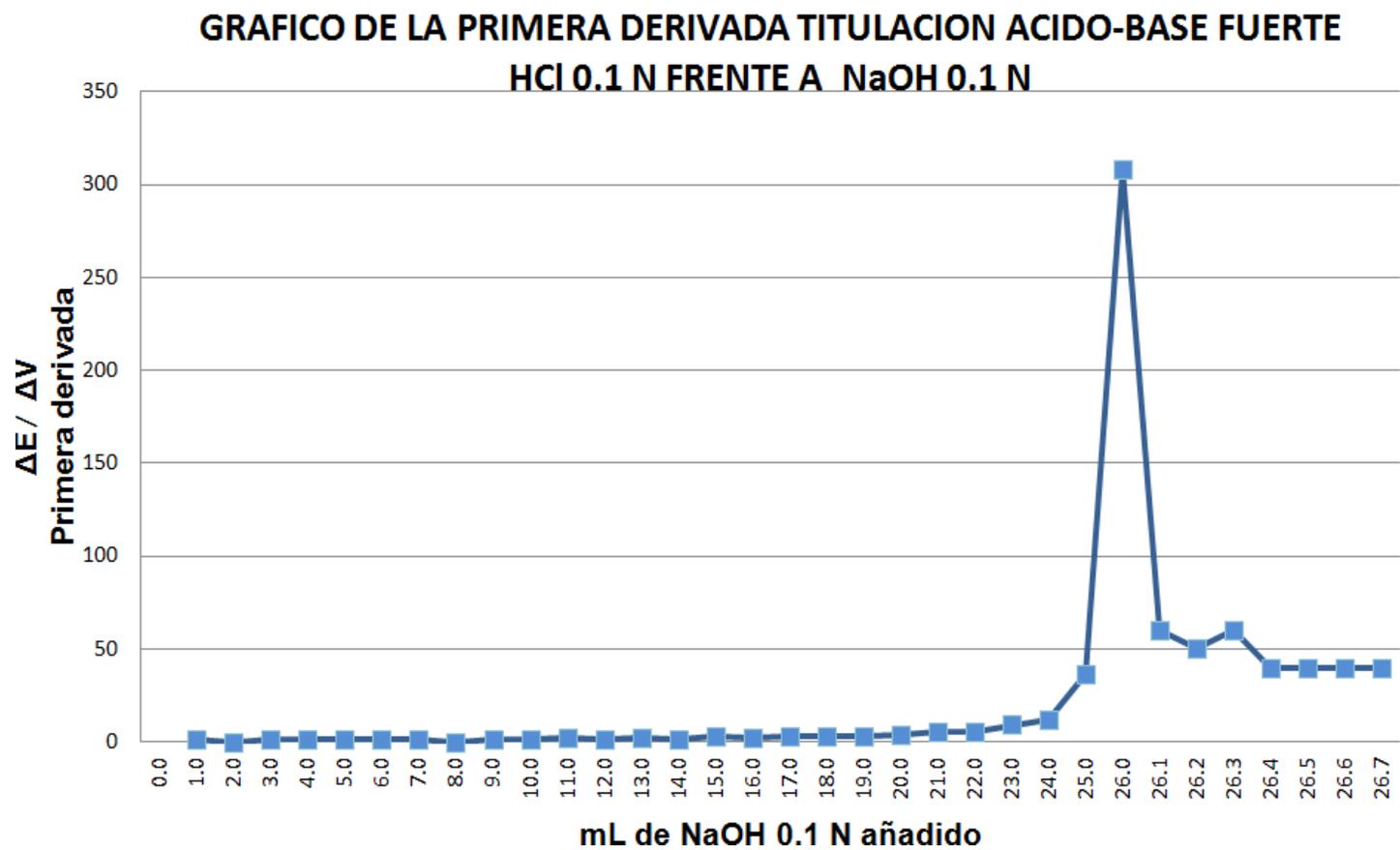


Figura Nº 27. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación Acido – Base fuerte: HCl 0.1 N frente a NaOH 0.1N obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel

**GRAFICO DE LA SEGUNDA DERIVADA TITULACION ACIDO - BASE FUERTE HCl 0.1 N
frente a NaOH 0.1 N**

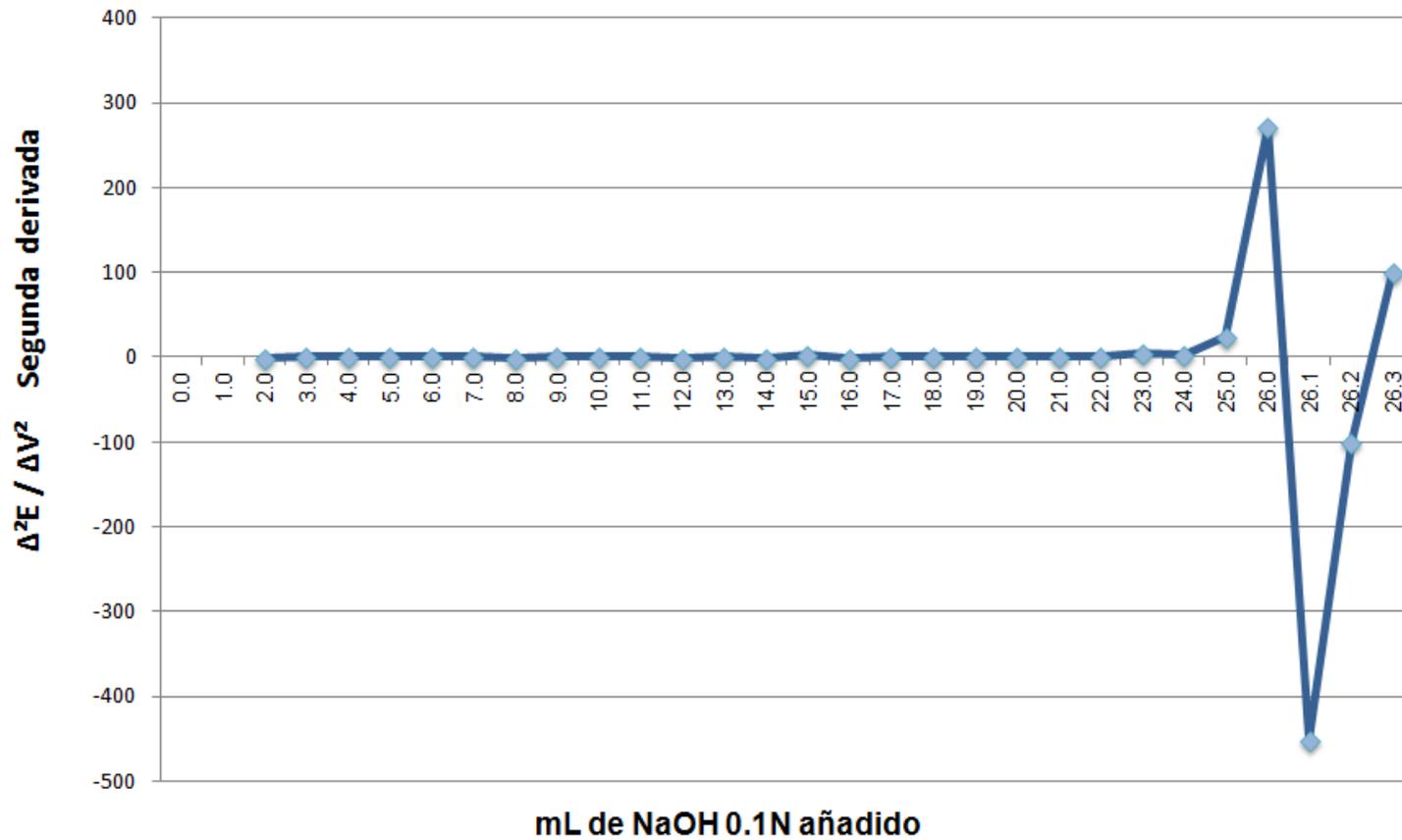


Figura N° 28. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación Acido – Base fuerte: HCl 0.1 N frente a NaOH 0.1N obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel.

Experimento N° 2

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Débil – Base Fuerte

Valoración CH_3COOH 0.1N (Solución muestra) frente a NaOH 0.1N (Solución estandarizada)

Cuadro N°29. Titulación Ácido débil – Base fuerte CH_3COOH 0.1N frente a NaOH 0.1N para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Neutralización	Acido débil- Base fuerte	CH_3COOH 0.1 N	NaOH 0.1 N

Se muestran en las figuras N° 29 y 30 las gráficas de la Primera y Segunda derivada de la titulación Acido débil – Base fuerte obtenidas a partir de los resultados obtenidos de la hoja de cálculo Excel.

Se utilizaron las columnas de la hoja de cálculo que están sombreadas de color oscuro las cuales se muestran detalladas en el objetivo anterior.

Los datos a graficar corresponden a Volumen titulante añadido, Primera deriva y segunda deriva de la titulación Acido débil – Base fuerte.

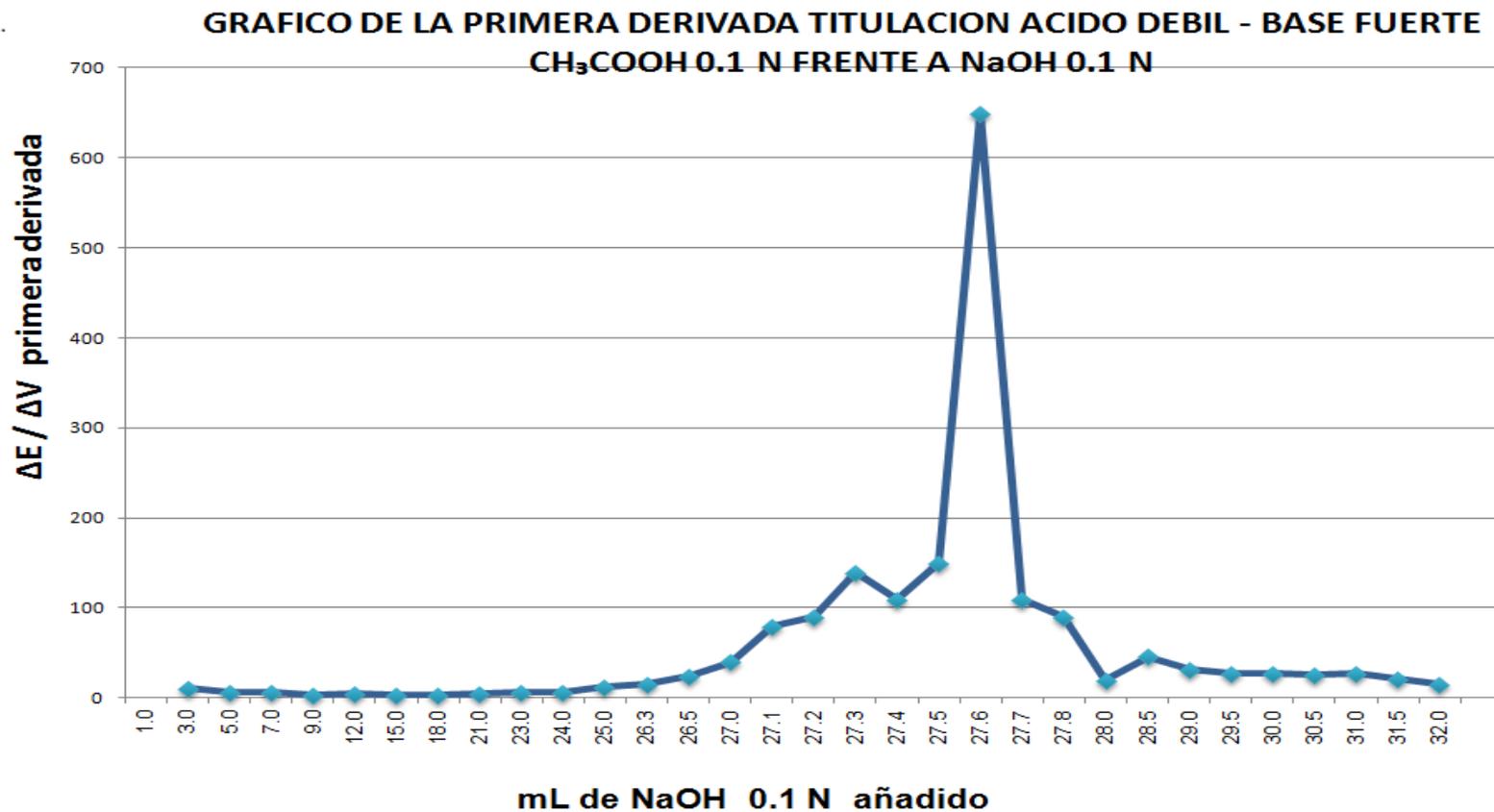


Figura N° 29. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación Acido débil – Base fuerte: CH₃COOH 0.1N frente a NaOH 0.1N obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel

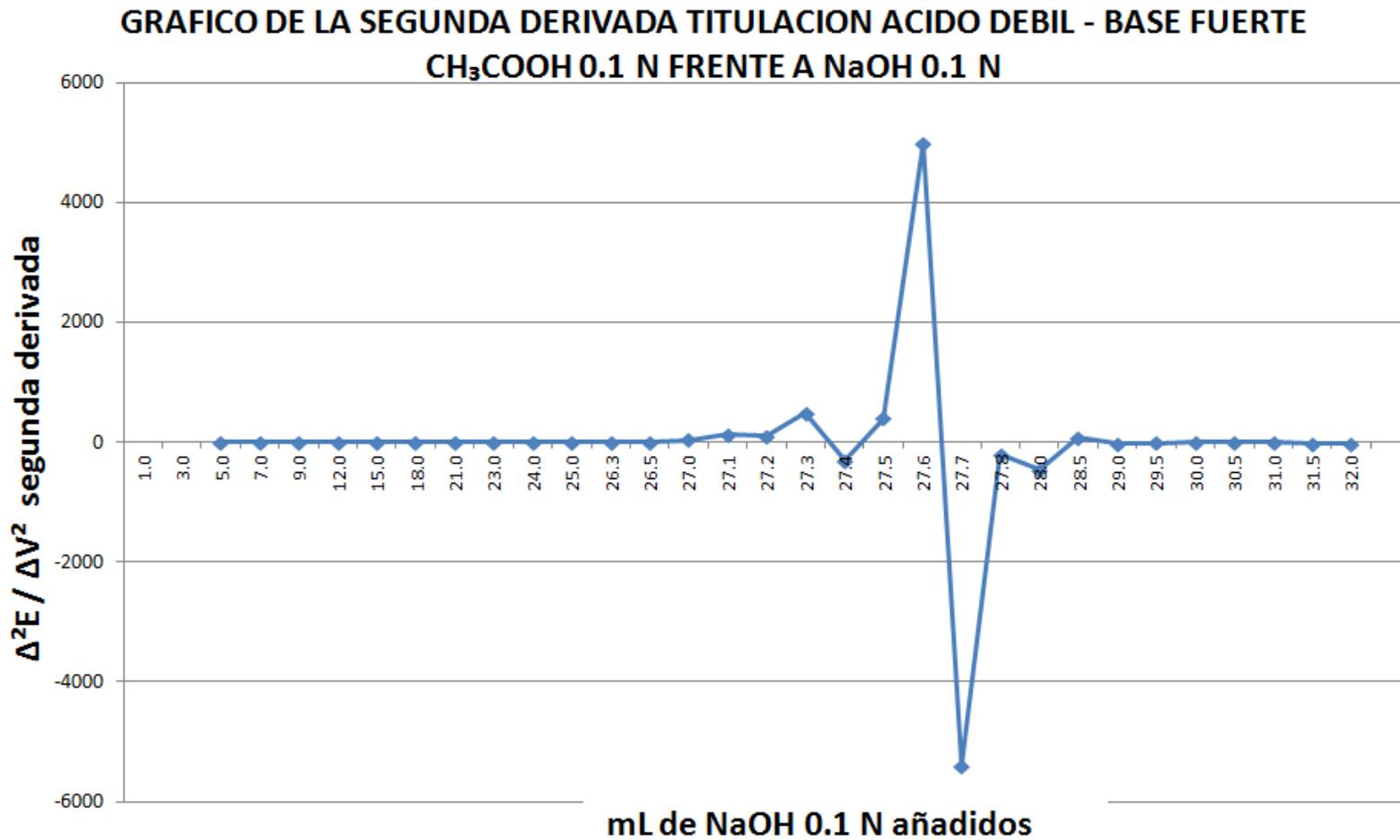


Figura N° 30. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación Acido débil – Base fuerte: CH₃COOH 0.1N frente a NaOH 0.1N obtenida a partir de la hoja de cálculo Exce

Experimento N° 3

Volumetría por Oxido-Reducción (Redox)

Yodometría

Valoración de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 N (Solución muestra) frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N (Solución estandarizada)

Cuadro N° 30. Titulación Oxido-Reducción (Yodometría) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 N frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Redox	Yodometría	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 N	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N

Se muestran en las figuras N° 31 y 32 las gráficas de la Primera y Segunda derivada de la titulación Oxido reducción (Yodometría) obtenidas a partir de los resultados obtenidos de la hoja de cálculo Excel.

Se utilizaron las columnas de la hoja de cálculo que están sombreadas de color oscuro las cuales se muestran detalladas en el objetivo anterior.

Los datos a graficar corresponden a Volumen titulante añadido, Primera deriva y segunda deriva de la titulación Oxido – Reducción (Yodometría).

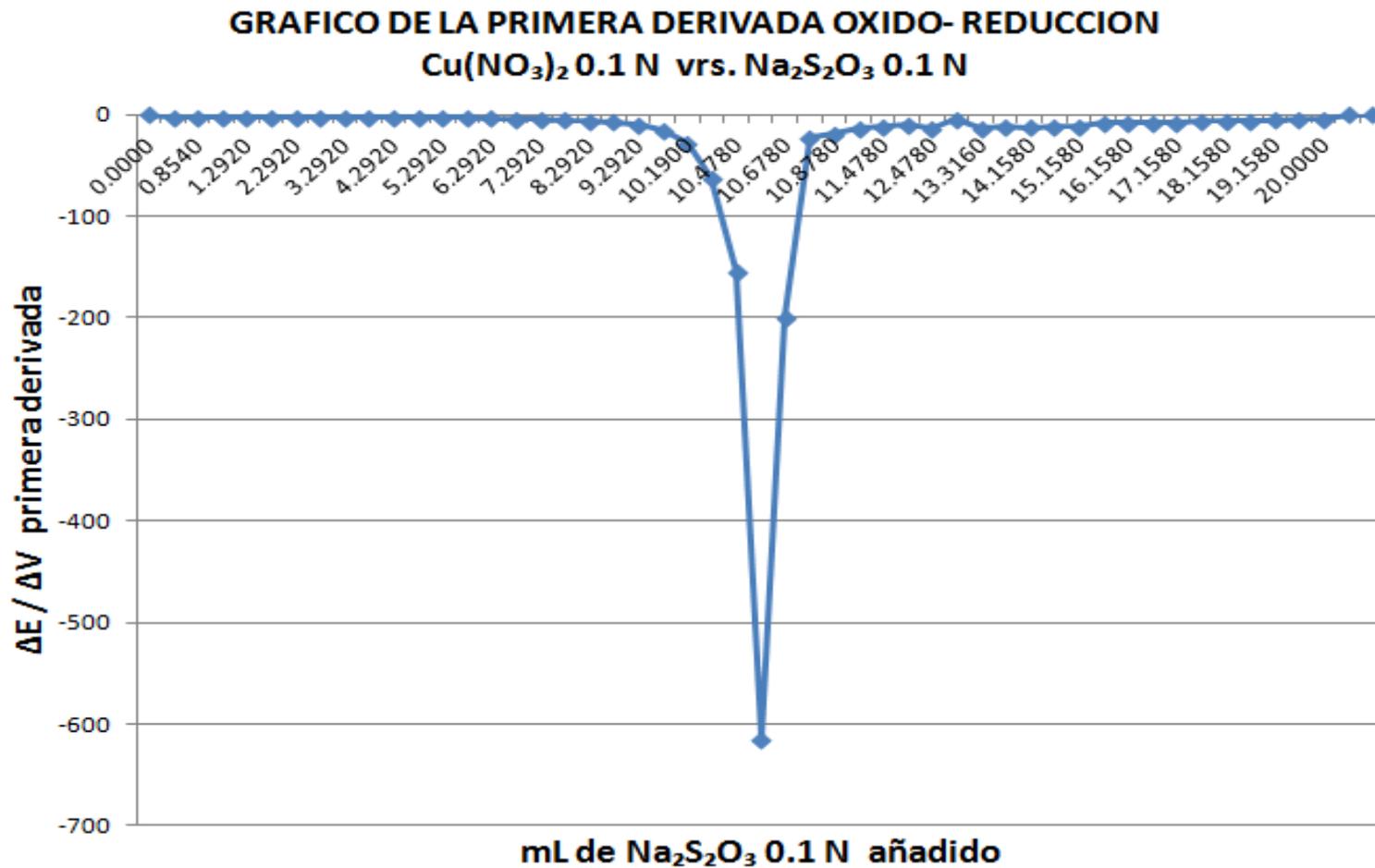


Figura N°31. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación Oxido –Reducción (Yodometría): Cu(NO₃)₂ 0.1 N frente a Na₂S₂O₃ .5H₂O 0.1 N obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel

GRAFICO DE LA SEGUNDA DERIVADA OXIDO - REDUCCION
Cu(NO₃)₂ 0.1 N vs. Na₂S₂O₃ 0.1 N

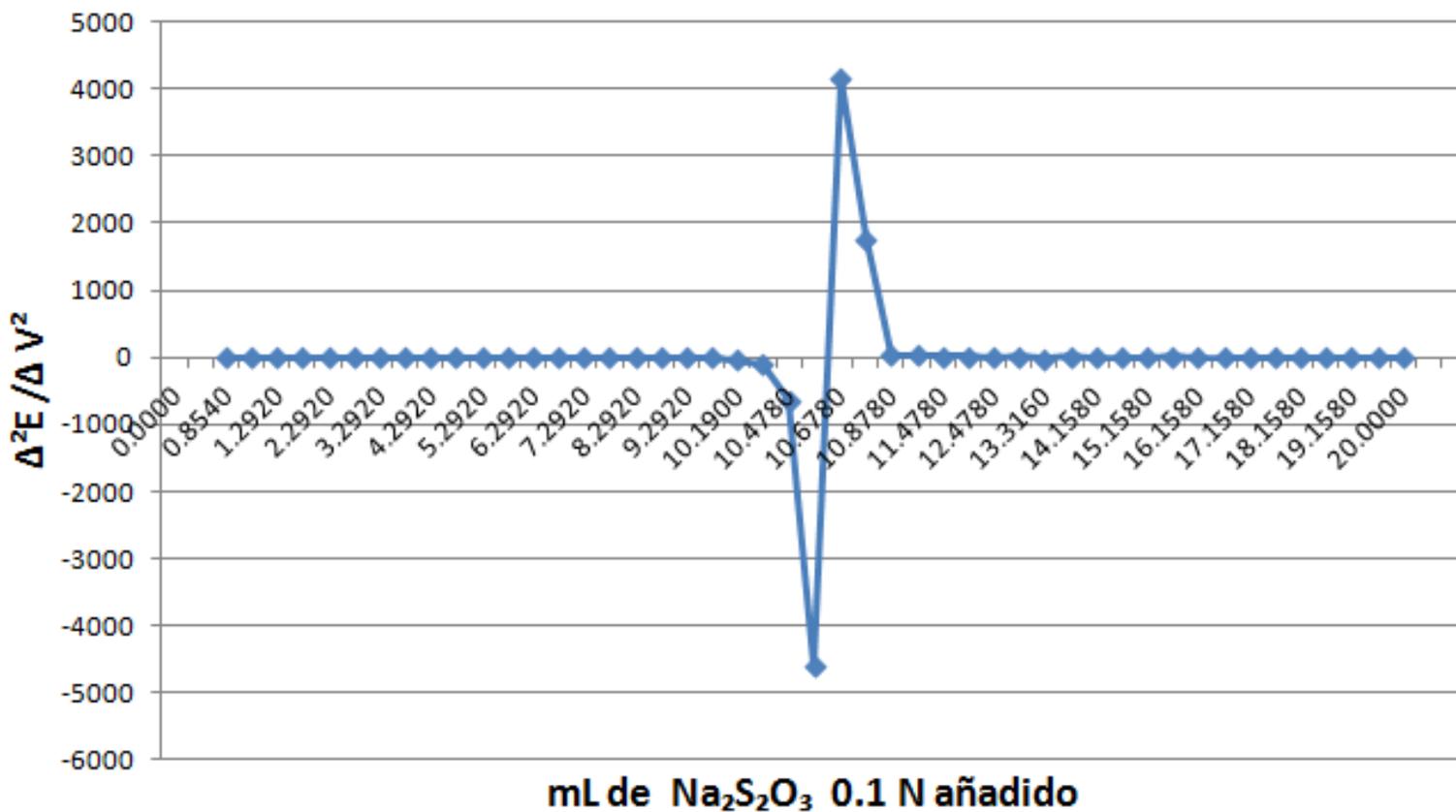


Figura N° 32. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación Oxido – Reducción (Yodometría): Cu(NO₃)₂ 0.1 N frente a Na₂S₂O₃ 5H₂O 0.1 N obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel

Experimento N° 4

Volumetría por Oxido-Reducción (Redox).

Permanganometría.

Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N (Solución muestra) frente a KMnO_4 0.1 N (Solución estandarizada).

Cuadro N°31. Titulación Oxido – Reducción (Permanganometría) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N frente a KMnO_4 0.1 N para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Redox	Permanganometría	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N	KMnO_4 0.1 N

Se muestran en las figuras N° 33 y 34 las gráficas de la Primera y Segunda derivada de la titulación Oxido reducción (Permanganometría) obtenidas a partir de los resultados obtenidos de la hoja de cálculo Excel.

Se utilizaron las columnas de la hoja de cálculo que están sombreadas de color oscuro las cuales se muestran detalladas en el objetivo anterior.

Los datos a graficar corresponden a Volumen titulante añadido, Primera deriva y segunda deriva de la titulación Oxido – Reducción (Permanganometría).

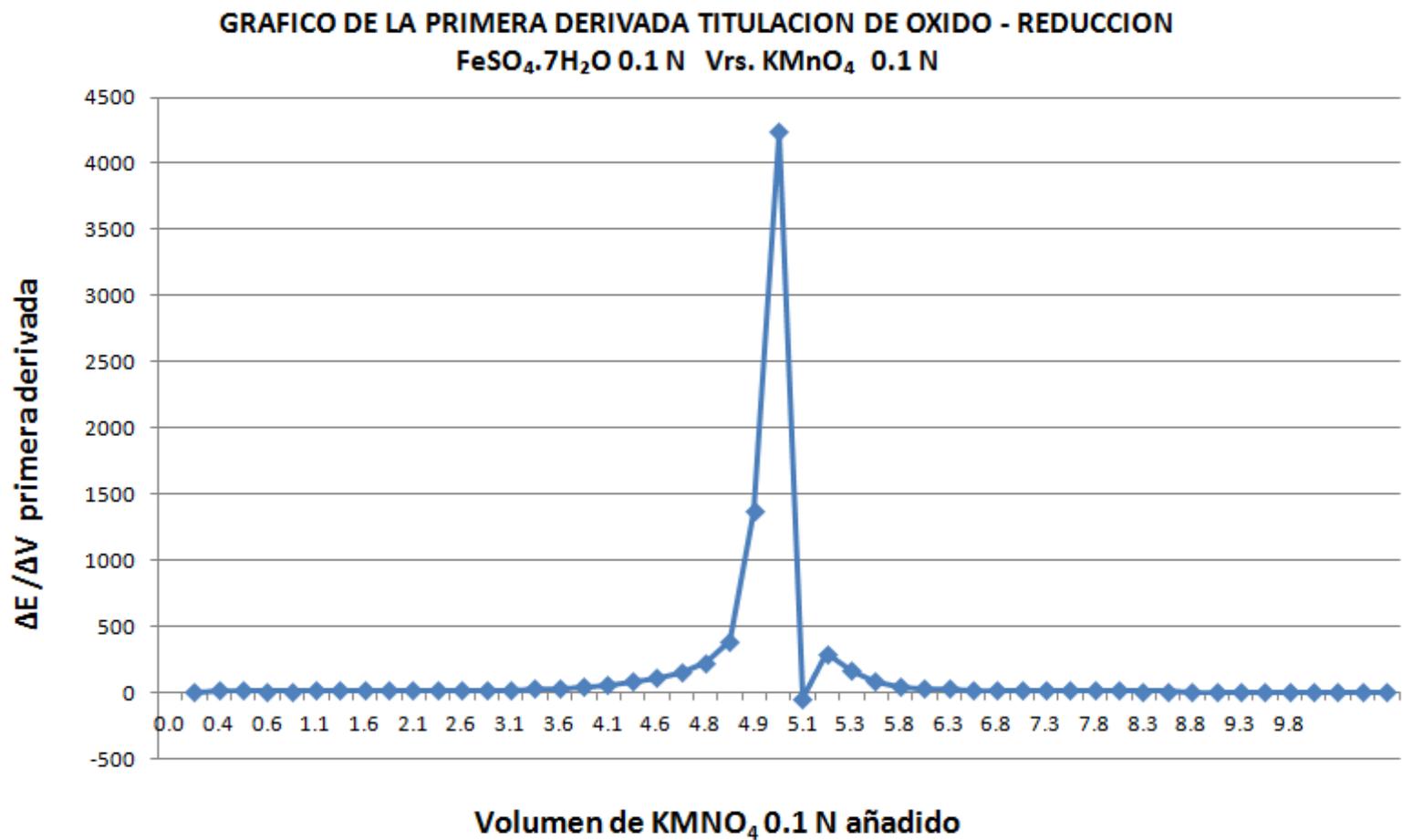


Figura N° 33. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación Oxido – Reducción (Permanganometría): FeSO₄.7H₂O 0.1 N frente a KMnO₄ 0.1 N obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel.

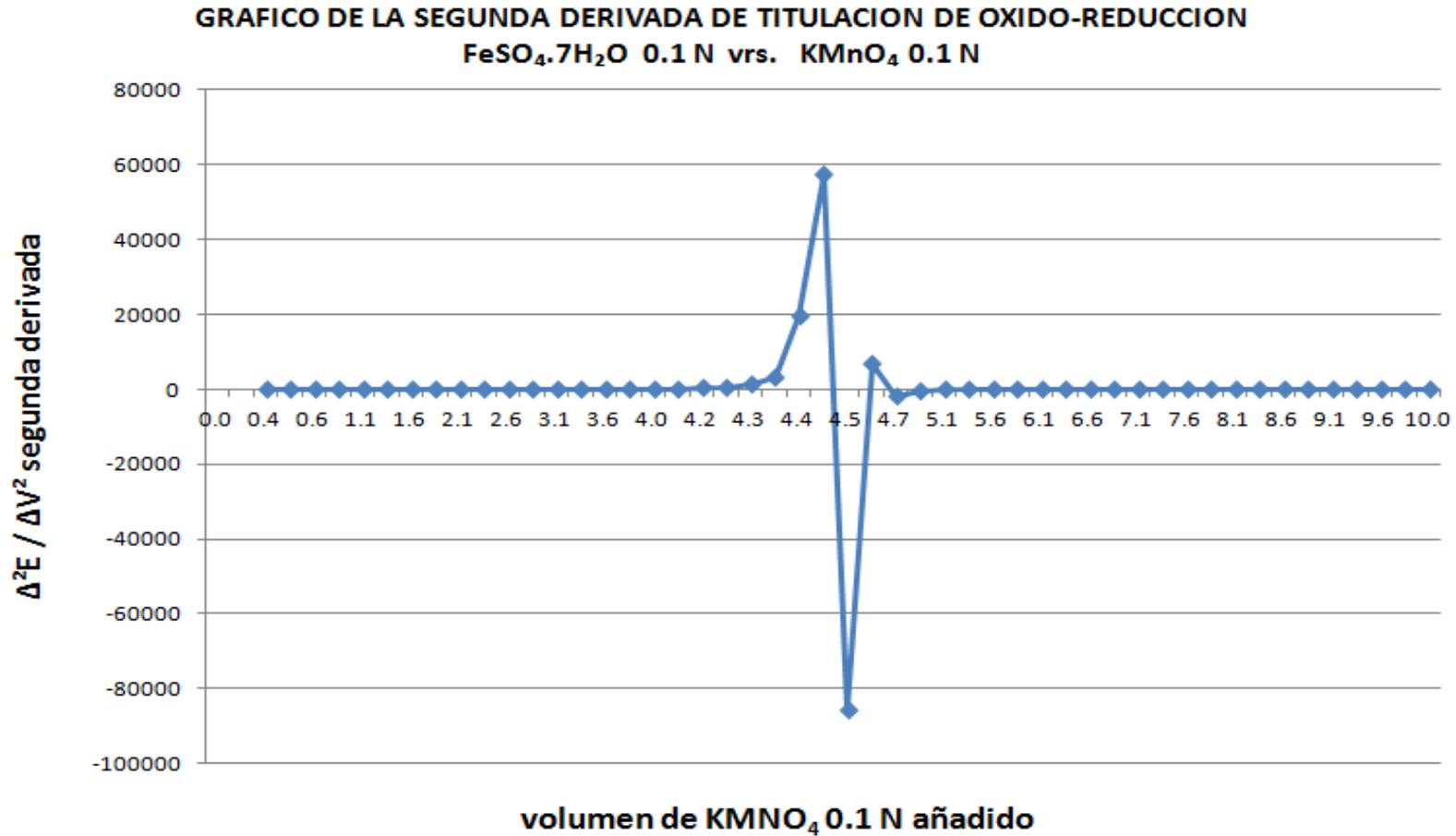


Figura N° 34. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación Oxido – Reducción (Permanganometría): FeSO₄.7H₂O 0.1 N frente a KMnO₄ 0.1 N obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel

Experimento N° 5.

Volumetría por Precipitación.

Argentometría.

Valoración de KCl 0.01 N (Solución muestra) frente a AgNO_3 0.01 N (Solución estandarizada).

Cuadro N° 32 Titulación de Precipitación (Argentometría) KCl 0.01 N frente a AgNO_3 0.01 N para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Precipitación	Argentometría	KCl 0.01 N	AgNO_3 0.01 N

Se muestran en las figuras N° 35 y 36 las gráficas de la Primera y Segunda derivada de la titulación de Precipitación (Argentometría) obtenida a partir de los resultados obtenidos de la hoja de cálculo Excel.

Se utilizaron las columnas de la hoja de cálculo que están sombreadas de color oscuro las cuales se muestran detalladas en el objetivo anterior.

Los datos a graficar corresponden a Volumen titulante añadido, Primera deriva y segunda deriva de la titulación de Precipitación (Argentometría)

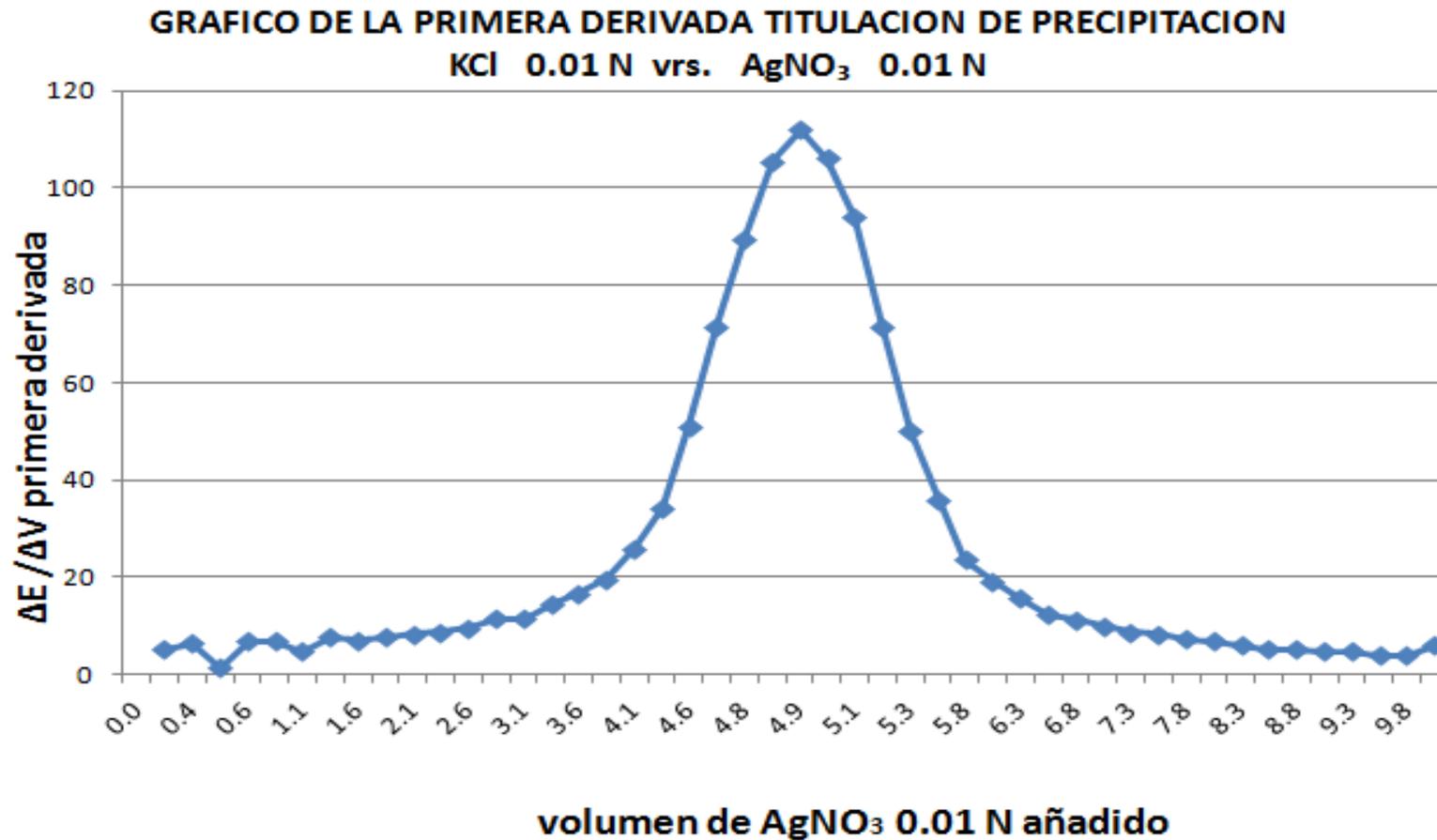


Figura N° 35. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación de Precipitación (Argentometría): KCl 0.01 N frente a AgNO₃ 0.01 N obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel

**GRAFICO DE LA SEGUNDA DERIVADA DE TITULACION DE PRECIPITACION
KCl 0.01 N vrs. AgNO₃ 0.01 N**

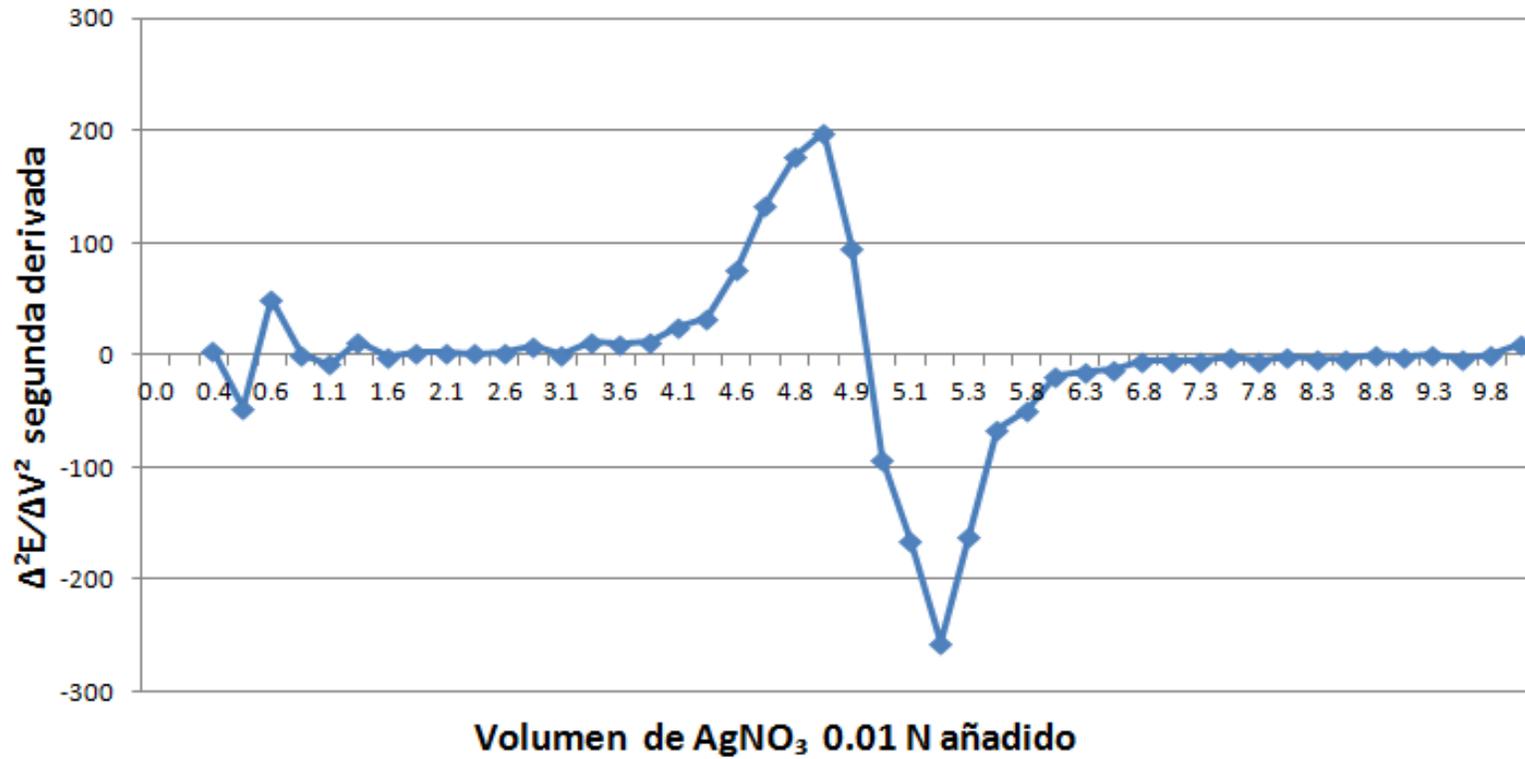


Figura N° 36. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación de Precipitación (Argentometría): KCl 0.01 N frente a AgNO_3 0.01 N obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel

Experimento N° 6

Volumetría de Complejometría

Valoración Níquel - EDTA

Valoración de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01 M (Solución muestra) frente a EDTA 0.01 M (Solución estandarizada).

Cuadro N° 33 Titulación de Complejometría, Valoración Níquel $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01 M frente a EDTA 0.01 M para la elaboración de las gráficas de Primera y Segunda derivada.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Complejometría	Níquel vrs. EDTA	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M	EDTA 0.01 M

Se muestran en las figuras N° 37 y 38 las gráficas de la Primera y Segunda derivada de la titulación de Complejometría (Níquel vrs EDTA) obtenidas a partir de los resultados obtenidos de la hoja de cálculo Excel.

Se utilizaron las columnas de la hoja de cálculo que están sombreadas de color oscuro las cuales se muestran detalladas en el objetivo anterior.

Los datos a graficar corresponden a Volumen titulante añadido, Primera deriva y segunda deriva de la titulación de Complejometría (Níquel vrs EDTA).

**PRIMERA DERIVADA DE TITULACION COMPLEJOMETRICA Ni(NO₃).6H₂O 0.01M
vrs. EDTA 0.01 M**

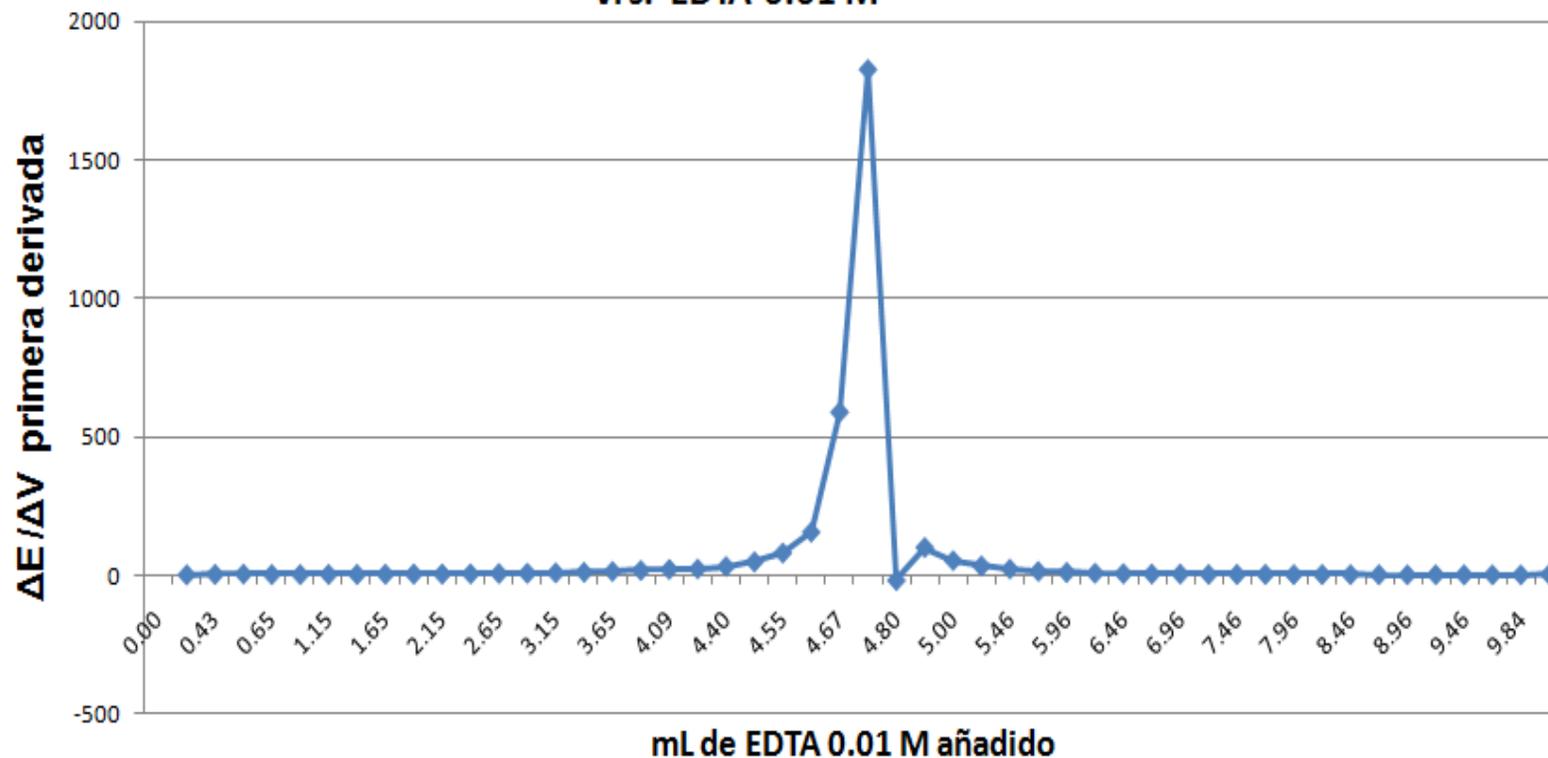


Figura N° 37. Grafico de la Primera Derivada de la Titulación de Complejometría: Ni(NO₃).6H₂O 0.01 M frente a EDTA 0.01 M obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel

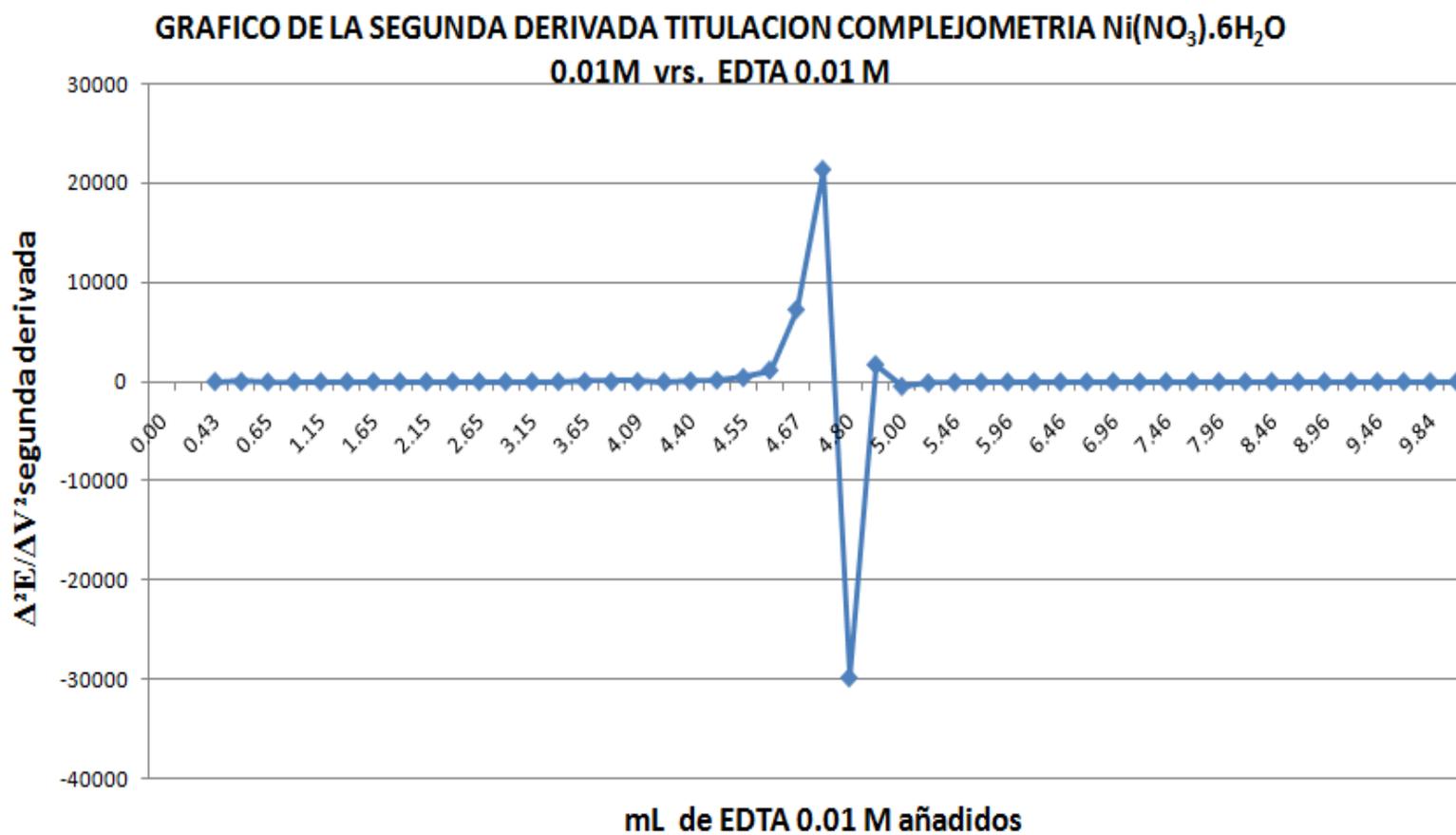


Figura N° 38. Grafico de la Segunda Derivada de la Titulación por Complejometria: Ni(NO₃).6H₂O 0.01 M frente a EDTA 0.01 M obtenida a partir de la hoja de cálculo Excel

Al obtener las graficas correspondientes a la Primera y Segunda derivada, se puede determinar al observarlas, el punto final de la titulación.

Para la gráfica de la Primera derivada se observa un máximo que corresponde al punto de inflexión, el cual indica el punto final de la titulación. Para la grafica de la Segunda derivada se observa un cambio de signos en el punto de inflexión, el cual indica el punto final de la titulación.

Para determinar con exactitud el punto final de la titulación se toma el punto de intersección de la curva de la segunda derivada con el cero. Este punto puede ubicarse con bastante precisión en la gráfica.

Se presentan a continuación los gráficos de la Segunda derivada para cada titulación realizada de Acido-Base, Oxido – Reducción, Precipitación y Complejométrica.

Se muestra por cada titulación, la grafica de la Segunda derivada y la indicación del punto final exacto determinado por la intersección de la grafica con el cero.

Experimento N° 1

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Fuerte – Base Fuerte

Valoración HCl (Soln. muestra) 0.1N frente a NaOH 0.1N (Soln. estandarizada)

Cuadro N°34. Titulación Acido Fuerte – Base Fuerte : HCl 0.1N frente a NaOH 0.1N para la determinación de punto final exacto.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Neutralización	Acido fuerte- Base fuerte	HCl 0.1 N	NaOH 0.1 N

Luego de obtener la gráfica de la Segunda derivada de la titulación Acido fuerte - base fuerte se puede observar claramente el punto final exacto de la titulación indicándose con la intersección de la gráfica con el cero.

En el gráfico se marca el punto final exacto con ayuda de un cuadro indicativo en el cual se muestra qué el volumen adicionado de titulante con el cual se obtuvo el punto final de esta titulación es 26.1 mL

En la figura N° 39 se muestra el punto final exacto de la Titulación Acido – Base fuerte.

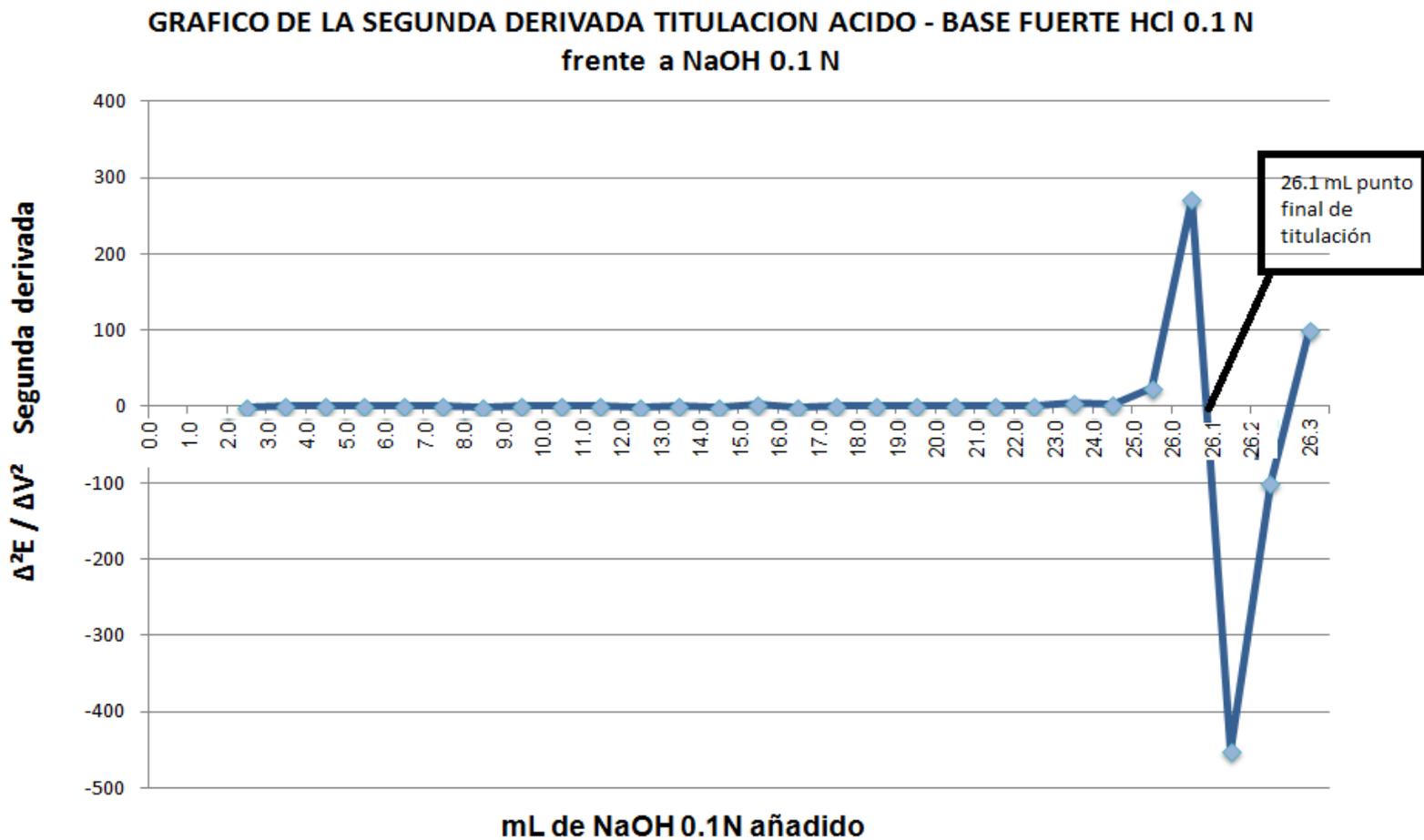


Figura N° 39. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Acido fuerte – Base fuerte: HCl 0.1N frente a NaOH 0.1N en la cual se muestra con exactitud el punto final.

Experimento N° 2

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Débil – Base Fuerte

Valoración CH_3COOH (Soln. muestra) 0.1N frente a NaOH 0.1N (Soln. estandarizada)

Cuadro N° 35. Titulación Acido Débil – Base Fuerte CH_3COOH 0.1 N frente a NaOH 0.1 N para la determinación de punto final exacto.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Neutralización	Acido débil- Base fuerte	CH_3COOH 0.1 N	NaOH 0.1 N

Luego de obtener la gráfica de la Segunda derivada de la titulación Acido débil - base fuerte se puede observar claramente el punto final exacto de la titulación indicándose con la intersección de la gráfica con el cero.

En el gráfico se marca el punto final exacto con ayuda de un cuadro indicativo en el cual se muestra qué el volumen adicionado de titulante con el cual se obtuvo el punto final de esta titulación es 27.7 mL

En la figura N° 40 se muestra el punto final exacto de la Titulación:

Acido débil – Base fuerte

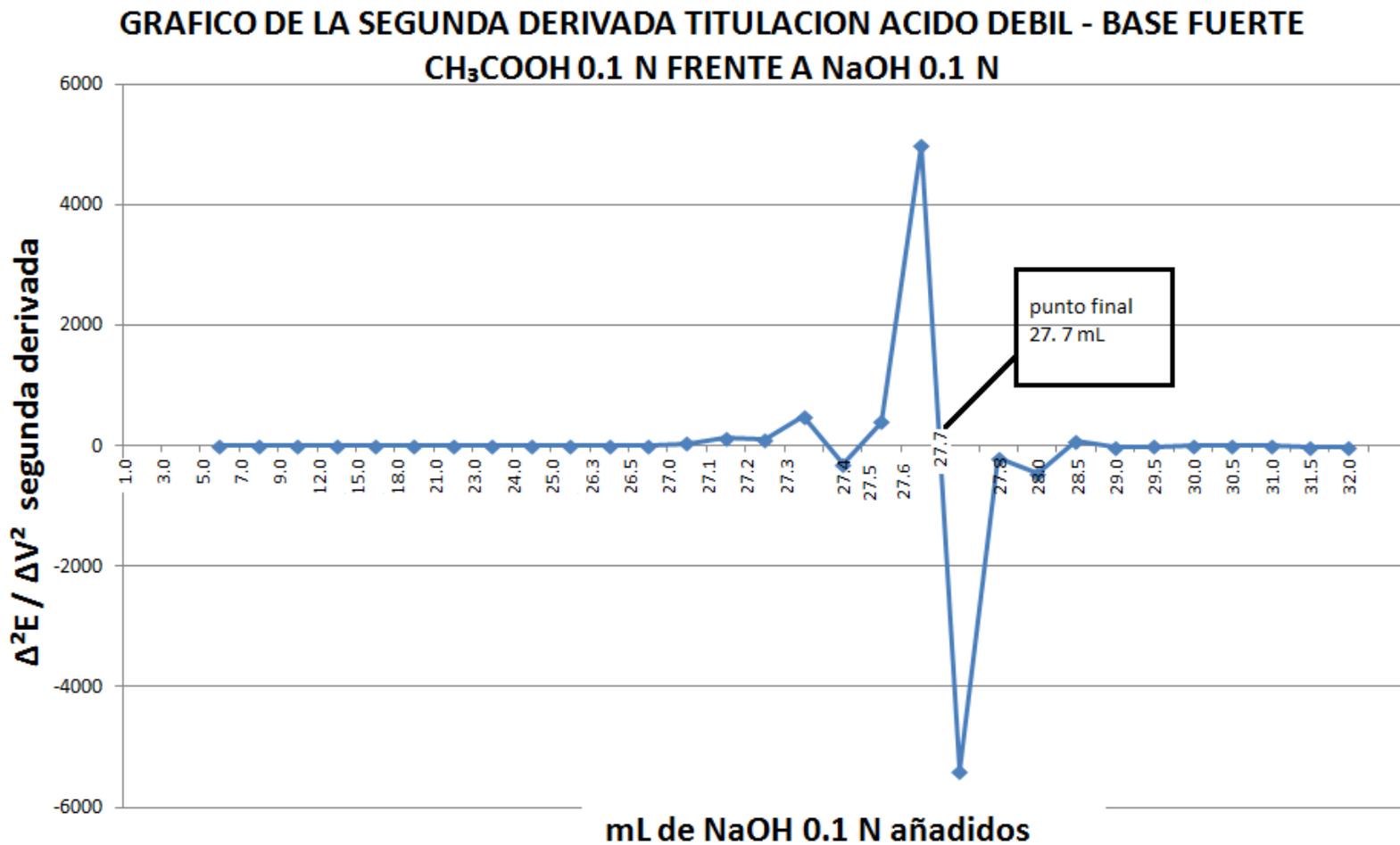


Figura N° 40. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Acido débil – Base fuerte: CH₃COOH 0.1 N frente a NaOH 0.1 N en la cual se muestra con exactitud el punto final

Experimento N° 3
 Volumetría por Oxido-Reducción (Redox)
 Yodometría

Valoración de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1N (Solución muestra) 0.1 N frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N
 (Solución estandarizada)

Cuadro N° 36. Titulación Oxido – Reducción (Yodometría) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 N
 frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N para la determinación de
 punto final exacto.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Redox	Yodometría	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.1N	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N

Luego de obtener la gráfica de la Segunda derivada de la titulación Oxido -
 reducción (Yodometría) se puede observar claramente el punto final exacto de
 la titulación indicándose con la intersección de la gráfica con el cero.

En el gráfico se marca el punto final exacto con ayuda de un cuadro indicativo
 en el cual se muestra qué el volumen adicionado de titulante con el cual se
 obtuvo el punto final de esta titulación es 10.58 mL

En la figura N° 41 se muestra el punto final exacto de la Titulación titulación
 Oxido - reducción (Yodometría)

GRAFICO DE LA SEGUNDA DERIVADA OXIDO - REDUCCION
Cu(NO₃)₂ 0.1 N vs. Na₂S₂O₃ 0.1 N

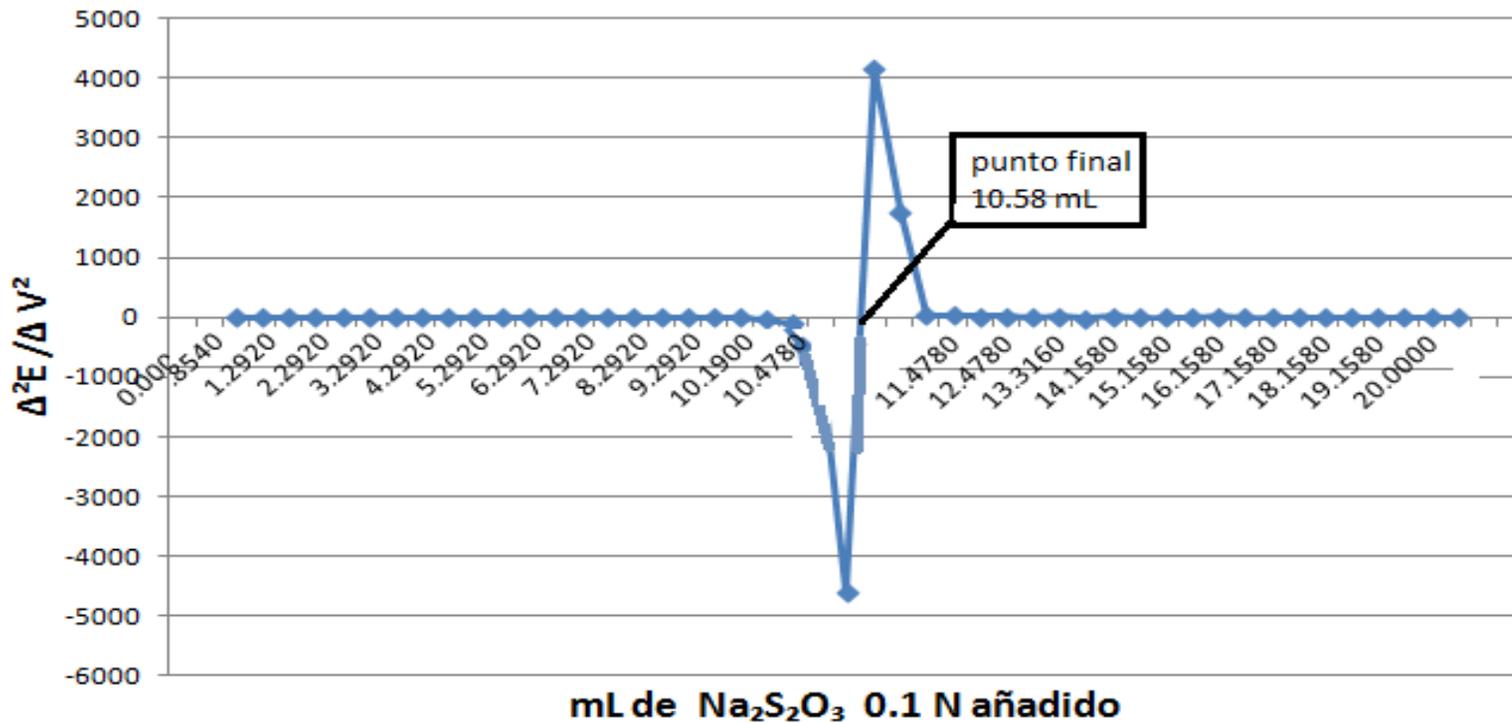


Figura N° 41. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Oxido-Reducción Cu(NO₃)₂ 0.1 N frente a Na₂S₂O₃ 5H₂O 0.1 N en la cual se muestra con exactitud el punto final

Experimento N° 4

Volumetría Por Oxido-Reducción (Redox).

Permanganometría.

Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Solución Muestra) 0.1 N Frente a KMnO_4 0.1 N (Solución Estandarizada).

Cuadro N°37. Titulación Oxido Reducción (Permanganometría) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N Frente a KMnO_4 0.1 N para la determinación de punto final exacto.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Redox	Permanganometría	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N	KMnO_4 0.1 N

Luego de obtener la gráfica de la Segunda derivada de la titulación Oxido - reducción (Permanganometría) se puede observar claramente el punto final exacto de la titulación indicándose con la intersección de la gráfica con el cero.

En el gráfico se marca el punto final exacto con ayuda de un cuadro indicativo en el cual se muestra qué el volumen adicionado de titulante con el cual se obtuvo el punto final de esta titulación es 4.5 mL

En la figura N° 42 se muestra el punto final exacto de la Titulación óxido - reducción (Permanganometría)

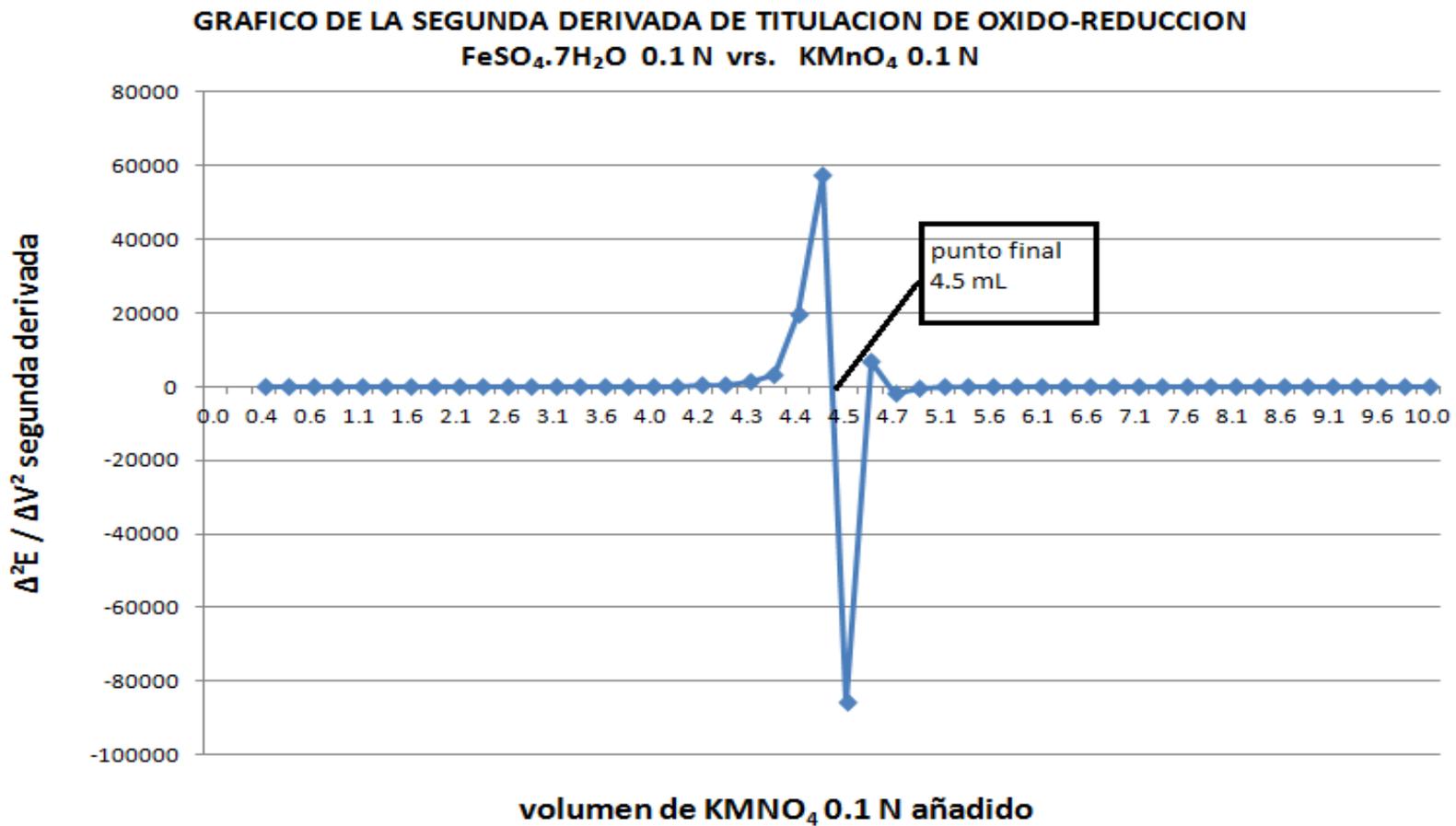


Figura N° 42. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Oxido-Reducción: (Permanganometria) FeSO₄.7H₂O 0.1 N Frente a KMnO₄ 0.1 N en la cual se muestra con exactitud el punto final

Experimento N° 5

Volumetría por Precipitación

Argentometría

Valoración de KCl 0.01N (Solución Muestra) frente a AgNO₃ 0.01N (Solución estandarizada)

Cuadro N°38. Titulación por Precipitación (Argentometría) KCl 0.01 N frente a AgNO₃ 0.01 N para la determinación del punto final exacto.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Precipitación	Argentometría	KCl 0.01N	AgNO ₃ 0.01N

Luego de obtener la gráfica de la Segunda derivada de la titulación de Precipitación (Argentometría) se puede observar claramente el punto final exacto de la titulación indicándose con la intersección de la gráfica con el cero.

En el gráfico se marca el punto final exacto con ayuda de un cuadro indicativo en el cual se muestra qué el volumen adicionado de titulante con el cual se obtuvo el punto final de esta titulación es 4.95 mL

En la figura N° 43 se muestra el punto final exacto de la Titulación de Precipitación (Argentometría)

**GRAFICO DE LA SEGUNDA DERIVADA DE TITULACION DE PRECIPITACION
KCl 0.01 N vs. AgNO₃ 0.01 N**

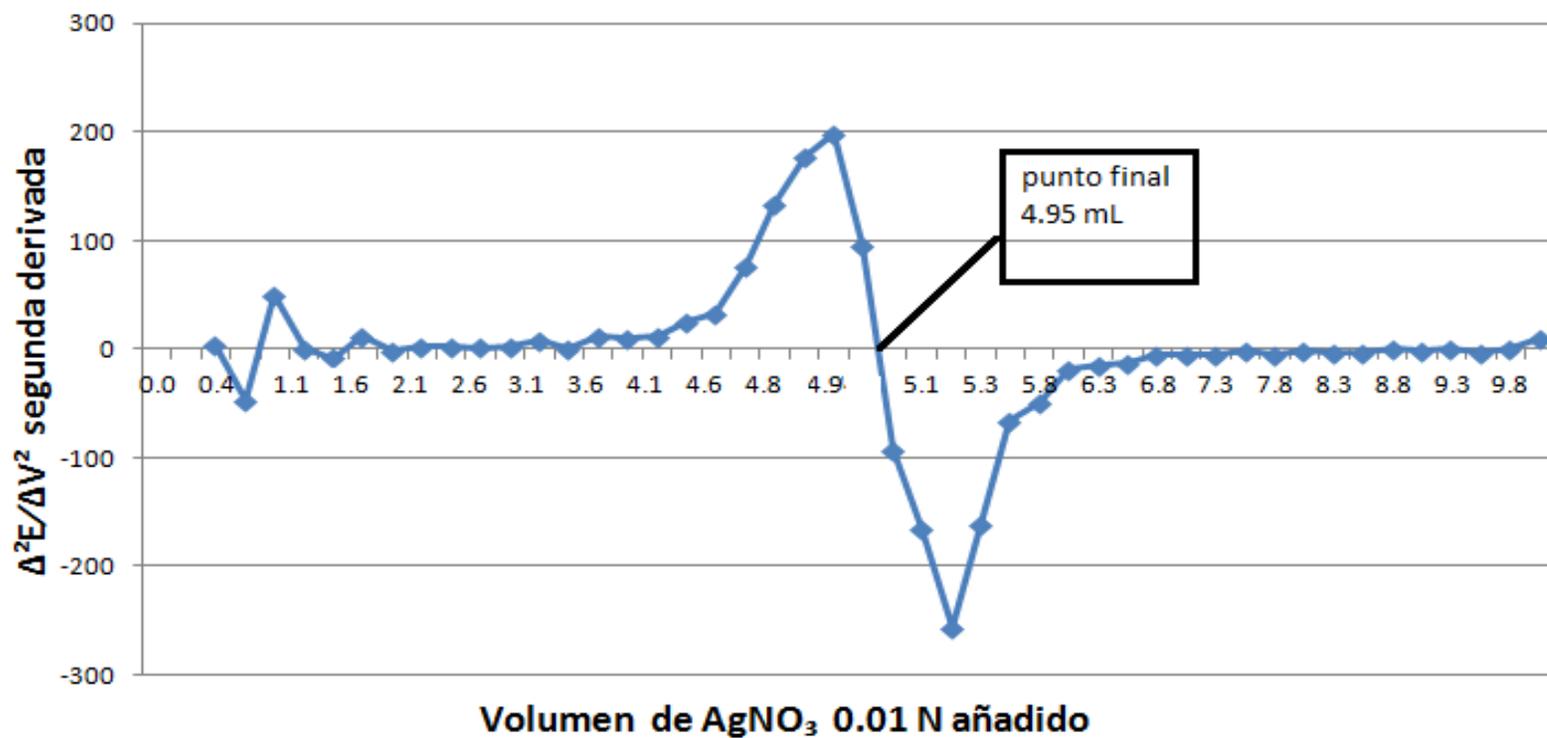


Figura N° 43. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación Precipitación (Argentometría): KCl 0.01 N frente a AgNO₃ 0.01 N en la cual se muestra con exactitud el punto final

Experimento N° 6

Volumetría de Complejometría

Valoración Níquel - EDTA

Valoración de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M (Solución muestra) frente a EDTA 0.01M (Solución estandarizada).

Cuadro N°39. Titulación de Complejometría $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M frente a EDTA 0.01 M para la determinación del punto final exacto.

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada
Complejometría	Níquel vrs. EDTA	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M	EDTA 0.01 M

Luego de obtener la gráfica de la Segunda derivada de la titulación de Complejometría (Nitrato de Níquel vrs EDTA) se puede observar claramente el punto final exacto de la titulación indicándose con la intersección de la gráfica con el cero.

En el gráfico se marca el punto final exacto con ayuda de un cuadro indicativo en el cual se muestra qué el volumen adicionado de titulante con el cual se obtuvo el punto final de esta titulación es 5.06 mL

En la figura N° 44 se muestra el punto final exacto de la Titulación de Complejometría (Nitrato de Níquel vrs EDTA)

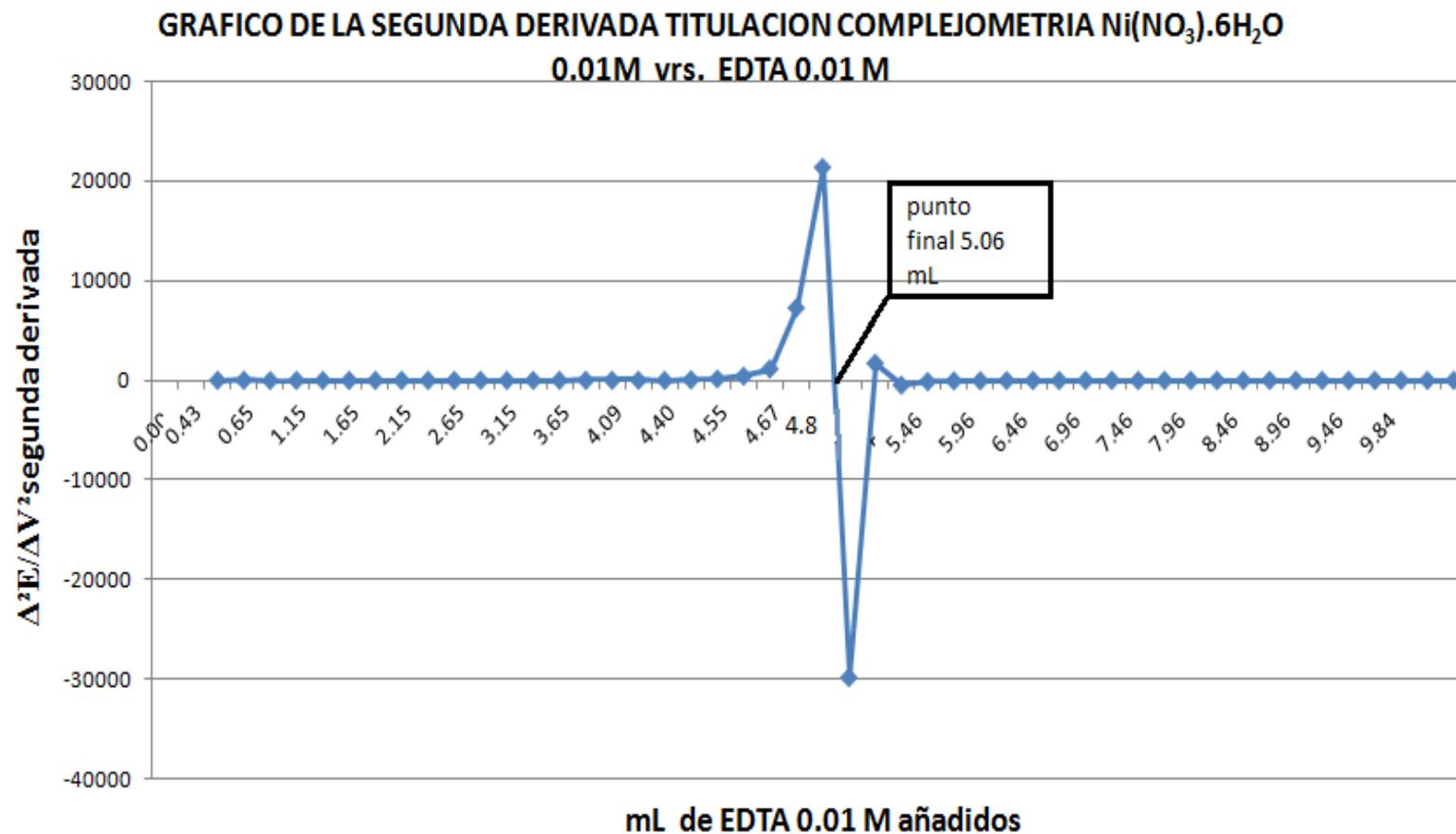


Figura N°44. Representación grafica de la Segunda derivada de la titulación de Complejometría :
Ni(NO₃).6H₂O 0.01M frente a EDTA 0.01 M en la cual se muestra con exactitud el punto final.

CAPITULO VI
CONCLUSIONES

6.0 CONCLUSIONES

1. En la encuesta realizada a los alumnos de la Facultad de Química y Farmacia en el periodo que comprende de Enero a Febrero de 2011, se concluyó que en general tienen poco conocimiento del Método Potenciométrico, lo cual se evidenció al momento de responder los diferentes ítems de la encuesta.
2. Se construyeron las gráficas de la Primera y Segunda Derivada de las titulaciones realizadas para la determinación del punto final exacto. Los alumnos encuestados manifestaron no haber utilizado los conceptos de Primera y Segunda Derivada en titulaciones potenciométricas, sino aplicados en otras diversas cátedras. Con ello se demuestra que la Primera y Segunda derivada tienen un amplio campo de aplicación en la determinación exacta de valores finales de análisis.
3. A las 6 titulaciones realizadas se les aplicó el Método Potenciométrico, obteniendo datos de voltaje (mV) luego de cada adición de solución titulante (mL). Con éste método se omite la utilización de indicadores químicos, por lo que se obtienen datos más confiables que los que se obtendrían al utilizar indicadores, por no estar implícito la subjetividad en la percepción del color en el punto final.

4. Para realizar las Titulaciones Potenciométricas, se requiere de electrodos selectivos especializados para cada tipo de reacción que se lleva a cabo. Se debe realizar de manera correcta la calibración de los electrodos selectivos a utilizar, que son los sensores de las variaciones de voltaje que se llevan a cabo en la titulación luego de cada adición del titulante, para determinar de una manera exacta el punto final de la titulación.

5. La importancia de este método, es la obtención de manera rápida y sencilla del punto final exacto de las titulaciones, a partir de la aplicación de fórmulas introducidas en la hoja de cálculo Excel, en donde se obtienen los valores de la Primera y Segunda derivada, con los cuales se determina exactamente el punto final de la titulación.

6. La gráfica de la Primera Derivada refleja un cambio de potencial por volumen unitario del valorante, lo que produce una curva con un máximo que corresponde al punto de inflexión, y al construir la gráfica de la Segunda Derivada, éste punto de inflexión es el punto que cruza en el cero y es considerado como punto final exacto de la titulación.

7. Ambas gráficas son consideradas útiles para la determinación del punto final en una titulación potenciométrica, sin embargo, la grafica de la Segunda Derivada es por excelencia la que presenta mayor exactitud en la determinación de este punto. Es por ello que el punto final de las 6 titulaciones trabajadas se presenta en la gráfica de la Segunda derivada. Representa más confiabilidad y exactitud.

8. La obtención de graficas de titulación de Primera y Segunda derivada utilizando la hoja de cálculo Excel es un método efectivo , rápido y confiable para obtener el punto final de una titulación potenciométrica, el cual se obtiene por método matemático y no por la detección de color como se haría con el uso de indicadores.

CAPITULO VII
RECOMENDACIONES

7.0 RECOMENDACIONES

1. Gestionar la implementación de métodos y equipos modernos de análisis en las temáticas impartidas a los estudiantes de la Facultad de Química y Farmacia así como el desarrollado en este trabajo, por la exactitud, precisión y rapidez con la que se reportan los resultados de los análisis.
2. Implementar en las temáticas de la cátedra de Química Analítica, una práctica de Titulación Potenciométrica, para dar a conocer lo útil y eficiente de éste método, facilitando la determinación del punto final de una titulación.
3. Emplear hábitos de buenas prácticas de laboratorio, como es la calibración del equipo, la ambientación de los electrodos, calidad de agua y reactivos, tipo de cristalería a utilizar y la correcta preparación de los reactivos, para garantizar la confiabilidad de los resultados obtenidos.
4. Regular previamente el pH de la solución de muestra antes de iniciar la titulación donde está involucrado un agente complejante como EDTA, es de mucha importancia, permitiendo la estabilización del quelato formado y la confiabilidad de la lectura de potencial reportado.

5. Realizar la adición a la solución muestra de aproximadamente 1 gramo de yoduro de potasio en titulaciones de Oxido – Reducción (Yodometría) la que permite la formación del complejo de adsorción en la reacción, sin lo cual no sería posible la estabilización del potencial en la titulación.
6. Realizar los análisis de las titulaciones por triplicado, y utilizar el promedio de los valores reportados, para asegurar la reproducibilidad de los datos reportados, y garantizar la exactitud del punto final en la titulación.
7. Emplear en resultados de análisis hojas de cálculo Excel para la introducción de fórmulas que nos permitan obtener de manera rápida y sencilla, la primera y segunda derivada de una titulación y, por consiguiente, determinar de manera exacta el punto final de una titulación.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

1. Benítez López T. Obtención de indicadores Acido-base a ser utilizados en valoraciones de medio acuoso y no acuoso a partir de *Bixa Orellana* (Achiote) e *Indigofera suffuticosa* mil (Añil). [Tesis]. San Salvador, Universidad de El Salvador; 2008.
2. Bonilla, Gildaberto. Estadística I, Elementos de estadística descriptiva y probabilidad. San Salvador: UCA editores, 2001 (8° ed). p. 57-77, 239-255.
3. Chang, R. Química. 7ª ed. D.F., México: McGraw-Hill Interamericana; 2003. p. 135, 603, 661-668.
4. Complejométrica con EDTA Ensayos Métodos con Titriplex [Darmstadt]. Alemania. 1982. p. 50-51.
5. Dubón Urbina Alicia,, Guadron Adela Ivette Determinación Cuantitativa de Elementos Presentes en Sales inorgánicas por métodos complejométricos no oficiales. [Tesis]. San Salvador, Universidad de El Salvador; 2009

6. Franco Baires Gerson, Meléndez Ramirez Esther. Guía práctica de preparación de reactivos de uso frecuente en el análisis. [Tesis]. San Salvador, Universidad de El Salvador; 2007. p. 42,46-47,64-65,69,76.
7. Gallegos Carcamo Jessica, Mena Alvarado Anabel. Propuesta de actualización de una guía de prácticas de laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo. [Tesis]. San Salvador, Universidad de El Salvador; 2009. p. 30-33,43-52,80-95
8. Herrera Cornejo Jeackeline;, López Maravilla Oscar .. Obtención de un indicador vegetal Acido-Base a partir de las especies: *Tecoma stans* (San Andrés) y *Jacaranda mimosifolia* (Jacaranda). [Tesis]. San Salvador, Universidad de El Salvador; 2007. p.28-34, 56.57
9. Manual de Química Analítica II, Cátedra de Química Analítica II. San Salvador, 2005. p.13-70
10. Manual de Usuario de Titulador Mettler Toledo modelo dl53.GmbH Analytical Toledo, Suiza. 2004

11. Morales Rodas Claudia, Pérez Umaña Evelyn, Vega Claros Liena. .
2005. Obtención de indicadores naturales Acido-Base a partir de pétalos de cuatro especies de flores. [Tesis]. San Salvador. Universidad de El Salvador. p. 24-25.

12. Skoog, D. Análisis Instrumental. D.F.: Nueva Editorial Interamericana S.A de C.V. 1984 (2ª ed. en español). p. 562-596

13. Skoog D. Fundamentos de Química Analítica. D.F.: Editorial Thompson, 2005.(2º ed). p. 342, 357, 457-458, 466, 486, 569, 632-635

14. United States Pharmacopeial Convention Inc. The United States Pharmacopeial [CD-ROM]. 30va ed. USA. 2007.

GLOSARIO

GLOSARIO ⁽²⁾ ⁽⁵⁾ ⁽⁸⁾ ⁽⁹⁾

- **Acido:** Sustancia que libera iones hidrogeno (H^+).
- **Acido de Brönsted-Lowry:** Sustancia capaz de donar un protón.
- **Acido de Lewis:** Sustancia capaz de aceptar un par de electrones.
- **Acido fuerte:** Electrolito fuerte que se ioniza por completo en agua.
- **Acido débil:** Acido con baja ionización en agua.
- **Análisis cuantitativo:** Determinación de las cantidades de sustancias presentes en una muestra.
- **Anión:** Ión con carga global negativa.
- **Base:** Sustancia que libera iones hidroxilo (OH^-), cuando se disuelve en agua.
- **Base de Brönsted-Lowry:** Sustancia capaz de aceptar un protón.
- **Base de Lewis:** Sustancia capaz de donar un par de electrones.
- **Base débil:** Base con una baja ionización en el agua.

- **Base fuerte:** Electrolito fuerte que se ioniza por completo en agua.
- **Catión:** Ión con carga global positiva.
- **Constante de Disociación del ácido (Ka):** constante de equilibrio para la reacción de disociación de un ácido débil.
- **Ecuación de Henderson-Hasselbalch:** expresión que emplean los bioquímicos para calcular el pH de una disolución tampón: $\text{pH} = \text{pKa} + \log \left(\frac{C_{\text{Na}^+ \text{A}^-}}{C_{\text{H}^+ \text{A}}} \right)$ en donde: pKa es el logaritmo negativo de la constante de disociación del ácido.
- **Ecuación de Nernst:** Expresión que relaciona el potencial de semicelda E° , con las concentraciones de las formas oxidada y reducida de la sustancia.
- **Electrolito:** Sustancia que, cuando se disuelve en agua, produce una disolución capaz de conducir la electricidad.
- **Metátesis:** Deformación del coágulo formado en una titulación de precipitación, lo cual impediría la observación correcta del punto final en la reacción del analito con el indicador.
- **Número de Oxidación:** Aquella carga eléctrica que aparenta tener un átomo, un ión o molécula y que puede ser positivo o negativo.

- **Peso Equivalente:** Relación que existe entre el peso molecular y el número de electrones intercambiados.
- **Potenciometría:** Rama de la electroquímica que tiene que ver con la relación entre el potencial de una celda electroquímica y la concentración del contenido de la celda.
- **pH:** Logaritmo negativo de la concentración de iones hidrógeno.
- **Punto de Equivalencia:** Punto en una valoración donde la cantidad de valorante patrón añadido es química y cuantitativamente equivalente a la cantidad de analito que hay en la muestra.
- **Punto Final:** Cambio que se puede observar durante una valoración y que indica que la cantidad de valorante agregado es químicamente equivalente a la del analito presente en la muestra.
- **Titulación:** Adición gradual de una disolución de concentración exactamente conocida a otra disolución de concentración desconocida hasta que se completa la reacción química entre ellas.

ANEXOS

ANEXO N° 1

ENCUESTA UTILIZADA PARA RECOLECCION DE DATOS

ANEXO N° 1

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

Objetivo General:

Aplicar los conceptos básicos de Valoraciones Potenciométricas utilizando hoja de cálculo Excel.

Indicación:

Lee cada pregunta detenidamente antes de contestar coloca tu respuesta en el lugar indicado.

1. **¿Conoce usted sobre los Métodos Electroanalíticos?.**

2. **¿Sabe usted en qué consisten las Valoraciones Potenciométricas?**

3. **¿Cuáles cree que son las ventajas o desventajas de utilizar Valoraciones Potenciométricas?**

4. **En las Valoraciones Potenciométricas, ¿Tiene conocimiento si son empleados indicadores para la detección del punto final?**

5. **Conoce los diferentes tipos de Titulaciones Potenciométricas que existen, Menciónelas.**

a) _____

d) _____

b) _____

e) _____

c) _____

6. **¿Conoce la diferencia entre punto final y punto de equivalencia?**

Explique _____

7. **¿Conoce los tipos de electrodos utilizados en los diferentes tipos de Valoraciones Potenciométricas?**

Menciónelos _____

8. **Podría mencionar al menos una área de aplicación de los Análisis Potenciométrico o Valoraciones Potenciométricas.**

a) _____

c) _____

b) _____

d) _____

9. **¿Ha aplicado hojas de cálculo para determinar el punto final de una titulación?** _____

10. **¿Conoce la aplicación de la Primera y Segunda derivada en titulaciones potenciométricas?** _____.

ANEXO N° 2
CUADRO RESUMEN DE RESULTADOS
OBTENIDOS EN LA ENCUESTA

ANEXO N° 2

Cuadro N°40. Resumen de los resultados obtenidos en la encuesta realizada a alumnos de la Facultad de Química y Farmacia.

Pregunta	Respuesta	Cantidad	Porcentaje	
1. ¿Conoce usted sobre los Métodos Electroanalíticos?.	Si	33	66 %	
	No	17	34 %	
2. ¿Sabe usted en qué consisten las Valoraciones Potenciométricas?	Si	31	62 %	
	No	19	38 %	
3. ¿Cuáles cree que son las ventajas o desventajas de utilizar Valoraciones Potenciométricas?	V E N T A J A S	Rapidez en el análisis	16	32%
		Más Exacto	28	56%
		No sabe	6	12%
	D E S V E N T A J A S	Alto costo	19	38%
		Mala calibración del equipo	5	10%
		No sabe	26	52%
4. En las Valoraciones Potenciométricas, ¿Tiene conocimiento si son empleados indicadores para la detección del punto final?	Si	22	44%	
	No	28	56%	

Cuadro N°40. (Continuación).

5. Conoce los diferentes tipos de Titulaciones Potenciométricas que existen, Menciónelas.	Acido-Base	22	44%
	Oxido-Reducción	15	30%
	Precipitación	9	18%
	Complejométrica	4	8%
6. ¿Conoce la diferencia entre punto final y punto de equivalencia?	Si	50	100%
	No	0	0%
7. ¿Conoce los tipos de electrodos utilizados en los diferentes tipos de Valoraciones Potenciométricas?	Si	3	6%
	No	47	94%
8. Podría mencionar al menos una área de aplicación de los Análisis Potenciométrico o Valoraciones Potenciométricas.	Análisis de Agua	17	34%
	Análisis de alimentos	13	26%
	Cuantificación de elementos	15	30%
	No sabe	5	10%
9. ¿Ha aplicado hojas de cálculo para determinar el punto final de una titulación?	Si	0	0%
	No	50	100%
10. ¿Conoce la aplicación de la Primera y Segunda derivada en titulaciones potenciométricas?	Si	0	0%
	No	50	100%

ANEXO Nº 3

LISTADO REACTIVOS A UTILIZAR

ANEXO N° 3

LISTADO REACTIVOS A UTILIZAR

- Acido acético glacial ACS 100% (líquido)
- Acido clorhídrico concentrado ACS 37% (líquido)
- Agua destilada (líquido)
- Almidón ACS (sólido)
- Carbonato de Calcio (sólido)
- Cloruro de magnesio ACS (sólido)
- Cloruro de Potasio ACS (sólido)
- Cloruro de Sodio ACS (sólido)
- Cloroformo ACS (líquido)
- Cobre metálico ACS (sólido)
- EDTA ACS (sólido)
- Ftalato acido de potasio ACS (sólido)
- Hidróxido de sodio en perlas ACS (sólido)
- Iodato de potasio ACS (sólido)
- Nitrato de cobre trihidrato ACS (sólido)
- Nitrato de níquel ACS (sólido)
- Nitrato de plata ACS (sólido)
- Oxalato de sodio ACS (sólido)

- Permanganato de potasio ACS (sólido)
- Sulfato de hierro heptahidratado ACS (sólido)
- Tiosulfato de sodio pentahidratado ACS (sólido)
- Urea ACS (sólido)
- Yodo metálico ACS (sólido)

ANEXO N° 4

**LISTADO DE CRISTALERIA, EQUIPO Y MATERIAL DE
LABORATORIO A UTILIZAR EN LA PREPARACION DE REACTIVOS**

ANEXO N° 4

LISTADO DE CRISTALERIA, EQUIPO Y MATERIAL DE LABORATORIO A UTILIZAR EN LA PREPARACION DE REACTIVOS

- Agitador de vidrio
- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Balón volumétrico 1000.0 mL
- Balón volumétrico 100.0 mL
- Balón volumétrico 250.0 mL
- Balón volumétrico 500.0 mL
- Baño maría
- Beaker 1000 mL
- Beaker 100 mL
- Beaker 250 mL
- Beaker 500 mL
- Beaker 50 mL
- Bureta volumétrica 50.0 mL
- Cámara extractora de gases
- Capsula de porcelana
- Desecador

- Espátulas de metal
- Estufa
- Frasco gotero
- Frascos ámbar de vidrio
- Frascos plásticos
- Hot plate con agitador magnético
- Magnetos
- Mettler Toledo DL53 (potenciómetro)
- Pipeta mohr 2 mL
- Pipeta mohr 5 mL
- Pipeta volumétrica 25.0 mL
- Pipeteador
- Pipeta plástica
- pHmetro METROHM-632
- Probeta 10 mL
- Probeta 25 mL
- Probeta 50 mL
- Probeta 500 mL
- Soporte universal con pinzas de sostén y extensión
- Termómetro
- Vidrio reloj pequeño

ANEXO Nº 5

PREPARACION DE AGUA LIBRE DE DIOXIDO DE CARBONO

ANEXO N° 5

PREPARACION DE AGUA LIBRE DE DIOXIDO DE CARBONO

(Agua Libre de CO₂) PARA PREPARAR 1 LITRO⁽⁹⁾

1. Agregar un poco más de 1000 mL de Agua destilada en un beaker de 1500 mL.
2. Colocar el beaker con el Agua destilada sobre el hot plate.
3. Calentar el agua hasta que ebulle, manteniendo la ebullición durante 5 min.
4. Una vez transcurran los 5 min, retirar del hot plate el beaker conteniendo el agua.
5. Taparlo, y dejar enfriar hasta temperatura ambiente. Evitando así, que el agua hervida absorba dióxido de carbono del ambiente.
6. Envasar en un frasco plástico de 1 litro, tapar y etiquetar.

Nota:

Debe de utilizarse en un tiempo máximo de 24 horas luego de su preparación, garantizando así la ausencia de CO₂.

ANEXO N° 6
EXPERIMENTO N° 1

ANEXO N° 6

EXPERIMENTO N° 1

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Fuerte – Base Fuerte

Valoración HCl 0.1N (Solución muestra) frente a NaOH 0.1N (Solución estandarizada)₍₉₎

Cuadro N° 41 Valoración de Experimento N° 1 Valoración HCl 0.1N (Solución muestra) frente a NaOH 0.1N (Solución estandarizada).

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada	Patrón Primario
Neutralización	Acido fuerte - Base fuerte	HCl 0.1N Acido Clorhídrico	NaOH 0.1N Hidróxido de Sodio	KHC ₈ H ₄ O 0.1N Ftalato acido de potasio

Preparación de Solución Valorante de Hidróxido de Sodio 0.1N₍₉₎₍₁₃₎

Datos:

$$\text{P.M. de NaOH} = 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$\text{Peq de NaOH} = \frac{40 \text{ g}}{1} = 40 \text{ g}$$

Gramos de NaOH necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.1N.

40 g de NaOH \rightarrow 1000.0 mL \rightarrow 1 N

x g de NaOH \rightarrow 1000.0 mL \rightarrow 0.1 N $x = 4.0$ g de NaOH

Gramos de NaOH necesarios para preparar 250.0 mL de solución 0.1N.

4.0 g de NaOH \rightarrow 0.1 N \rightarrow 1000.0 mL

x g de NaOH \rightarrow 0.1 N \rightarrow 250.0 mL $x = 1.0$ g NaOH

Procedimiento ⁽⁹⁾:

1. Pesar en un beaker de 50 mL, 1.0 g de NaOH en perlas, utilizando balanza granataria.
2. Agregar cuidadosamente 100 mL de agua libre de CO₂, agitar para disolver todo el NaOH, si no se disuelve agregar otra cantidad de agua libre de CO₂.
3. Transferir cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 250.0 mL, haciendo lavados al beaker para arrastrar toda la solución. Llevar a volumen, tapar y homogenizar.
4. Transferir a frasco plástico con tapón plástico y rotular.

Nota: la solución de Hidróxido de Sodio guardarla en frasco de plástico y tapón de plástico.

Preparación de la Solución de Estándar Primario Ftalato Acido de Potasio

0.1N_(g)

Datos:

P.M.de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} = 204.23$

$$\text{Peq de } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} = \frac{204.23\text{g}}{1} = 204.23$$

Gramos necesarios para preparar 1000.0 mL de solución de Ftalato Acido de Potasio 0.1N

204.23 g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 1 \text{ N}$

x g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N} \quad x=20.423 \text{ g de } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$

Gramos necesarios para preparar 250.0 mL de solución de Ftalato Acido de Potasio 0.1N

20.423 g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 1000.0 \text{ mL}$

x g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 100.0 \text{ mL} \quad X=2.0423 \text{ g de } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$

Procedimiento_(g):

1. Desechar en una estufa por 2 horas a 110°C , 3.0 g de Ftalato Acido de Potasio, luego dejar enfriar en desecador.
2. Pesar en balanza analítica sobre un vidrio de reloj pequeño, 2.0423 g de Ftalato Acido de Potasio.

3. Transferir el estándar a un beaker de 30 mL y agregar una pequeña cantidad de agua libre de CO₂, agitar hasta disolver.
4. Transferir cuantitativamente en un balón volumétrico de 100.0 mL, agregar 50 mL, de agua libre de CO₂, agitar circularmente para disolver todo el Ftalato Acido de Potasio, aforar a 100.0 mL con frasco lavador con el mismo solvente. Homogenizar y aforar.
5. Envasar en frasco de ámbar de vidrio y rotular.

Estandarización de Solución Valorante de NaOH 0.1 N, frente a Solución Estándar Primario de Ftalato Ácido de Potasio 0.1N_(g)

Datos:

Cálculos para encontrar la normalidad de NaOH:

g = Gramos de estándar utilizado (KHC₈H₄O)

V = mililitros de NaOH 0.1N gastados

N= Normalidad de NaOH

meq = miliequivalentes de (KHC₈H₄O)

Cálculos para determinar los miliequivalentes de Ftalato Acido de Potasio, que serán utilizados en la fórmula para determinar la Normalidad real_(g)

$$\text{Peq KHC}_8\text{H}_4\text{O} = \frac{204.23}{1} = 204.23$$

$$\text{meq KHC}_8\text{H}_4\text{O} = \frac{204.23}{1000.0 \text{ mL}} = 0.20423 \text{ g/mL}$$

Formula a utilizar₍₁₄₎:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{\text{g (KHC}_8\text{H}_4\text{O en alícuota tomada)}}{V(\text{mL})\text{NaOH gast x meq (KHC}_8\text{H}_4\text{O)}}$$

Procedimiento₍₉₎:

1. Llenar una bureta con la solución de NaOH 0.1N teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución preparada.
2. Agregar en un beaker 100 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de solución de Ftalato Ácido de Potasio 0.1N, teniendo el cuidado de ambientarla.
3. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto. Colocar el magneto dentro del beaker.
4. Titular lentamente dejando caer la solución de NaOH 0.1N, manteniendo agitación constante luego de cada adición. Utilizando Hot Plate con agitador magnético.
5. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.
6. Tabular los datos reportados en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

Luego de determinar el volumen en el punto final de la titulación, se procede a calcular la Normalidad Real de la solución valorante de NaOH 0.1N. Para lo cual se utilizará la siguiente fórmula⁽¹⁴⁾:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{\text{g (KHC}_8\text{H}_4\text{O en alícuota tomada)}}{V(\text{mL})\text{NaOH gast} \times \text{meq (KHC}_8\text{H}_4\text{O)}}$$

Preparación de Solución de Acido Clorhídrico 0.1N (Solución muestra)⁽³⁾

Datos:

Fórmula: HCl

Peso molecular HCl = 36.5 g/mol

Peso equivalente: 36.5 g

Densidad de HCl = 1.18 g/mL

Pureza de HCl = 37% p/p ACS.

Fórmula a Utilizar:

$$\text{Densidad} = \frac{\text{masa(g)}}{\text{volumen}}$$

$$\text{Volumen} = \frac{\text{masa(g)}}{\text{densidad}}$$

Cálculo para determinar los gramos de HCl puro a utilizar en fórmula de

Volumen

37.0 g HCl → 100 g de solución de Acido

36.5 g de HCl → x de solución de ácido

x = 98.6486 g de solución de ácido al 37% p/p

$$\text{Volumen} = \frac{\text{masa}}{\text{densidad}} = \frac{98.6486 \text{ g}}{1.18 \text{ g/mL}} = 83.60 \text{ mL de Sln de ácido al 37\% p/p}$$

Mililitros de HCL 37.0% para preparar 1000.0 mL de solución 0.1N

83.60 mL HCl al 37% p/p → 1000.0 mL → 1 N

x mL de HCl 37% p/p → 1000.0 mL → 0.1 N x=8.360 mL HCl 37% p/p

Mililitros de HCL 37.0% para preparar 250.0 mL de solución 0.1N

8.36 mL HCl al 37% p/p → 0.1N → 1000.0mL

x mL HCl al 37% p/p → 0.1N → 250.0mL x =2.10 mL HCl al 37% p/p

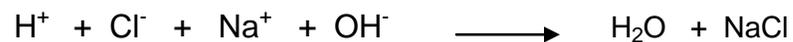
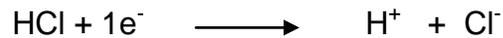
Procedimiento₍₉₎:

1. Medir 2.10 mL de HCl concentrado (37.0%) utilizando pipeta mohr de 5 mL y perilla. Realizar el proceso en una cámara de extracción de gases.
2. Medir 100 mL de agua destilada en beaker de 250 mL, luego colocarlo en un baño de agua fría para poder mezclarlo con los 2.10 mL de HCl concentrado, previamente medidos, teniendo precaución de que el ácido sea vertido con lentitud por las paredes del beaker conteniendo el agua.
3. Transferir a balón volumétrico de 250.0 mL la solución previamente homogenizada, lavando el beaker y agregándola al balón.
4. Luego aforar con agua destilada a temperatura ambiente.
5. Homogenizar, envasar en frasco de vidrio con tapón de baquelita y etiquetar.

Luego de realizar la preparación de la Solución estandarizada y de la Solución muestra, se procede a realizar la titulación Acido fuerte - Base fuerte, utilizando el Método Potenciométrico.

Determinación de la Concentración de Solución Muestra de HCl 0.1N frente a Solución Estandarizada de NaOH 0.1N₍₉₎

Reacciones que se llevan a cabo:



Procedimiento₍₉₎:

1. Llenar una bureta con la solución de NaOH 0.1N (Solución estandarizada) teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución.
2. Agregar en un beaker de 100 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de Solución muestra (HCl), teniendo el cuidado de ambientarla.
3. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto por la solución. Colocar el magneto dentro del beaker.

4. Titular lentamente dejando caer la solución de NaOH 0.1N, manteniendo agitación constante luego de cada adición, utilizando hot plate con agitador magnético.
5. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.
6. Realizar 2 valoraciones más.
7. Tabular los datos promedios reportados en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

ANEXO N° 7
EXPERIMENTO N° 2

ANEXO N° 7

EXPERIMENTO N° 2

Volumetría de Neutralización

Valoración Acido Débil – Base Fuerte

Valoración CH₃COOH 0.1N (Solución muestra) NaOH 0.1N (Solución estandarizada)⁽⁹⁾

Cuadro N° 42 Valoración de Experimento N° 2 Valoración CH₃COOH 0.1N (Solución muestra) frente a NaOH 0.1N (Solución estandarizada)

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada	Patrón Primario
Neutralización	Acido débil - Base fuerte	CH ₃ COOH 0.1N Acido Acético	NaOH 0.1N Hidróxido de Sodio	KHC ₈ H ₄ O 0.1N Ftalato acido de potasio

Preparación de Solución Valorante de Hidróxido de Sodio 0.1N⁽⁹⁾

Datos:

P.M. de NaOH = 40 g/mol

$$\text{Peq de NaOH} = \frac{40 \text{ g}}{1} = 40 \text{ g}$$

Gramos de NaOH necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.1N.

40 g NaOH → 1000.0 mL → 1 N

x g NaOH → 1000.0 mL → 0.1 N x=4.0 g NaOH

Gramos de NaOH necesarios para preparar 250.0 mL de solución 0.1N.

4.0 g NaOH → 0.1 N → 1000.0 mL

x g NaOH → 0.1 N → 250.0 mL x=1.0 g de NaOH

Procedimiento₍₉₎:

1. Pesar en un beaker de 50 mL, 1.0 g de NaOH en perlas, utilizando balanza granataria.
2. Agregar cuidadosamente 100 mL de agua libre de CO₂, agitar para disolver todo el NaOH, si no se disuelve agregar otra cantidad de agua libre de CO₂.
3. Transferir cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 250.0 mL, haciendo lavados al beaker para arrastrar toda la solución. Llevar a volumen, tapar y homogenizar.
4. Transferir a frasco plástico con tapón plástico y rotular.

Nota:

La solución de Hidróxido de Sodio guardarla en frasco de plástico y tapón de plástico.

Preparación de Solución Estándar Primario Ftalato Acido de Potasio 0.1N₍₉₎

Datos:

PM de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$ = 204.23 g/mol

$$\text{Peq de } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} = \frac{204.23 \text{ g}}{1} = 204.23 \text{ g/mol}$$

Gramos necesarios para preparar 1000.0 mL de solución de Ftalato Acido de Potasio 0.1N.

204.23 g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$ → 1000.0 mL → 1 N

$$x \text{ g } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N} \quad x = 20.423 \text{ g } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$$

Gramos necesarios para preparar 250.0 mL de solución de Ftalato Acido de Potasio 0.1N.

20.423 g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$ → 0.1 N → 1000.0 mL

$$x \text{ g } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O} \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 100.0 \text{ mL} \quad x = 2.0423 \text{ g } \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$$

Procedimiento₍₉₎:

1. Desecar en una estufa por 2 horas a 110°C, 3.0 g de Ftalato Acido de Potasio, luego dejar enfriar en desecador.
2. Pesar en balanza analítica sobre un vidrio de reloj pequeño, 2.0423 g de Ftalato Acido de Potasio.
3. Transferir el estándar a un beaker de 30 mL y agregar una pequeña cantidad de agua libre de CO_2 , agitar hasta disolver.

- Transferir cuantitativamente en un balón volumétrico de 100.0 mL, agregar 50 mL, de agua libre de CO₂, agitar circularmente para disolver todo el Ftalato Acido de Potasio, aforar a 100.0 mL con frasco lavador con el mismo solvente. Homogenizar y aforar.
- Envasar en frasco de ámbar de vidrio y rotular.

Estandarización de Solución Valorante de NaOH 0.1N, frente a Solución Estándar Primario de Ftalato Ácido de Potasio 0.1N_(g)

Datos:

Cálculos para encontrar la normalidad de NaOH:

g = Gramos de estándar utilizado (KHC₈H₄O)

V = mililitros de NaOH 0.1N gastados

N= Normalidad de NaOH

meq = miliequivalentes de (KHC₈H₄O)

Cálculos para determinar los miliequivalentes de Ftalato Acido de Potasio, que serán utilizados en la fórmula para determinar la Normalidad real_(g)

$$\text{Peq KHC}_8\text{H}_4\text{O} = \frac{204.23 \text{ g}}{1} = 204.23\text{g}$$

$$\text{meq KHC}_8\text{H}_4\text{O} = \frac{204.23 \text{ g}}{1000 \text{ mL}} = 0.20423 \text{ g/ml}$$

Formula a utilizar₍₁₄₎:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{\text{g (KHC}_8\text{H}_4\text{O en alícuota tomada)}}{V(\text{mL})\text{NaOH gast x meq (KHC}_8\text{H}_4\text{O)}}$$

Procedimiento₍₉₎:

1. Llenar una bureta con la solución de NaOH 0.1N teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución preparada.
2. Agregar en un beaker 100 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de solución de Ftalato Ácido de Potasio 0.1N, teniendo el cuidado de ambientarla.
3. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto. Colocar el magneto dentro del beaker.
4. Titular lentamente dejando caer la solución de NaOH 0.1N, manteniendo agitación constante luego de cada adición. Utilizando Hot Plate con agitador magnético.
5. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.
6. Tabular los datos reportados en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

Cálculos

Mililitros de CH_3COOH 99.8% para preparar 1000.0 mL de solución 0.1N

57.5 mL CH_3COOH solución al 99.8% \rightarrow 1000.0 mL \rightarrow 1N

x mL de CH_3COOH solución al 99.8% \rightarrow 1000.0 mL \rightarrow 0.1 N

x=5.75 mL de solución al 99.8 % p/p

Mililitros de CH_3COOH 99.8 % para preparar 250.0 mL de solución 0.1N

57.5 mL CH_3COOH 99.8% \rightarrow 0.1 N \rightarrow 1000.0 mL

x mL CH_3COOH 99.8% \rightarrow 0.1 N \rightarrow 250.0 mL

x = 1.44 mL CH_3COOH solución al 99.8% p/p

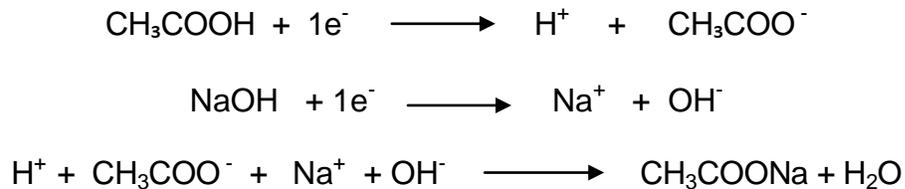
Procedimiento₍₉₎:

1. En un balón volumétrico de 250.0 mL agregar 100 mL de agua destilada, adicionar con una pipeta morh 1.44 mL de Acido Acético Glacial. (en cámara de extracción de gases).
2. Agitar y luego diluir hasta llevar a volumen con agua destilada a temperatura ambiente. (en cámara de extracción de gases).
3. Homogenizar, envasar en frasco de vidrio, rotular.

Luego realizar la preparación de la Solución estandarizada y la Solución muestra, se procede a realizar la titulación Acido débil - Base fuerte, utilizando el Método Potenciométrico.

**Determinación de la Concentración de Solución Muestra de CH₃COOH
0.1N frente a Solución Estandarizada de NaOH 0.1N**

Reacción que se llevan a cabo ⁽³⁾⁽¹³⁾:



Procedimiento⁽⁹⁾:

1. Llenar una bureta con la solución de NaOH 0.1N (Solución estandarizada) teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución.
2. Agregar en un beaker de 250 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de Solución muestra (CH₃COOH), teniendo el cuidado de ambientarla.
3. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto por la solución. Colocar el magneto dentro del beaker.
4. Titular lentamente dejando caer la solución de NaOH 0.1N, manteniendo agitación constante luego de cada adición, utilizando hot plate con agitador magnético.
5. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.
6. Realizar 2 valoraciones más.

7. Tabular los datos promedios reportados en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

ANEXO N° 8
EXPERIMENTO N° 3

ANEXO N° 8

EXPERIMENTO N° 3

Volumetría por Oxido-Reducción (Redox)

Yodometría

Valoración de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 0.1N (Solución muestra) frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N (Solución estandarizada)⁽⁹⁾

Cuadro N°43. Valoración de Experimento N° 3. Valoración de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 0.1N (Solución muestra) frente a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N (Solución estandarizada)

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada	Patrón Primario
Redox	Yodometría	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 0.1N Nitrato de Cobre	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1N Tiosulfato de Sodio	Cu^0 Cobre metálico

Preparación de Solución Tiosulfato de Sodio 0.1N (Solución valorada)⁽⁹⁾

Nota:

Es necesario hervir el agua antes de su uso, ya que el CO_2 descompone el Tiosulfato a Bisulfito y azufre. Si la solución debe conservarse más de un día, agregar 1 mL de cloroformo o 0.01g de yoduro mercúrico como estabilizante de la solución.

Datos:

Fórmula de Tiosulfato de Sodio: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Peso Molecular de Tiosulfato de Sodio = 248.17g/mol

$$\text{Peq de } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{peso molecular}}{e^-} = \frac{248.17 \text{ g/mol}}{1} = 248.17 \text{ g}$$

Gramos de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ necesarios para preparar 1000.0 mL de solución

0.1N

248.17 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ → 1000.0 mL → 1.0 N

x g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ → 1000.0 mL → 0.1 N

$$x = 24.817 \text{ g } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

Gramos de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ necesarios para preparar 250.0 mL de solución

0.1N

24.817 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ → 0.1 N → 1000.0 mL

x g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ → 0.1 N → 250.0 mL

$$x = 6.204 \text{ g } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

Procedimiento₍₉₎:

1. Pesar en balanza analítica 6.204 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
2. Disolver el sólido con aproximadamente 50 mL de agua libre de CO_2 .
3. Si la solución debe conservarse más de un día, agregar 1 mL de cloroformo ó 0.01 g de yoduro mercúrico como estabilizantes de la solución.

4. Transferir la solución a balón volumétrico de 250.0 mL y hacer lavados para arrastrar totalmente la solución. Llevar a volumen con el mismo solvente. Homogenizar.
5. Envasar en un frasco de plástico con tapón de baquelita y rotular.

Preparación de solución estándar primario de Cobre metálico 0.1N

Fórmula de Cobre: Cu^0

Peso molecular del Cobre = 63.54 g/mol

Peq Cobre = 63.5 g

Gramos de Cobre metálico necesarios para preparar 1000.0mL de solución

0.1N

63.5 g $\text{Cu}^0 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 1.0 \text{ N}$

$x \text{ g Cu}^0 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N} \quad x=6.35 \text{ g Cu}^0$

Gramos de Cobre metálico necesarios para preparar 100.0mL de solución

0.1N

6.35 g $\text{Cu}^0 \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 1000.0 \text{ mL}$

$x \text{ g Cu}^0 \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 100.0 \text{ mL} \quad x=0.635 \text{ g Cu}^0$

Procedimiento:

1. Pesar en balanza analítica 0.635 gramos de cobre metálico y disolver en 3 mL de Acido Nítrico concentrado, contenidos en un beaker de 150 mL.

2. Diluir la mezcla hasta un volumen de 25.mL de agua. Calentar a ebullición, agregar un gramo de Urea y hervir nuevamente la solución durante 1-2 minutos.
3. La urea elimina totalmente el Acido Nítrico y los Óxidos de Nitrógeno que interfieren en la determinación.
4. Enfriar la solución y lentamente, agregar gota a gota solución de NaOH 1N, hasta que se forme un escaso precipitado permanente de hidróxido cúprico. Agregar 5.mL de ácido acético a la solución casi neutra.
5. Agregar cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 100.0mL aforar hasta la marca con agua destilada y homogenizar envasar en un recipiente bien cerrado y rotular.

Preparación de Solución de Almidón al 1%. (Solución de adsorción)⁽⁹⁾

1. Calentar en Hot-Plate en beaker de 250.mL, aproximadamente 150.mL de agua destilada hasta ebullición.
2. Pesar exactamente en balanza granataria sobre un vidrio de reloj 1 gramo de almidón
3. Transferir el almidón pesado, a un beaker de 50 mL, añadir una pequeña cantidad de agua destilada y agregar con agitación continua a 100 mL de agua en ebullición. Hervir durante 1 minuto, dejar enfriar y homogenizar.
4. Transferir la solución a un frasco de vidrio, rotular y mantenerla cerrada.

Estandarización de Solución de Tiosulfato de Sodio 0.1 N frente a solución estándar de Cobre 0.1N₍₉₎

Fórmula a utilizar₍₉₎:

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{\text{gramos de Cu}^0 \text{ (en alícuota tomada)}}{V \text{ (mL de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ gastado)} \times \text{Meq Cu}^0}$$

Procedimiento₍₉₎:

1. Llenar una bureta con solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N.
2. Agregar en un beaker de 100 mL con pipeta volumétrica, 25.0 mL de solución de Cobre 0.1N.
3. Agregar 1 g de KIO₃ y 2 mL de Solución de Almidón al 1%. (para la formación de complejo de adsorción de color azul intenso).
4. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto. Colocar el magneto dentro del beaker.
5. Titular lentamente dejando caer la solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N, manteniendo agitación constante luego de cada adición, utilizando hot plate con agitador magnético.
6. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada hasta determinar el punto final, con la desaparición del color azul del complejo de adsorción.

Luego de determinar el volumen en el punto final de la titulación, se procede a calcular la Normalidad Real de la solución valorante de Tiosulfato de Sodio 0.1N. Para lo cual se utilizará la siguiente fórmula (9):

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{\text{gramos de Cu}^0 \text{ (en alícuota tomada)}}{V \text{ (mL de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ gastado)} \times \text{Meq Cu}^0}$$

Preparación de Solución Muestra de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Fórmula: $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Peso molecular = 241.6 g/mol

Peso equivalente: 120.80 g/mol

Gramos de Nitrato de Cobre trihidrato necesarios para preparar 1000.0 mL de Solución 0.1N.

120.80 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 1 \text{ N}$

x g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N}$

x=12.80 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Gramos de Nitrato de Cobre trihidrato necesarios para preparar 250.0 mL de Solución 0.1N.

12.80 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 1000.0 \text{ mL}$

x g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 250.0 \text{ mL} \quad x=3.2 \text{ g } \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

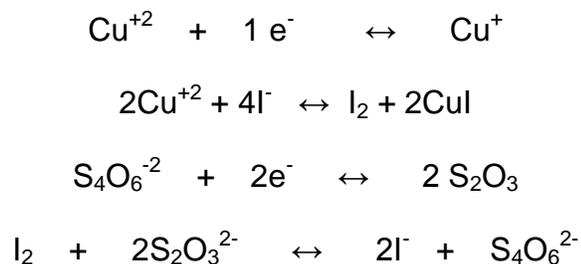
Procedimiento₍₉₎:

1. Pesar en balanza analítica 3.20 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y disolver el sólido con aproximadamente 100 mL de agua destilada.
2. Transferir la solución a balón volumétrico de 250.0 mL y hacer lavados para arrastrar totalmente la solución. Llevar a volumen con el mismo solvente.
3. Homogenizar la solución y envasar en frasco de vidrio. Rotular.

Luego preparar la Solución estandarizada y la Solución muestra, se procede a realizar la titulación de Oxido-Reducción, utilizando el Método Potenciométrico.

Determinación de la Concentración de Solución Muestra de Nitrato de Cobre frente a la solución Estandarizada de Tiosulfato de Sodio 0.1N₍₉₎

Semi-reacciones que se llevan a cabo durante la titulación₍₃₎₍₁₃₎

**Procedimiento₍₉₎:**

1. Llenar una bureta con la solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N (Solución estandarizada) teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución.

2. Agregar en un beaker de 100 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de Solución muestra ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), teniendo el cuidado de ambientarla. Agregar 1.0 gramos de yoduro de potasio. Agitar.
3. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto por la solución. Colocar el magneto dentro del beaker.
4. Titular lentamente dejando caer la solución de Tiosulfato de Sodio 0.1N, manteniendo agitación constante luego de cada adición, utilizando hot plate con agitador magnético.
5. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.
6. Realizar 2 valoraciones más.
7. Tabular los datos promedios reportados en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

ANEXO N° 9
EXPERIMENTO N° 4

ANEXO N° 9

EXPERIMENTO N° 4

Volumetría por Oxido-Reducción (Redox).

Permanganometría.

Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1 N (Solución muestra) frente a KMnO_4 0.1 N (Solución estandarizada)⁽⁹⁾.

Cuadro N° 44. Valoración de Experimento N°4. Valoración de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1N (Solución muestra) frente a KMnO_4 0.1N (Solución estandarizada).

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada	Patrón Primario
Redox	Permanganometría	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1N Sulfato de Hierro Heptahidratado	KMnO_4 0.1N Permanganato de Potasio	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.1N Oxalato de Sodio 0.1N

Preparación de Solución de Permanganato de Potasio 0.1N (solución estandarizada)⁽⁹⁾

Datos:

Fórmula del Permanganato de Potasio: KMnO_4

P.M de KMnO_4 = 157.89 g/mol

$$\text{Peso Equivalente} = \frac{\text{PM } \text{KMnO}_4}{\text{N}^\circ \text{ de } e^- (5e^-)} = \frac{157.89 \text{ g}}{5 e^-} = 31.57 \approx 31.6$$

Gramos de Permanganato de potasio necesarios para preparar 1000.0 mL de Solución 0.1N

31.6 g $\text{KMnO}_4 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 1.0 \text{ N}$

x g $\text{KMnO}_4 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N} \quad x=3.16 \text{ g KMnO}_4$

Gramos de Permanganato de potasio necesarios para preparar 1000.0 mL de Solución 0.1N

3.16 g $\text{KMnO}_4 \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 1000.0 \text{ mL}$

x g $\text{KMnO}_4 \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 250.0 \text{ mL} \quad x=0.79 \text{ g KMnO}_4$

Procedimiento⁽⁹⁾:

1. Pesar 0.79 gramos de Permanganato de Potasio sólido en un beaker de 30 mL en balanza analítica.
2. En un beaker de 100 mL, agregar 50 mL de agua libre de CO_2 .
3. Agregar el KMnO_4 al agua libre de CO_2 , hervir la solución durante 15 minutos y agregar agua destilada hasta aproximadamente 100 mL. (El Permanganato de Potasio se disuelve lentamente)
4. Enfriar la solución de KMnO_4 0.1N, filtrarla en embudo Buchner de vidrio poroso y colocarla en un balón de 250.0 mL, llevar hasta la marca y homogenizar. (Para filtrar la solución de KMnO_4 0.1 N se debe preparar el embudo de vidrio sinterizado lavándolo con HCl concentrado y luego lavarlo con agua destilada hasta que no existan trazas de iones cloruro.)
5. Trasladar la solución de KMnO_4 0.1 N, a frasco ámbar y rotular.

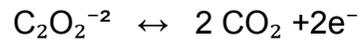
Preparación de Solución Estándar Primario de Oxalato de Sodio 0.1N ⁽⁹⁾

Datos:

Fórmula del Oxalato de Sodio: $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

P.M. del Oxalato de Sodio= 133.92 g/mol

Equivalente gramo de Oxalato de Sodio se calcula a partir de la siguiente reacción:



Cálculos:

$$\text{Peso Equivalente} = \frac{\text{P.M. Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{\text{N}^\circ \text{ de e}^- (2\text{e}^-)}$$

$$\text{Peso Equivalente Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{133.92 \text{ g}}{2\text{e}^-} = 66.96 \text{ g} \approx 67.0 \text{ gramos de NaCO}$$

$$\text{meq de Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{67.0 \text{ g}}{1000 \text{ mL}} = 0.067 \text{ g/mL}$$

Gramos de Oxalato de Sodio necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.1N

$$67.0 \text{ g Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 1 \text{ N}$$

$$x \text{ g Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N} \qquad x = 6.7 \text{ g Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

Gramos de Oxalato de Sodio necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.1N

$$6.70 \text{ g Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 1 \text{ N}$$

$$x \text{ g Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N} \qquad x = 0.67 \text{ g Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

Procedimiento₍₉₎:

1. Secar en estufa 3.0 gramos de Oxalato de Sodio grado reactivo entre 105° - 110° por dos horas, luego dejar enfriar en un desecador.
2. Pesar aproximadamente una muestra de 0.67 gramos de Oxalato de Sodio grado reactivo en beaker de 30 mL, en balanza analítica.
3. Agregar una pequeña cantidad de agua destilada al beaker y agitar hasta disolver todo el sólido.
4. Transferir en forma cuantitativa la solución de Oxalato de Sodio, a un balón volumétrico de 100.0mL. Lavar el beaker con agua destilada agregándolo al balón.
5. Agitar para disolver, aforar con agua destilada.
6. Homogenizar, envasar en frasco ámbar y rotular.

Preparación de solución de Acido Sulfúrico 2N₍₉₎.

Datos:

P.M. de H₂SO₄ = 98.08 g/mol

Densidad de H₂SO₄= 1.84 g/mL

Pureza de H₂SO₄ = 98% p/p ACS.

Cálculos:

$$\text{Peso Equivalente} = \frac{\text{P.M.H}_2\text{SO}_4}{\text{N}^\circ \text{ de e}^- (2\text{e}^-)}$$

$$\text{Peso Equivalente} = \frac{98.09 \text{ g}}{2 \text{ e}^-} = 49.04 \text{ g}$$

Fórmula a Utilizar₍₂₎:

$$\text{densidad} = \frac{\text{masa}}{\text{volumen}}$$

$$\text{volumen} = \frac{\text{masa}}{\text{densidad}}$$

Gramos de H₂SO₄ a utilizar en la fórmula de volumen.

98.0 g H₂SO₄ → 100 g solución acida 98% p/p

49.09 g H₂SO₄ → x g solución acida 98% p/p

$$x = 50.09 \text{ g solución acida al } 98\% \text{ p/p}$$

Mililitros de H₂SO₄ solución al 98 % p/p necesarios para preparar la solución muestra.

$$\text{volumen} = \frac{\text{masa}}{\text{densidad}} = \frac{50.09 \text{ g}}{1.84 \text{ g/ml}} = 27.22 \text{ mL solución acida al } 98\% \text{ p/p}$$

Mililitros de H₂SO₄ solución al 98% p/p necesarios para preparar 1000.0mL solución 2N

27.22 mL H₂SO₄ solución al 98% p/p → 1000.0 mL → 1 N

x mL H₂SO₄ solución al 98% p/p → 1000.0 mL → 2 N

$$x = 54.44 \text{ mL H}_2\text{SO}_4 \text{ solución al } 98\% \text{ p/p}$$

Mililitros de H₂SO₄ solución al 98 % p/p necesarios para preparar 50.0 mL de solución 2N

54.44 mL H₂SO₄ solución 98% p/p → 2N → 1000.0 mL

x mL H₂SO₄ solución 98% p/p → 2N → 50.0 mL

$$x = 2.72 \text{ mL H}_2\text{SO}_4 \text{ solución } 98\% \text{ p/p}$$

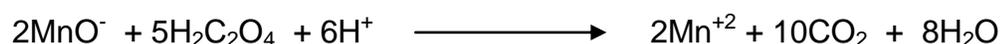
Procedimiento₍₉₎:

1. Medir 2.72 mL de H₂SO₄ 98 % en pipeta mohr de 5 mL, realizando el proceso en una cámara de extracción de gases.
2. Medir 20 mL de agua destilada en beaker de 50 mL, luego colocarlo en un baño de agua fría para poder mezclarlo con los 2.72 mL de H₂SO₄ 98 %, previamente medidos, teniendo precaución de que el ácido sea vertido con lentitud por las paredes del beaker conteniendo el agua.
3. Transferir a balón volumétrico de 50.0 mL la solución previamente homogenizada, lavando el beaker y agregándola al balón.
4. Luego aforar con agua destilada a temperatura ambiente.
5. Homogenizar, envasar en frasco de vidrio con tapón de baquelita y etiquetar.

Estandarización de la Solución de Permanganato de Potasio 0.1N, frente a Solución Estándar Primario de Oxalato de Sodio. 0.1N₍₉₎**Fórmula a Utilizar ₍₁₄₎**

$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{\text{gramos de Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ (en alícuota tomada)}}{V \text{ (mL) gast. KMnO}_4 \times \text{meq Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$$

Reacción que se lleva a cabo en la estandarización del KMnO₄ frente al Oxalato de Sodio ₍₇₎:



Nota:

Cuando se valora con solución de Permanganato de Potasio, debido al color oscuro de la solución, la lectura de la bureta se lee en el borde superior del menisco en vez del inferior y, la solución que no se utiliza sobrante en la bureta no se debe regresar donde se guarda la solución original.

Procedimiento⁽⁹⁾:

1. Llenar una bureta con solución de Permanganato de Potasio 0.1N.
2. Agregar en un beaker de 150 mL con pipeta volumétrica, 25.0 mL de solución de Oxalato de Sodio 0.1N.
3. Adicionar con probeta 15 mL de H_2SO_4 2N y calentar la solución a 60° , controlando la temperatura con un termómetro.
4. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto. Colocar el magneto dentro del beaker.
5. Titular lentamente dejando caer la solución de Permanganato de Potasio 0.1N, manteniendo agitación constante luego de cada adición y verificando la temperatura de 60°C en todo el proceso, utilizando hot plate con agitador magnético.
6. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada hasta determinar el punto final.

7. Tabular los datos reportados en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

Luego de determinar el volumen en el punto final de la titulación, se procede a calcular la Normalidad Real de la solución valorante de KMnO_4 0.1N. Para lo cual se utilizará la siguiente fórmula ⁽¹⁴⁾:

$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{\text{gramos de Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ (en alícuota tomada)}}{V \text{ (mL) gast. KMnO}_4 \times \text{meq Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$$

**Preparación de Solución de Sulfato de Hierro Heptahidrato $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
(solución muestra)⁽⁵⁾**

Datos:

Fórmula $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

PM de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 278.02 \text{ g/mol}$

Peso Equivalente = $\frac{\text{P.M. FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}{\text{N}^\circ \text{ de e}^- (1\text{e}^-)}$

Peso Equivalente = $\frac{278.02 \text{ g}}{1\text{e}^-} = 278.02 \text{ g}$

**Gramos de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ necesarios para preparar 1000.0 mL de solución
0.1N**

278.02 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 1 \text{ N}$

x g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N} \quad X = 27.80 \text{ g FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Gramos de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ necesarios para preparar 250.0 mL de solución

0.1N

27.80 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \rightarrow 0.1 N \rightarrow 1000.0 mL

x g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \rightarrow 0.1 N \rightarrow 250.0 mL x= 6.95 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Procedimiento₍₅₎:

1. Pesar 6.95 gramos de Sulfato de Hierro Heptahidratado, en beaker de 30 mL, en balanza analítica.
2. Colocar la sal pesada en un beaker de 100 mL. Colocar en el beaker aproximadamente 50 mL de agua destilada, agitar hasta solubilizar completamente.
3. Verter en frasco volumétrico de 250.0 mL la solución preparada, haciendo lavados al beaker para arrastrar totalmente la solución.
4. Aforar con el mismo solvente, homogenizar la solución.
5. Envasar en frasco de vidrio y tapón de baquelita y rotular.

Luego de preparar la Solución estandarizada y la Solución muestra, se procede a realizar la titulación Oxido-Reducción, utilizando el Método Potenciométrico.

Determinación de la Concentración de Solución Muestra de Sulfato de Hierro frente a solución Estandarizada de Permanganato de Potasio 0.1N₍₅₎

Reacción que se lleva a cabo₍₃₎₍₁₃₎:



Procedimiento₍₅₎:

1. Llenar una bureta con la solución estandarizada de Permanganato de Potasio 0.1N teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución preparada.
2. Agregar en un beaker 100 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de Solución Muestra (Sulfato de hierro heptahidratado), teniendo el cuidado de ambientarla.
3. Agregar a la solución contenida en el beaker, 15 mL de Acido Sulfúrico 2N.
4. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto por la solución. Colocar el magneto en el beaker.
5. Titular lentamente dejando caer la solución de Permanganato de Potasio 0.1N, manteniendo agitación constante luego de cada adición, utilizando hot plate con agitador magnético.
6. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.

7. Realizar 2 valoraciones más.
8. Tabular los datos promedios reportados en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

ANEXO Nº 10
EXPERIMENTO Nº 5

ANEXO N° 10

EXPERIMENTO N° 5

Volumetría por Precipitación

Argentometría

Valoración de KCl 0.01 N (Solución muestra) frente a AgNO_3 0.01 N (Solución estandarizada)⁽⁹⁾

Cuadro N° 45 Valoración de Experimento N°5. Valoración de KCl 0.01N (Solución muestra) frente a AgNO_3 0.01N (Solución estandarizada)

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada	Patrón Primario
Precipitación	Argentometría	KCl 0.01N Cloruro de Potasio	AgNO_3 0.01N Nitrato de Plata	NaCl 0.01N Cloruro de Sodio

Preparación de Solución Valorante de Nitrato de Plata 0.01N⁽³⁾

Datos:

Formula molecular: AgNO_3

P.M. AgNO_3 = 170.3 g/mol

Peq. AgNO_3 = 170.3 g

Gramos de AgNO_3 necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.1N.

173.0 g $\text{AgNO}_3 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 1 \text{ N}$

x g $\text{AgNO}_3 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N} \quad x = 17.3 \text{ g } \text{AgNO}_3$

Gramos de AgNO_3 necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.01N

17.3 g $\text{AgNO}_3 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.1 \text{ N}$

x g $\text{AgNO}_3 \rightarrow 1000.0 \text{ mL} \rightarrow 0.01 \text{ N} \quad x = 1.73 \text{ g } \text{AgNO}_3$

Gramos de AgNO_3 necesarios para preparar 250.0 mL de solución 0.01N

1.73 g $\text{AgNO}_3 \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 1000.0 \text{ mL}$

x g $\text{AgNO}_3 \rightarrow 0.1 \text{ N} \rightarrow 250.0 \text{ mL} \quad x = 0.4325 \text{ g } \text{AgNO}_3$

Procedimiento⁽⁹⁾:

1. Pesar en balanza analítica aproximadamente 0.4325 gramos de Nitrato de Plata, colocarlos en un beaker de 50 mL.
2. Agregar 30 mL de agua destilada en pequeñas porciones y agitar constantemente hasta total disolución.
3. Transferir la solución a un balón volumétrico de 250.0 mL, aforar hasta la marca con el mismo disolvente.
4. Homogenizar, envasar en frasco de vidrio con tapón de baquelita y rotular.

Preparación de Solución Patrón Primario de Cloruro de Sodio 0.01N_(g)

Datos:

Fórmula de Cloruro de Sodio: NaCl

Peso Molecular de NaCl = 58.5 g/mol

meq de NaCl = 58.5 g. = 0.0585 g/mL

Gramos de NaCl necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.1N

58.5 g NaCl → 1000.0 mL → 1 N

x g NaCl → 1000.0 mL → 0.1 N x = 5.85 g NaCl

Gramos de NaCl necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.01N

5.85 g NaCl → 1000.0 mL → 0.1 N

x g NaCl → 1000.0 mL → 0.01 N x = 0.585 g NaCl

Gramos de NaCl necesarios para preparar 100.0 mL de solución 0.01 N

0.585 g NaCl → 0.01 N → 1000.0 mL

x g NaCl → 0.01 N → 100.0 mL x=0.0585 g NaCl

Procedimiento_(g):

1. Secar en estufa sobre una cápsula de porcelana limpia y seca 5.0 g de NaCl, calidad reactivo analítico ACS, a una temperatura entre 100 a 105°C durante una hora.

2. Enfriar en desecador y pesar exactamente 0.0585 gramos de NaCl en balanza analítica.
3. Colocarlo en un beaker de 50 mL y disolverlo con aproximadamente 30 mL de agua destilada.
4. Transferir en forma cuantitativa a un balón volumétrico de 100.0 mL y disolverlo con agua destilada.
5. Aforar hasta la marca del balón con el mismo disolvente.
6. Homogenizar, envasar en frasco plástico y tapón plástico y rotular.

Estandarización de solución Valorante de Nitrato de Plata 0.01N frente a una Solución de Cloruro de Sodio 0.01N₍₉₎

Datos:

V = Volumen en mililitros de AgNO₃ gastado.

g = gramos de estándar en alícuota tomada.

N = Normalidad de AgNO₃

meq. NaCl = 0.05846 g/mL

Fórmula a Utilizar ⁽¹⁴⁾:

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{g (NaCl) en alícuota tomada}}{V \text{ (mL) gast. AgNO}_3 \times \text{meq NaCl}}$$

Procedimiento₍₉₎:

1. Llenar una bureta con la solución de AgNO₃ 0.01 N teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución preparada.

2. Agregar en un beaker 100 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de solución de NaCl 0.01 N, teniendo el cuidado de ambientarla.
3. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto. Colocar el magneto dentro del beaker.
4. Titular lentamente dejando caer la solución de AgNO₃ 0.01 N, manteniendo agitación constante luego de cada adición. Utilizando Hot Plate con agitador magnético.
5. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.
6. Tabular los datos reportados en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

Luego de determinar el volumen en el punto final de la titulación, se procede a calcular la Normalidad Real de la solución valorante de AgNO₃ 0.01N. Para lo cual se utilizará la siguiente fórmula ⁽¹⁴⁾:

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{g (NaCl) en alícuota tomada}}{V \text{ (mL) gast. AgNO}_3 \times \text{meq NaCl}}$$

Preparación solución muestra de Cloruro de Potasio 0.1N_(g)

Datos:

P.M. KCl = 74.55 g/mol

Peq. KCl = 74.55 g

Gramos de KCl necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.1N

74.55 g KCl → 1000.0 mL → 1 N

x g KCl → 1000.0 mL → 0.1 N x = 7.455 g KCl

Gramos de KCl necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.01N

7.455 g KCl → 1000.0 mL → 0.1 N

x g KCl → 1000.0 mL → 0.01 N x = 0.7455 g KCl

Gramos de KCl necesarios para preparar 250.0 mL de solución 0.01 N

0.7455 g KCl → 0.01N → 1000.0 mL

x g KCl → 0.01N → 250.0 mL x = 0.1864 g KCl

Procedimiento_(g):

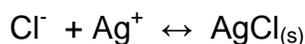
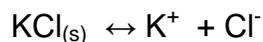
1. Pesar en Balanza analítica en un beaker de 30 mL, 0.1864 g de cloruro de potasio grado ACS.
2. Colocarlo en un beaker de 50 mL y disolverlo con aproximadamente 30 mL de agua destilada.

3. Transferir en forma cuantitativa a un balón volumétrico de 250.0 mL y disolverlo con agua destilada.
4. Aforar hasta la marca del balón con el mismo disolvente.
5. Homogenizar, envasar en frasco plástico y tapón plástico y rotular.

Luego de preparar la Solución estandarizada y la Solución muestra, se procede a realizar la titulación de tipo Argentométrica, utilizando el Método Potenciométrico.

Determinación de la Concentración de Solución Muestra de Cloruro de Potasio frente a solución Estandarizada de Nitrato de Plata 0.01N₍₉₎

Reacción que se llevara a cabo₍₃₎₍₁₃₎:



Procedimiento₍₉₎:

1. Llenar una bureta con la solución estandarizada de Nitrato de Plata 0.01N teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución.
2. Agregar en un beaker de 100 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de Solución Muestra (Cloruro de Potasio), teniendo el cuidado de ambientarla.

3. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto por la solución. Colocar el magneto en el beaker.
4. Titular lentamente dejando caer la solución de Nitrato de Plata 0.01N, manteniendo agitación constante utilizando hot plate con agitador magnético.
5. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.
6. Realizar 2 valoraciones más.
7. Tabular los datos promedios en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

ANEXO Nº 11
EXPERIMENTO Nº 6

ANEXO N° 11

EXPERIMENTO N° 6

Volumetría de Complejometría

Valoración Níquel - EDTA

Valoración de Nitrato de Níquel $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M (Solución muestra) frente a EDTA 0.01M (Solución estandarizada)₍₉₎.

Cuadro N° 46 Valoración de Experimento N° 6 Valoración de Nitrato de Níquel $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0.01M) (Solución muestra) frente a EDTA 0.01M (Solución estandarizada).

Tipo de Valoración		Solución a valorar (muestra)	Solución Estandarizada	Patrón Primario
Complejometría	Níquel vs. EDTA	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01M Nitrato de Níquel	EDTA 0.01 M	CaCO_3 0.01M Carbonato de Calcio

Preparación de Solución estandarizada EDTA 0.01M₍₉₎

Datos:

Fórmula de EDTA: $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

PM de EDTA = $(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 372.24 \text{ g/mol}$

Gramos de EDTA necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.1M

372.24 g EDTA → 1000.0 mL → 1 M

x g EDTA → 1000.0 mL → 0.1 M x = 37.224 g EDTA

Gramos de EDTA necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.01M

37.224 g EDTA → 1000.0 mL → 0.1 M

x g EDTA → 1000.0 mL → 0.01 M x = 3.7224 g EDTA

Gramos de EDTA necesarios para preparar 250.0 mL de solución 0.01M

3.7224 g EDTA → 0.01 M → 1000.0 mL

x g EDTA → 0.01 M → 250.0 mL x = 0.9306 g EDTA

Procedimiento₍₉₎:

1. Pesar en balanza analítica 0.9306 gramos de sal disódica del ácido Etilendiaminotetraacético, (EDTA) en beaker de 30 mL en balanza analítica.
2. Seguidamente pesar 0.01 gramos de Cloruro de Magnesio y, agregarlo a un balón volumétrico de 250.0 mL, luego agregar los 0.9306 gramos de la sal disódica Etilendiaminotetraacético ya pesada, agregar aproximadamente 100 mL de agua destilada y mezclar hasta disolver completamente.
3. Aforar hasta la marca con agua destilada, homogenizar, envasar en frasco de plástico y rotular.

Preparación de Solución Patrón Primario Carbonato de Calcio 0.01M₍₉₎

Datos:

Fórmula Carbonato de Calcio₍₂₎: CaCO₃

P.M de CaCO₃ = 100.0 g/mol.

Peso equivalente: 100.0 g

Gramos de CaCO₃ necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.1M

100.0 g CaCO₃ → 1000.0 mL → 1 M

x g CaCO₃ → 1000.0 mL → 0.1 M x = 10.0 g CaCO₃

Gramos de CaCO₃ necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 0.01M

10.0 g CaCO₃ → 1000.0 mL → 0.1 M

x g CaCO₃ → 1000.0 mL → 0.01 M x = 1.0 g CaCO₃

Gramos de EDTA necesarios para preparar 250.0 mL de solución 0.01M

1.0 g CaCO₃ → 0.01 M → 1000.0 mL

x g CaCO₃ → 0.01 M → 250.0 mL x = 0.1 g CaCO₃

Procedimiento₍₉₎:

1. Pesar en balanza analítica 0.1000 g. de Carbonato de Calcio, grado reactivo ACS.
2. Medir con probeta 10 mL de Ácido Clorhídrico 0.1N en cámara de extracción de gases.

3. Disolver en beaker de 100 mL, el Carbonato de Calcio, con el HCl 0.1N y, agitar hasta total disolución.
4. Seguir agregando pequeñas cantidades de agua destilada, aproximadamente 50 mL hasta obtener una solución totalmente homogénea.
5. Transferir cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 100.0 mL, adicionar agua destilada, agitar para disolver, aforar hasta la marca y homogenizar.
6. Transferir a frasco de vidrio y rotular.

Preparación de la solución NaOH 4N₍₉₎

P.M.de NaOH = 40 g/mol

$$\text{Peq de NaOH} = \frac{40 \text{ g}}{1} = 40 \text{ g}$$

Gramos de NaOH necesarios para preparar 1000.0 mL de solución 4N

40.0 g NaOH → 1000.0 mL → 1 N

x g NaOH → 1000.0 mL → 4 N x = 160.0 g NaOH

Gramos de NaOH necesarios para preparar 100.0 mL de solución 4N

160.0 g NaOH → 4 N → 1000.0 mL

x g NaOH → 4 N → 100.0 mL x = 16.0 g NaOH

Procedimiento₍₉₎:

1. Colocar 50 mL de agua libre de dióxido de carbono (agua libre de CO₂), en beaker de 100 mL.
2. Pesar en un beaker de 50 mL 16.0 g de NaOH, utilizando balanza granataria.
3. Agregar cuidadosamente 50 mL de agua libre de CO₂ agitar para disolver todo el NaOH, si no se disuelve agregar otra cantidad pequeña de agua libre de CO₂.
4. Transferir cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 100.0 mL, haciendo lavados al beaker para arrastrar toda la solución. Llevar a volumen, tapar y homogenizar.
5. Transferir a frasco plástico con tapón plástico y rotular.

Nota:

La solución de hidróxido de Sodio guardarla en frasco de plástico y tapón de plástico.

Estandarización de EDTA 0.01M frente a solución Estándar de Carbonato de Calcio 0.01M₍₉₎

Datos:

Fórmula del EDTA: C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈ · 2H₂O ₍₁₄₎

Fórmula a utilizar ⁽¹⁴⁾:

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{\text{g (CaCO}_3 \text{ en alícuota tomada)}}{V \text{ (mL gastados de EDTA)} \times 100.09}$$

Procedimiento⁽⁹⁾:

1. Llenar una bureta con la solución de EDTA 0.01M teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución preparada.
2. Agregar en un beaker 100 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de solución de CaCO₃ 0.01M, teniendo el cuidado de ambientarla.
3. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto. Colocar el magneto dentro del beaker.
4. Titular lentamente dejando caer la solución de EDTA 0.01M, manteniendo agitación constante luego de cada adición. Utilizando Hot Plate con agitador magnético.
5. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.
6. Tabular los datos reportados en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.

Luego de determinar el volumen en el punto final de la titulación, se procede a calcular la Normalidad Real de la solución valorante de EDTA 0.01M. Para lo cual se utilizará la siguiente fórmula ⁽¹⁴⁾:

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{\text{g (CaCO}_3 \text{ en alícuota tomada)}}{V \text{ (mL gastados de EDTA)} \times 100.09}$$

Preparación de Solución Muestra Nitrato de Níquel (Ni(NO₃)₂·6H₂O) 0.1M₍₉₎

Datos:

Formula molecular: Ni(NO₃)₂·6H₂O₍₂₎

P.M. de Ni(NO₃)₂·6H₂O = 228.71 g/mol

Peso equivalente: 114.36 g

Gramos de Ni(NO₃)₂·6H₂O necesarios para preparar 1000.0 mL de solución

0.1M₍₂₎

228.71 g Ni(NO₃)₂·6H₂O → 1000.0 mL → 1 M

x g Ni(NO₃)₂·6H₂O → 1000.0 mL → 0.1 M x = 22.871 g

Ni(NO₃)₂·6H₂O

Gramos de Ni(NO₃)₂·6H₂O necesarios para preparar 1000.0 mL de solución

0.01M

22.871 g Ni(NO₃)₂·6H₂O → 1000.0 mL → 0.1 M

x g Ni(NO₃)₂·6H₂O → 1000.0 mL → 0.01 M x = 2.287 g

Ni(NO₃)₂·6H₂O

Gramos de Ni(NO₃).6H₂O necesarios para preparar 250.0 mL de solución 0.01M

2.287 g Ni(NO₃).6H₂O → 0.01 M → 1000.0 mL

x g Ni(NO₃).6H₂O → 0.01 M → 250.0 mL x = 0.5718 g Ni(NO₃).6H₂O

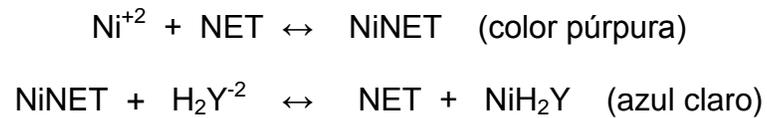
Procedimiento₍₉₎:

1. Pesar en balanza analítica 0.5718 g. de Nitrato de Níquel, grado reactivo ACS.
2. Disolver en beaker de 100 mL, el Nitrato de Níquel con agua destilada, agitar hasta total disolución.
3. Seguir agregando pequeñas cantidades de agua destilada, hasta obtener una solución totalmente homogénea.
4. Transferir cuantitativamente la solución a un balón volumétrico de 250.0 mL, adicionar agua destilada, agitar para disolver, aforar hasta la marca y homogenizar.
5. Transferir a frasco de vidrio y rotular.

Luego de preparar la Solución estandarizada y la Solución muestra, se procede a realizar la titulación de tipo Complejométrica, utilizando el Método Potenciométrico.

Determinación de la Concentración de Solución Muestra de Nitrato de Níquel frente a solución Estandarizada de EDTA 0.01M₍₉₎

Complejo que se forma en esta titulación₍₅₎:



Procedimiento₍₃₎₍₄₎₍₉₎ :

1. Llenar una bureta con la solución estandarizada de EDTA 0.01M teniendo el cuidado de ambientarla previamente con la solución.
2. Agregar en un beaker de 100 mL, con pipeta volumétrica, 25.0 mL de Solución Muestra (Nitrato de Níquel), teniendo el cuidado de ambientarla.
3. Agregar una Solución de Amoniacó hasta obtener un color amarillo profundo, verificar pH cuyo valor deber ser menor de 10. (Si el color es amarillo naranja adicionar más Solución de Amoniacó hasta que el color cambie a amarillo)
4. Sumergir el electrodo seleccionado para esta determinación, en la solución muestra, asegurando que esté completamente cubierto por la solución. Colocar el magneto en el beaker.
5. Titular lentamente dejando caer la solución de EDTA 0.01M, manteniendo agitación constante utilizando hot plate con agitador magnético.

6. Tomar nota del potencial reportado y el volumen gastado por cada adición realizada.
7. Realizar 2 valoraciones más.
8. Tabular los datos promedios en la hoja de cálculo Excel, para la realización de las correspondientes curvas (Primera y Segunda Derivada) y, determinar con ellas, el punto final de la titulación.