

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

Curso: Química Analítica a Microescala Total.
23, 24 y 25 de julio 2007.

Dr. Alejandro Baeza, QFB Adrián de Santiago, Q. Arturo García, QFB Allan Domínguez,

Tec. Juan Lugo

Facultad de Química, UNAM



Lunes, 23 de Julio de 2007

Microtitulometría

Microtitulación ácido base con microelectrodo de estado sólido

Microtitulación redox

Microelectrodo selectivo a cloruros

Microconductimetría

Microtitulación conductimétrica de ácido fuerte - base fuerte

Microtitulación conductimétrica de ácido acetilsalicílico en aspirina

Microelectroquímica

Electrooxidación de ácido ascórbico con Micropolarógrafo de Mínima Instrumentación (MIMP)

Cuantificación de ácido ascórbico en Redoxon con curva de calibración amperométrica

Microfotocolorimetría

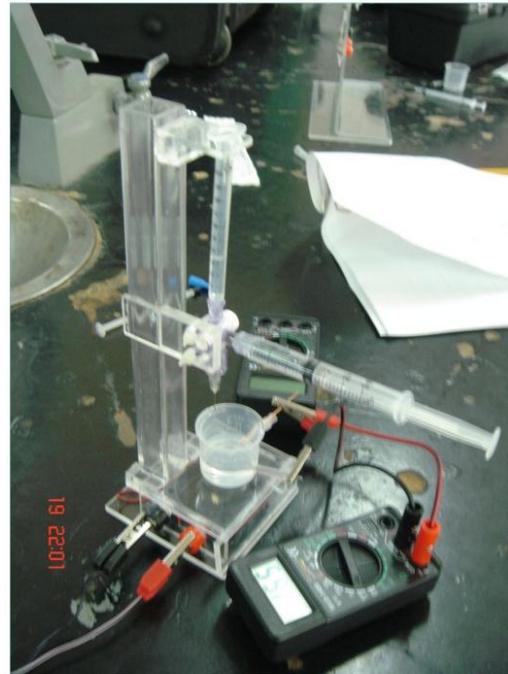
Determinación del pT con Microfotocolorímetro de Mínima Instrumentación (MIMC)

Determinación de Cu^0 en alambre comercial

Microtitulometría

Titulación ácido-base: Titular 0.5 mL de HCl 0.1 M mezclado con 5 mL de agua con NaOH 0.1M. Graficar $\text{pH} = f(\text{Vol})$

Titulación redox: Titular 0.5mL de tiosulfato de sodio 0.1N mezclado con 0.04 mL de ácido acético concentrado y 5 mL de agua, con yodo-yodurado 0.1 N en KI 0.5M. Gráficar $\text{pe} = f(\text{Vol})$



Microelectrodo selectivo (ISE)

A) Formar el elemento selectivo del ISE, $\text{Ag}|\text{AgCl}|$ por microelectrólisis.

B) Preparar 1 mL de disoluciones estándar de NaCl de $-5 < \text{pCl} < -1$, en tubos *ependorf*. Para ello tomar 0.1 mL de NaCl 1 M, y mezclarlo con 0.9 mL de H_2O . Mezclar. Se obtiene una disolución 10^{-1} M. De la disolución anterior tomar 0.1 mL y mezclarlo en otro tubo con 0.9 mL de agua. Mezclar. Se obtiene una disolución 10^{-2} M. Se repite la operación anterior para obtener disoluciones 10^{-3} , 10^{-4} y 10^{-5} M.

C) Medir la diferencia de potencial de las disoluciones preparadas entre el ISE formado con respecto a un microelectrodo de referencia de Cu.

D) Una muestra de SSI diluirla 1:10 con agua destilada y medir el potencial de la disolución.

E) Efectuar la gráfica $E = f(\log C_{\text{NaCl}})$ y de ella deducir la concentración de cloruro de sodio en la muestra original.

Microconductimetría

Microtitulación ácido-base

A) Titular 0.5 mL de HCl 0.1 M más 5 mL de agua, con NaOH 0.1M.

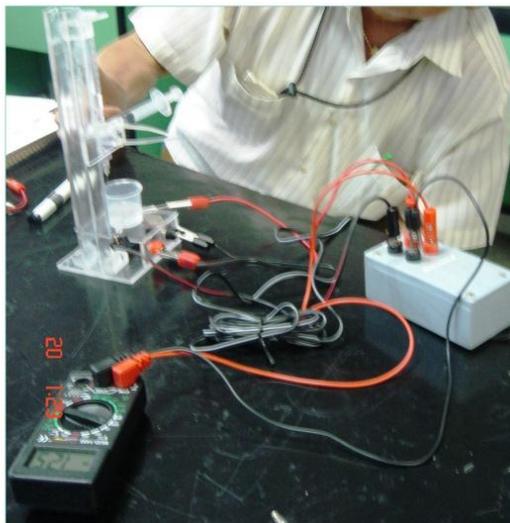
B) Trazar la gráfica $\Psi=f(\text{Vol})$ corregida por dilución

Microtitulación de ácido acetilsalicílico

A) Disgregar una tableta de aspirina de 500 mg nominales de principio activo en 10 mL de etanol y H₂O cbp 25 mL.

B) Tomar una alícuota conveniente y titularla conductimetricamente con NaOH 0.1M.

B) Trazar la gráfica $\Psi=f(\text{Vol})$ corregida por dilución

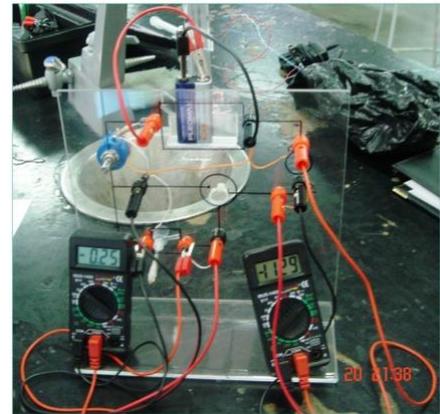


Microelectroquímica

Calibración de MIMP: Determinar el valor de la resistencia de una celda ficticia por medio de la Ley de Ohm.

A) Trazar dominio de electroactividad de 1 mL KNO_3 0.1 M

B) Trazar el voltamperograma de una mezcla de 0.1 mL de ácido acético concentrado con 0.1 mL de amoníaco concentrado en presencia de 5 mL de KNO_3 0.1M

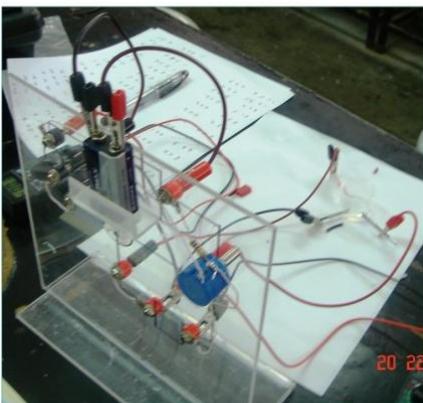


C) Adicionar 1 mL de ácido ascórbico 0.1 M a la mezcla anterior. Trazar sendo voltamperograma

D) Adicionar 1 mL más de ácido ascórbico 0.1 M a la mezcla anterior. Medir la corriente a tiempo de muestreo fijo a un potencial sobre la corriente límite de difusión.

E) Repetir la operación (D) cuatro veces más. Trazar la curva de calibración de $I_{lim} = f(\text{Concentración corregida})$

F) Dispersar 100 mg de Redoxon molido en 5 mL de la mezcla del inciso (B). Medir la corriente límite a tiempo de muestreo fijo. Con la curva de calibración, determinar el contenido de ascórbico en la muestra molida.



Microfotocolorimetría

Curva de calibración $pT=A=f(C)$

A) En tubos eppendorf de 1 mL efectuar las siguientes mezclas.

Tube	CuSO ₄ 0.1 mol/L	NH ₃ conc.
0	0.00	1.00
1	0.04	0.96
2	0.06	0.94
3	0.08	0.92
4	0.1	0.90

B) Conectar la celda fotoresistiva del MIMC a un ohmmetro. Tapar el MIMC y medir la respuesta residual (R_r).

C) Colocar la solución de filtro rojo monocromadora y la solución blanco (Tubo 0). Encender la fuente de luz y medir la respuesta, R_0 .

D) Retirar la solución blanco y enjuagar con una parte de la solución 1. Medir la respuesta de la solución 1 y repetir el procedimiento para el resto de las soluciones.

E) Determinar la absorbancia por medio de la siguiente relación.

$$pT = A = (R_i - R_r) / (R_0 - R_r)$$

Realizar la gráfica de $pT=A=f(C)$

