

# 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

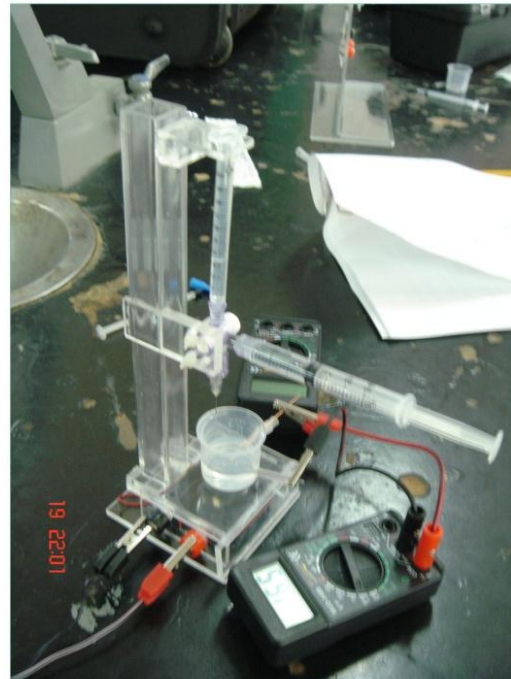
Determinación del pT con Microfotocolorímetro de Mínima Instrumentación (MIMC)

Determinación de  $\text{Cu}^0$  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  $\text{H}_2\text{O}$ . 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.

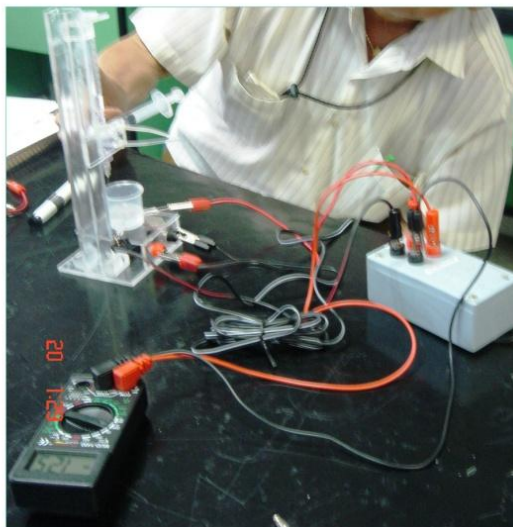
B) Trazar la gráfica  $\Psi=f(\text{Vol})$  corregida por dilución

### Microtitulación de ácido acetilsalicílico

A) Disgregar una tableta de aspirina de 500 mg nominales de principio activo en 10 mL de etanol y  $\text{H}_2\text{O}$  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

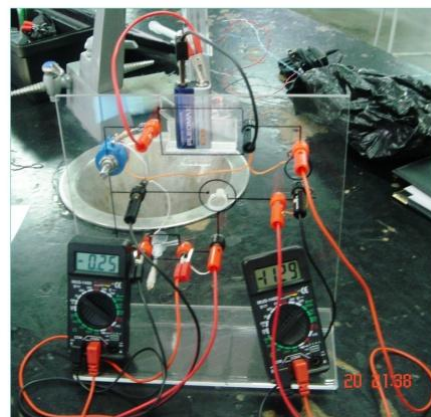


## Microelectroquímica

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  $\text{KNO}_3$  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  $\text{KNO}_3$  0.1M

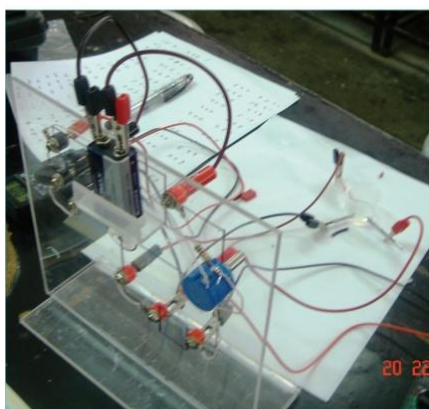


C) Adicionar 1 mL de ácido ascórbico 0.1 M a la mezcla anterior. Trazar sendo voltamperograma

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 <sub>4</sub> 0.1 mol/L	NH <sub>3</sub> 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  $pT=A=f(C)$

