

Planteamiento del sistema experimental

Se propone construir un microelectrodo ión selectivo a iones cloruro a base de un cristal de AgCl y un transductor de Ag^0 y corroborar su comportamiento en cuanto a velocidad de respuesta, sensibilidad y selectividad frente a un posible interferente, por medio de mediciones en una celda a tres electrodos con un programa de cronopotenciometría a corriente nula.

Operaciones analíticas a realizar

I/ Construcción de la celda a tres electrodos.

1.0 Formación del micro-electrodo de referencia.

-Sumergir un microalambre de Ag y una barrita de carbón a una disolución de HCl 0.1 mol/L. Conectar a una fuente de voltaje para cortocircuitar tal que la Ag sea el ánodo. Electrolyzar hasta recubrimiento del alambre de plata con cristales de AgCl.

2.0 Formación del micro-electrodo de referencia.

-Formar la interfase $Ag|AgCl_{(s)}$ de acuerdo al procedimiento anterior con otro alambre de plata de mayor superficie.

-Introducir la interfase anterior a un micro-compartimento separado con solución interna de KNO_3 0.1 mol/L.

3.0 Ensamblar los electrodos anteriores a un recipiente de plástico junto con la microbarra de carbón utilizada en los experimentos anteriores:



II/ Programas de perturbación y patrones de respuesta.

1.0 Respuesta del micro-electrodo.

-Conectar los tres electrodos al potenciostato con generador de señales.

-Introducir en la celda de 5 a 10 mL de KNO_3 0.1 mol/L.

-Conectar los electrodos micro- sensor, ET, micro-referencia, ER y micro-auxiliar, EA, al potenciostato.

-Programar el programa de cronopotenciometría a corriente nula (“free potential”).

-Adicionar 100 μL de SSI y medir el potencial durante un tiempo c.b.p. alcanzar el estado estacionario bajo régimen convectivo constante aplicada con una microbarra de agitación.

-Alcanzado el estado estacionario adicionar otra alícuota semejante y repetir la medición.

-Efectuar por lo menos cinco adiciones más.

2.0 Sensibilidad.

-Preparar disoluciones de SSI de acuerdo a la siguiente tabla:

<i>matraz</i>	<i>analito</i>	<i>H₂O c.b.p.</i>
A	0.5 mL de SSI	5 mL
B	0.5 mL de B	“
C	0.5 mL de C	“
D	0.5 mL de D	“
E	0.5 mL de E	“

-Obtener el cronopotenciograma a corriente nula de cada disolución.

3.0 Selectividad.

-Elaborar las siguientes mezclas

SSI	F _{Na2CO3}
0.1 M	0
0.1 M	10 mM
0.1 M	50 mM
0.1 M	100 mM

-Obtener sendos cronopotenciogramas a corriente nula.

III/ *Procesamiento de datos*

- 1.0 Imprimir el gráfico $E = f(t)$.
- 2.0 Elaborar la gráfica $E = f(\log [Cl^-])$
- 3.0 Elaborar la gráfica $10^{\Delta/0.06} = f([CO_3^{2-}]/[Cl^-])$.

III/ *Conclusiones*

- 1.0 Determinar $v = \Delta E/\Delta t$ para este micro-ISE.
- 2.0 Determinar el intervalo de validez de la ecuación de Nikolsky. }
- 3.0 Determinar el coeficiente de selectividad potenciométrico k_{Cl,CO_3} .

IV/ *Bibliografía de apoyo*

Referencia

- (1) J. Rubinson, K. Rubinson
"Química Analítica Contemporánea"
Editorial Pearson Educación. (1998)531
-