

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**FACULTAD DE QUIMICA**



**DETERMINACION DE ELEMENTOS INORGA-  
NICOS EN MULTIVITAMINICOS POR ESPEC-  
TROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA.**

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:**

**INGENIERO QUIMICO**

**P R E S E N T A :**

**ELEAZAR JALILI ALVARADO**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## CONTENIDO

	Página	
I.	INTRODUCCION	
II.	GENERALIDADES	3
	2.1. a) Importancia de Multivitamínicos y Minerales.	
	b) Vitaminas.	
	c) Minerales	
	2.2. a) Principios de la Espectroscopia de Absorción Atómica.	11
	b) Espectroscopia de Emisión de flama, Absorción Atómica y Fluorescencia Atómica.	
	c) Interferencias Químicas.	
	d) Aplicación en la Industria.	
III.	TECNICAS ANALITICAS	41
	3.1. Ensayos para:	
	a) Magnesio	
	b) Calcio	
	c) Potasio	
	d) Sodio	
	e) Zinc	
	f) Cadmio	
	g) Cobre	
	h) Arsénico	
	i) Plomo	
	j) Manganeso	
	k) Cobalto	
	l) Cloruros	
	m) Fierro	
	n) Yodo	
	o) Fosfatos	
IV.	RESULTADOS	94
	4.1. Tablas de Resultados	
V.	CONCLUSIONES	107
VI.	BIBLIOGRAFIA	108

## I. INTRODUCCION

Es de gran importancia en la actualidad contar con un estricto control químico en la elaboración de productos - farmacéuticos: y para ésto es necesario contar con técnicas apropiadas y específicas para así poder tener un excelente - control químico en el aseguramiento de la composición química de este tipo de productos.

En la industria farmacéutica el control químico de multivitaminicos con minerales es bueno en la determinación de vitaminas, tanto por métodos químicos o por técnicas de - separación; en ésta contando con la cromatografía de líqui-- dos a alta presión.

Es muy importante contar con técnicas apropiadas - para la determinación de los elementos inorgánicos, ya que - éstos estaban relegados a un segundo término, debido a la - también gran importancia de la determinación de vitaminas.

Como en un principio se señaló con lo de técnicas específicas, ésto se debe al tratamiento de la muestra depen-- diendo del estado en que ésta se encuentre, las interferen-- cias que pueda ocasionar la composición química de la misma; la disolución de la muestra y en fin muchos otros tipos de - interferencias debidas a aspectos químicos y físicos.

Existen compuestos en donde este tipo de interferen-- cias es mínimo o no existen y por lo tanto no causa ningún - contratiempo la elaboración de una técnica específica.

Otro tipo de interferencias, son aquellas que se - deben a efectos externos y no a químicos, entre los cuales - están el ruido, las vibraciones, la temperatura, el cambio - de voltaje y otros. Esto además adicionado a las interferen-- cias químicas, hace que existan variaciones y errores en -

este tipo de determinaciones.

El objetivo de este trabajo, es el de obtener este tipo de técnicas específicas para tener resultados lo más exactos posibles y así contar con un estricto control químico en la determinación de elementos inorgánicos en multivitaminicos por espectroscopia de absorción atómica.

También se desarrollarán técnicas para la determinación de elementos inorgánicos, como son aquellos que no entran en la composición química y pueden ser tóxicos o dañinos a la salud, entre los cuales podemos citar el plomo, arsénico, cadmio, etc.

## II. GENERALIDADES

### IMPORTANCIA DE LOS MULTIVITAMINICOS Y MINERALES

Los alimentos son las sustancias que suministran al organismo los materiales necesarios para su desarrollo, - para suplir las pérdidas y para el suministro de energía. - Como sea que el alimento de mayor valor energético es la grasa y sólo suministra 9.3 calorías por gramo, en tanto que el hombre necesita alrededor de 3000 calorías por día; resulta que nunca podrá lograrse una píldora alimenticia que cubra - las necesidades diarias.

La composición química de los alimentos es sumamente variable, pero todos contienen una o más de las sustancias conocidas con el nombre de principios inmediatos, a los que pueden unirse agua, sales minerales, vitaminas y residuos no aprovechables en diversas proporciones.

#### PRINCIPIOS INMEDIATOS

Están formados por los protidos, los glúcidos y los lípidos.

#### PROTIDOS

Reciben también el nombre de proteínas o de sustancias albuminoideas y son la unidad química esencial del organismo, indispensable para su nutrición, crecimiento y reparación de pérdidas. Su característica química fundamental es la presencia de nitrógeno, del que carecen tanto los glúcidos - como los lípidos. Sólo las plantas pueden llevar a cabo la - síntesis de las proteínas, a partir del nitrógeno contenido - en el suelo y el aire, del agua y de anhídrido carbónico atmosférico; los animales las obtienen de los alimentos.

La composición de las proteínas, a pesar de ser ex-

traordinariamente compleja, hasta constituir moléculas gigantes, está formada por la unión de aminoácidos de los cuales existen 27 que pasan del intestino al interior del cuerpo en el cual por recombinación se forman las proteínas propias y características de cada uno de sus tejidos.

El 15 % del peso de un adulto normal, está constituido por proteínas a diferencia de lo que ocurre con las grasas, su exceso no se almacena. Cuando su ingreso es insuficiente, los órganos vitales especialmente el hígado y el sistema muscular se atrofian; si ingresan en cantidades superiores a las pérdidas y a las eventuales necesidades del crecimiento, los aminoácidos sobrantes pierden su porción nitrogenada, que convertida en urea es rápidamente eliminada a través de los riñones. Mientras que el resto se convierte en glucosa o en grasa y es utilizada como tal. La oxidación en el organismo de un gramo de proteínas libera 4.2 calorías, mientras que en realidad su energía potencial es superior.

Las necesidades mínimas de prótidos del organismo humano, son del orden de un gramo diario por kilo de peso corporal en los adultos, en los niños el requerimiento es entre 3.5 a 2.5 gramos, para las madres embarazadas los requerimientos son cerca de dos gramos diarios por kiló de peso corporal.

#### GLUCIDOS

Estos constituidos químicamente por oxígeno, carbono, hidrógeno y se les llama también hidratos de carbono, forman unidades llamadas sacáridos, según su número monosacáridos, disacáridos y polisacáridos entre ejemplos de monosacáridos tenemos la glucosa y la fructosa. De los disacáridos sacarosa, lactosa entre los polisacáridos encontramos el almidón y la celulosa.

Las necesidades en el organismo de glúcidos es de 300 a 400 gramos, lo cual representa una reserva energética - de 1,200 a 1,600 calorías, menor a lo que el organismo consume al día pero hay que ver a partir de las grasas y de las - proteínas se forman glúcidos que completan tal reserva.

Si en el organismo existe suficiente cantidad de hidratos de carbono y grasas para poder cubrir las necesidades suficientes energéticas, las proteínas se utilizan en exclusividad al crecimiento y a la reparación de las pérdidas. Cuando los hidratos de carbono son insuficientes, los aminoácidos son convertidos a éstos para ser utilizados como suministro - de energía y su conversión tiene lugar principalmente en el - hígado y cuyo producto final la urea es eliminada a través de los riñones.

#### LIPIDOS

Conocidos también con el nombre de grasas es la reserva de mayor poder energético en el organismo 9.3 calorías por gramo, la composición química es carbono, hidrógeno y oxigeno igual que los hidratos de carbono pero su oxidación proporciona más calorías y esto es debido principalmente a que - en proporción tienen menos oxígeno que éstos. Una de las principales funciones de los lípidos es que se almacenan en gran cantidad, lo cual proporciona un almacenamiento de energías y nos hacen posible aprovechar cuando los requerimientos son insuficientes.

El depósito de grasa en el cuerpo humano es del 15 al 18 % del peso corporal, por lo tanto una persona tiene depósito para unas cuatro semanas.

#### VITAMINAS

Desde el punto de vista nutritivo podemos decir que



aunque el nivel energético de las vitaminas es nulo, son indispensables para el desarrollo y las funciones metabólicas del organismo. El origen de las vitaminas se debe a la necesaria presencia en la dieta de éstas para la conservación de la salud.

El ácido ascórbico o vitamina C, evita la enfermedad llamada escorbuto, ésto lo hacían tomando algún alimento fresco o fruta fresca pero después se dió cuenta la gente que dando sumo de limón a las personas afectadas por el escorbuto pronto se recuperaban; poco después del año 1932 se aisló del limón el ácido ascórbico y posteriormente se sintetizó.

La tiamina o vitamina B<sub>1</sub>, evita la enfermedad llamada beri beri primeramente fue descubierta en el salvado del arroz y éste era rico en aminos, por lo cual se le dió el nombre de vitamina que posteriormente se nombró a todo ese grupo de substancias.

La nicotinamida o niacianamida, evita con el consumo de ésta por el organismo la enfermedad llamada piel áspera se curaba con el consumo de carne y huevos y en el año de 1937 se descubrió que la amina nicotínica tiene una gran eficacia en su curación.

La vitamina D, esta vitamina evita con el consumo de ésta por el organismo la enfermedad del raquitismo, una de las fuentes más importantes es el aceite de hígado de bacalao y también lo es el ejercicio con baños de sol, ya que las radiaciones ultravioleta de la luz solar transforman el ergosterol una substancia que se encuentra en la grasa subcutánea en vitamina D.

La vitamina A, es bastante importante ya que según investigadores dedicados a la tarea de la nutrición admitían

una alimentación a base de proteínas, grasas purificadas, almidón, agua y sales minerales. Pero se dieron cuenta que los animales con ese tipo de alimentación no crecían pero añadiendo mantequilla o yema de huevo se obtenía el crecimiento de los animales. Lo cual realidad no era otra cosa que lo que hoy conocemos como la vitamina A.

Y así sucesivamente fueron encontrándose todas las vitaminas hasta poder identificar más de 32, algunas son esenciales sólo para la nutrición de algunos animales. La nomenclatura utilizada fue la de denominarlas según su descubrimiento A, B, C, D, E, K, también se les denominó relacionándolas con los nombres de las enfermedades originadas por su carencia, vitaminas antirraquítica antineurítica, antiescorbútica, etc., después vino una tercera forma de denominación y es debido a alguna propiedad químico-biológica, niacianamida, tiamina, ácido fólico, riboflavina, piridoxina, acetato de alfa tocoferol, calciferol, etc.

Las vitaminas se dividen en dos grupos de acuerdo a sus distintas solubilidades y a sus características fisiológicas, las solubles en las grasas o liposolubles y las solubles en el agua o hidrosolubles. Las vitaminas liposolubles se absorben junto con los lípidos y pueden almacenarse en cantidades relativamente grandes y éstas no se eliminan con la orina, las vitaminas hidrosolubles se absorben fácilmente, se almacenan poco y se eliminan con la orina. Las liposolubles son la A, D, E y K y las restantes pertenecen a las hidrosolubles.

#### PROTOVITAMINAS

Son sustancias inactivas que el organismo es capaz de convertir en las correspondientes vitaminas, un ejemplo es la llamada carotina que el hígado escinde convirtiéndola en -

vitamina A, el ácido nicotínico el organismo es capaz de convertirlo en amida nicotínica, la vitamina D se forma en el cuerpo humano por la irradiación de ergosterol. Las vitaminas B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, B<sub>6</sub> y B<sub>12</sub> se forman en el intestino por la acción de las bacterias normalmente presentes en el intestino humano en donde también se produce la vitamina K.

#### Requerimientos vitamínicos.

La necesidad mínima diaria de vitaminas es la cantidad menor que ingresando diariamente en el organismo evita la aparición de las manifestaciones de las enfermedades. El ingreso en el organismo debe ser considerando las pérdidas en el preparado de los alimentos, en la dificultad de absorción de éstas por la digestión, y en la variación que existe en la absorción temporal de éstas, enfermedad, crecimiento, embarazo, lactancia, infecciones. La cantidad óptima diaria se obtiene tomando una alimentación balanceada. Cuando no es posible tener una alimentación completa puede ayudarse con multivitamínicos con minerales.

#### MINERALES

Los minerales tienen una gran importancia en la regulación de las funciones del cuerpo humano, y éste no puede tener tan solo una ligerísima variación en su composición de tales minerales.

Sodio. Forma el 90 % de los cationes de los líquidos extracelulares, el cuerpo adulto contiene 92 gramos de sodio, la presión osmótica de los líquidos extracelulares depende casi exclusivamente del sodio disuelto en ellos.

Potasio. Este es un constitutivo muy importante de las células animales y vegetales, es el principal catión de los líquidos intracelulares de la misma manera que el sodio -

lo es de los líquidos extracelulares. El cuerpo adulto contiene 120 gramos de potasio, la excitabilidad de los nervios y de los músculos aumenta cuando sube su concentración en potasio.

**Fierro.** El fierro forma parte esencial de la hemoglobina, pigmento rojo de la sangre indispensable para el transporte del oxígeno desde los alveolos pulmonares a todas las células del organismo, el cuerpo humano contiene de 3 a 5 gramos más de la mitad del cual corresponde a la hemoglobina; el resto forma el hierro de depósito y el circulante.

**Calcio.** Este entra en la composición del esqueleto y de los dientes del cuerpo humano, interviene también en la fisiología neuromuscular, el cuerpo humano adulto contiene aproximadamente 1500 gramos de calcio especialmente en forma de carbonato y fosfato.

**Fósforo.** El fósforo se encuentra ampliamente distribuido en todas las células y líquidos del cuerpo humano interviniendo también en varias reacciones metabólicas. La cantidad de fósforo absorbido por el organismo, por medio de la alimentación, se encuentra en combinación orgánica, la alimentación acostumbrada por el organismo es más que suficiente para absorber la cantidad requerida un gramo por día.

**Magnesio.** Las funciones fisiológicas de este elemento no son conocidas a la fecha, el organismo contiene aproximadamente entre 24 y 26 gramos y se encuentra distribuido en los huesos combinado con el calcio en forma de fosfato y carbonatos, los requerimientos diarios del organismo son de aproximadamente .3 gramos.

**Yodo.** El yodo es indispensable en el organismo para la formación de la hormona tiroidea, su carencia en la alimentación

tación provoca el desarrollo de un bocio y de ser muy intenso signos de hipotiroidismo, los alimentos más ricos en yodo son el pescado y los mariscos, las necesidades diarias no pasan de 200 mcg.

**Cobalto.** La función biológica del cobalto se descubrió al conocerse que entra en la fórmula de la vitamina B<sub>12</sub> cianocobalamina, en los animales hervívoros las bacterias intestinales captan los indicios de cobalto presentes en su alimentación, sintetizando vitamina B<sub>12</sub> que luego es absorbida para el organismo humano; y los de los animales carnívoros la vitamina B<sub>12</sub> depende de la existente en los alimentos.

**Cloro.** El cloro es el principal anión de los líquidos extracelulares y su concentración en el plasma sanguíneo es de 365 miligramos por centímetro cúbico, el cloro es indispensable para la secreción de ácido clorhídrico por la mucosa del estómago, la absorción y eliminación del cloro es similar a la del sodio.

**Fluor.** Este elemento entra en la composición del esmalte dentario y su carencia en el agua y otros alimentos es un factor importante en la génesis de la caries. En algunos países se añaden pequeñas cantidades de fluor al agua destinada a la bebida para evitar el deterioro precoz de los dientes, también se agrega a algunas pastas dentífricas.

## ESPECTOFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA

### Principios de la espectofotometría de absorción atómica.

Comprende el estudio de la absorción de energía radiante por átomos neutros en estado gaseoso.

Una gran parte de la tecnología analítica actual, se basa en la capacidad que poseen algunas sustancias para emitir o absorber radiación electromagnética. Aunque el desarrollo de esta tecnología es relativamente reciente, los principios generales sobre los que se basan se conocen ya muchos años atrás.

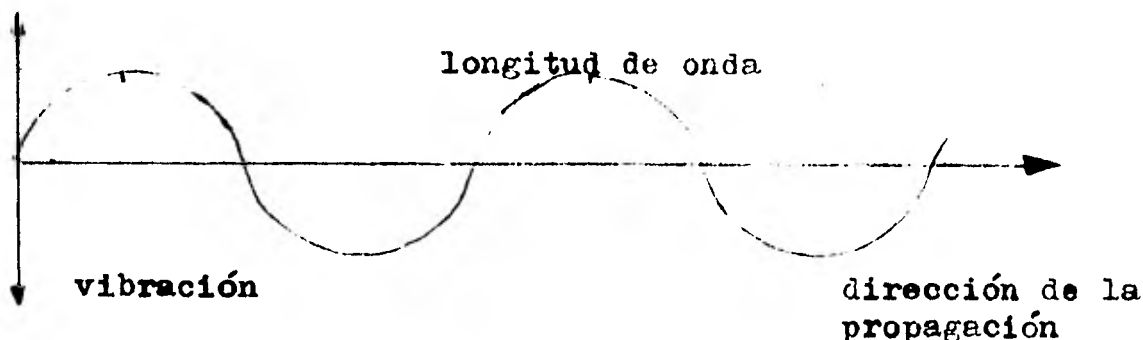
Absorción de la energía radiante. Tanto la emisión como la absorción de energía radiante se efectúa mediante partículas discretas llamadas fotones o cuantos, la energía radiante al viajar por el espacio se considera como una perturbación periódica con componentes eléctricos y magnéticos que pueden interaccionar con la materia, el movimiento ondulatorio que posee la energía radiante es debido a la combinación de la vibración y a la propagación, las ondas de energía radiante pueden describirse en términos de la longitud de onda o de la frecuencia que es el número de ondas que pasan por un punto en la unidad de tiempo. Ciertos efectos se entienden mejor si suponemos que la energía radiante se ve representada como ya dijimos por corriente en forma de paquetes de energía a cada paquete se le llama fotón, la cantidad de energía por quantum varía con la frecuencia de la radiación pero esta es constante para una frecuencia específica, la energía cuantica varía directamente con la frecuencia y para la propagación de la luz en el vacío en forma inversamente proporcional a la longitud de onda. La energía total de una molécula está cons-

tituída por varias componentes, pero en cuanto al aspecto de absorción, principalmente de importancia son: energía rotacional que implica la rotación de la molécula; energía electrónica, esta implica los niveles energéticos ocupados por los electrones de los átomos de las moléculas; energía vibracional, que implica la vibración de átomos de moléculas.

Cuando la energía radiante incide sobre agregados moleculares sólo se producen cambios en los niveles de energía rotacional, vibracional y eléctrica, si la radiación incluye frecuencias con energías cuánticas que correspondan exactamente con los requisitos de la energía de transición.

El espectro electromagnético.

La radiación electromagnética, representa la transferencia y propagación de energía mediante campos de fuerzas eléctricas y magnéticas asociadas y alternantes, sus propiedades ondulatorias pueden describirse como vectores eléctricos y magnéticos perpendiculares entre sí y su movimiento ondulatorio que tiene es debido a la combinación de la vibración y propagación.



Dicho movimiento ondulatorio se caracteriza por las propiedades de frecuencia, velocidad de propagación, longitud de onda, etc. La relación entre estas propiedades está dada por.

$$\bar{V} = \frac{1}{\lambda} = \frac{v}{V}$$

En donde  $\lambda$  es la longitud de onda que es lo que se refiere a la distancia que separa dos crestas de ondas adyacentes,  $\bar{V}$  representa el número de onda y es igual al número de ondas por unidad de longitud,  $v$  representa la rapidez de avance y  $V$  representa el punto en donde un número de ondas atraviesan en la unidad de tiempo denominado frecuencia.

#### INTERACCION ENTRE LA ENERGIA RADIANTE Y LA MATERIA

La energía de un fotón viene dada por la siguiente relación.

$$E = hv = h (c/\lambda)$$

En donde  $E$  viene dada en ergios y es la energía,  $v$  representa la frecuencia en ciclos por segundo,  $h$  es la constante de planck que es igual a  $6.6256 \times 10^{-27}$  ergios segundo.

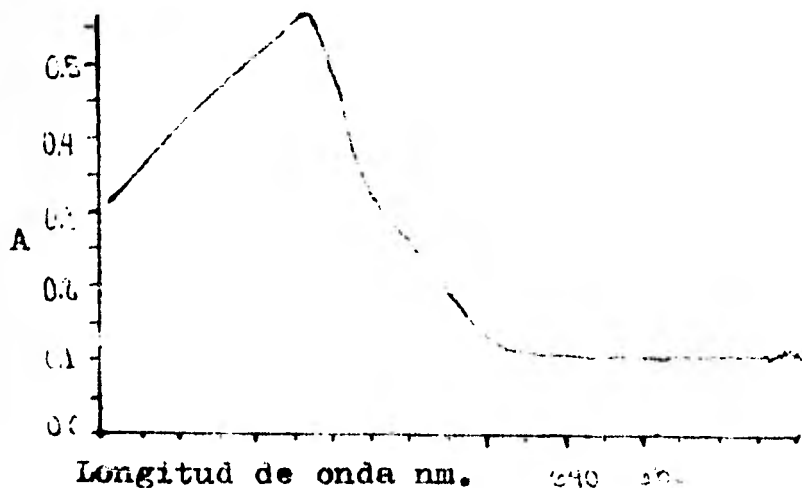
La materia puede absorber radiaciones si la energía de los fotones es la de las frecuencias naturales de valoración de los electrones y de los átomos en las moléculas, luego esta materia que ha absorbido la energía ha pasado a un estado excitado, esta energía total está constituida por varias componentes pero en el aspecto absorciométrico sólo tres son las más importantes: rotacional, electrónica y vibracional, los fotones de energía diferente (de energía radiante de distinta longitud de onda) producen efectos diferentes en el material absorbente, longitudes de onda muy cortas, rayos gamma, rayos cósmicos dan lugar a transformaciones nucleares, los rayos x producen transiciones en los electrones en las capas internas del átomo, la absorción de radiaciones en las zonas ultravioleta y visible del espectro afecta a los electrones en la capa externa (de valencia) en los átomos, la absor-



ción en el infrarrojo próximo altera las vibraciones de las moléculas, la absorción de energía en el infrarrojo lejano y en la región de las microondas se producen alteraciones en la rotación de las moléculas.

La energía absorbida por los átomos, iones o moléculas se disipa rápidamente dentro del material absorbente normalmente en forma de calor, por lo tanto, una substancia absorbe luz sólo cuando la energía de dicha luz corresponde a la energía necesaria para ocasionar algún cambio en la molécula química, por lo cual sólo se absorberá luz de energía y longitud de onda determinada y no se absorberá la luz de otras longitudes de onda.

Variación de la absorción con la longitud de onda, como la materia absorbe energía radiante únicamente en algunas longitudes de onda, es de gran utilidad saber a que longitud de onda de la energía radiante se absorben con mayor fuerza, ésto se hace irradiando la materia con un rayo de una sola longitud de onda y medir la absorción conforme se hace variar la longitud de onda del rayo incidente. Al graficar la absorbancia en función de la longitud de onda, se obtiene un espectro de absorción como el que se ve en la siguiente figura.



Espectro de absorción de tris (1-10 fenantrolina) hierro (II) sulfato.

Los espectros son bastante importantes para seleccionar una longitud de onda adecuada para cuantificar. La longitud de onda adecuada será aquella que deberá estar en el intervalo de longitudes de onda que la sustancia que se va a determinar absorbe fuertemente y que no interfieran otras sustancias que puedan absorber débilmente en esa longitud de onda.

#### ESPECTROFOTOMETRIA DE EMISION DE FLAMA, ABSORCION ATOMICA Y FLUORESCENCIA ATOMICA

Estos tres métodos de análisis son discutidos a continuación, en los tres métodos se introduce la muestra en forma de vapor o nube para hacer el análisis en la flama produciéndose procesos de desolvatación, vaporización y atomización; aquí la distribución de la muestra en la flama es uniforme y ésta a su vez en cualquier porción es representativa.

#### ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA

La introducción de instrumentos de absorción atómica en el campo de la tecnología químico-analítica es de gran importancia, ya que esta cubre el análisis de 67 elementos, los cuales pueden ser detectados en trazas sobre otros elementos a muy alta concentración, para algunas determinaciones los límites de detección están dentro del rango de las partes por billón. La espectroscopia de absorción atómica viene a ser una de las tecnologías preferidas para el análisis de mezclas complejas ya que raramente son necesarias las separaciones químicas, las interferencias espectrales que limitan la aplicación de la espectroscopia de emisión de flama son raramente encontradas en absorción atómica. En la espectroscopia de absorción atómica se hace pasar por la flama una fuente de radiación externa de luz que emite la línea espectral, co-

responsable a la energía necesaria para una transición electrónica del estado normal a un estado excitado. Los gases de la flama se consideran como un medio que contienen átomos libres y no excitados, estando estos a disposición de absorber radiación externa de otro medio y si ésta es la necesaria para llevar un elemento de un estado electrónico normal a un estado de mayor excitación, la energía radiante que no es absorbida pasa al monocromador que separa la línea excitada espectral de la fuente de luz y la envía hacia el detector, la absorción de radiación es proporcional a la concentración de la solución rociada en la flama. La técnica se lleva a cabo sobre la absorción de energía por electrones de valencia de átomos en estado fundamental, consecuentemente las interferencias comunes encontradas son causadas por esos procesos físico-químicos, que inhiben la formación de átomos en la flama en estado excitado.

#### ESPECTROSCOPIA DE EMISION DE FLAMA

La energía térmica derivada de la flama es usada para llevar a los átomos y las moléculas a elevarse a un estado electrónico excitado al regresar a un estado electrónico excitado más bajo, los átomos y las moléculas excitadas emiten radiaciones características de cada elemento, la emisión resultante pasa a través de un monocromador que aísla la característica espectral deseada. La técnica tiene dos desventajas que limita la rutina de aplicación.

- 1.- Baja congregación de átomos en estado excitado típicamente menos de 1 % del total de átomos son excitados a la temperatura normal de flama.
- 2.- Las interferencias espectrales causadas por la presencia de otras especies emitiendo en la misma región espectral.

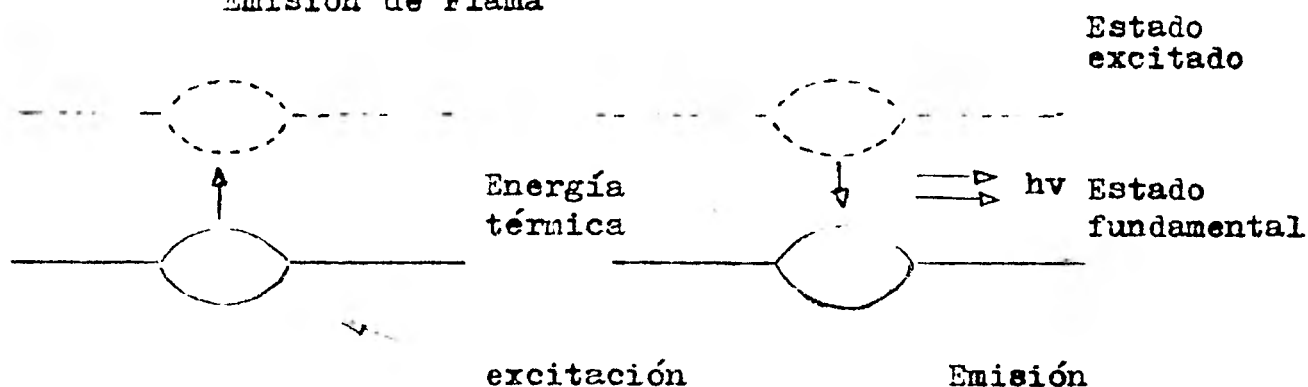
que el elemento de interés.

La correlación entre la intensidad de la emisión y la concentración de la sustancia constituye la base para la evaluación cuantitativa.

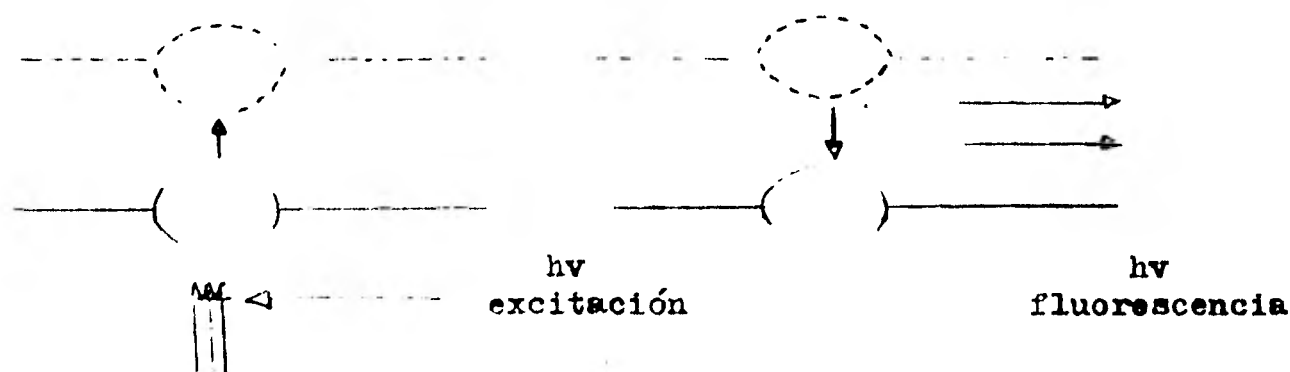
#### ESPECTROSCOPIA DE FLUORESCENCIA ATÓMICA

Involucra una irradiación del vapor atómico en la flama con una fuente de iluminación apropiada colocada a ángulos rectos con la flama y los ejes ópticos del espectrofotómetro, parte de la radiación incidente se absorbe a longitudes de onda que corresponden a las líneas de absorción atómica, inmediatamente después se libera energía como una fluorescencia de longitud de onda característica, la cual se emite en todas direcciones, la intensidad de la fluorescencia es directamente proporcional a la concentración del elemento.

#### Emisión de Flama



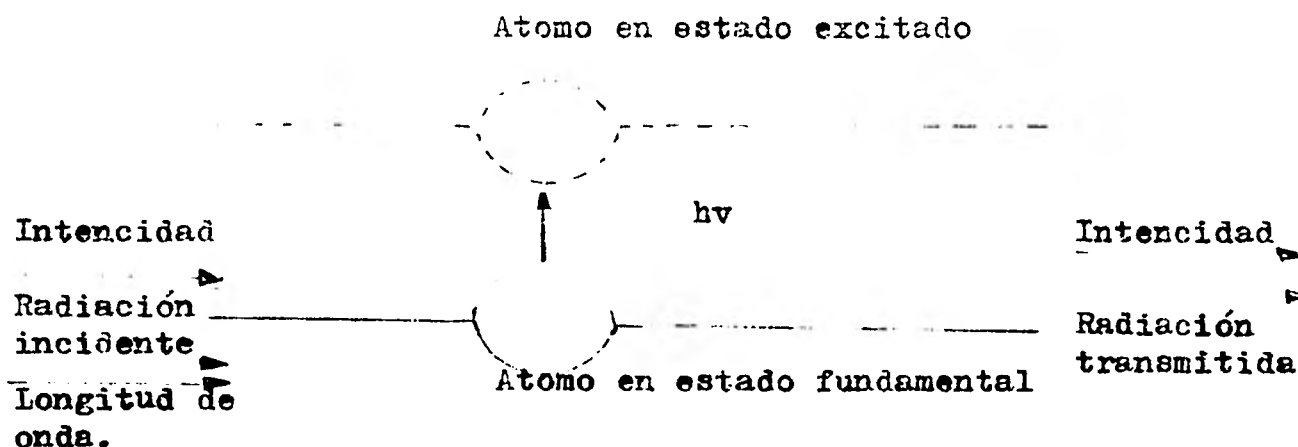
#### Fluorescencia Atómica



## RELACION ENTRE ABSORCION ATOMICA Y ESPECTROSCOPIA DE EMISION DE FLAMA.

Los dos métodos se basan en los hechos que ocurren cuando una muestra se rocía en una flama, pero en la emisión de flama la radiación emitida por los átomos en estado excitado es la que se relaciona con la concentración, mientras que en absorción atómica la radiación absorbida por los átomos no excitados es la que se relaciona, la fracción de átomos excitados es relativamente pequeña en una flama y se relaciona exponencialmente con la temperatura, así mientras que las variaciones de temperatura tienen un gran efecto en el número de átomos excitados, en el número de átomos no excitados es despreciable y mientras que en la absorción atómica se depende únicamente del número de átomos no excitados, la intensidad de absorción no es afectada directamente por la temperatura de la flama. En contraste la intensidad de la emisión depende del número de átomos excitados y ésta es influenciada grandemente por las variaciones de la temperatura. Probablemente un 99 % de los átomos quedan sin excitar y en condiciones de absorber energía radiante de las frecuencias características de sus líneas de resonancia, con transición desde su estado fundamental a un nivel de energía más elevado.

## EXPRESION MATEMATICA DE LA LEY DE BEER



La intensidad de radiación transmitida puede ser representada por la Ley de Beer.

$$I_t = I_0 e^{-kcl}$$

En donde:  $I_0$  = Intensidad de radiación incidente.

$I_t$  = Intensidad de radiación transmitida.

$k$  = Coeficiente de absorción para una longitud de onda.

$c$  = Concentración de átomos absorbentes.

$l$  = Longitud del trayecto de absorción.

Luego:  $\log_{10} \frac{I_0}{I_t} = kcl = \text{absorbancia}$

Esto es, la absorbancia es proporcional a la concentración para la longitud del trayecto de absorción y para una longitud de onda dada.

## INSTRUMENTACION

Los aparatos utilizados para el estudio de absorción o emisión de la radiación en función de la longitud de onda se les denomina espectrofotómetros y las partes principales de las que consta el espectrofotómetro de absorción atómica son: reguladores de presión, rotámetros, quemador, nebulizador,

sistema óptico, detector fotosensible, amplificador, sistema de lecturas con fuentes de energía y la fuente de luz; en sí todas estas partes son las que constituyen un aparato de absorción atómica.

**Reguladores de presión.** Para mantener flujos constantes tanto para el combustible como para el suministro de oxidante, es necesario contar con reguladores de presión que permitan mantener el ambiente térmico constante en la flama del quemador, los combustibles empleados para la flama son: gas natural propano, butano, hidrógeno y acetileno; los oxidantes son: aire, aire oxígeno y óxido nitroso.

**Aire propano.** Muchos de los metales en las series de transición pueden ser determinados en esta flama, los cuales están sujetos a la ionización en flamas muy calientes (1925°C).

**Aire acetileno.** El uso de esta flama tiene un carácter fuertemente en los elementos donde cause parcial ionización en los metales alcalinos (2120-2400°C).

**Oxido nitroso acetileno.** Esta llama tiene un carácter fuertemente reducible además de una temperatura alta (2800°C).

**Aire hidrógeno.** Por lo general esta flama se utiliza en las determinaciones de elementos a flama fría.

**Quemador.** Proporciona energía térmica y aspira la solución de la muestra hacia la flama, presenta por lo regular una rendija de salida larga y estrecha paralela ésta al rayo de propagación del haz que procede de la fuente energética. Los quemadores por lo general son construídos de titanio,

eliminando la posible corrosión. Generalmente el atomizador y el quemador forman una unidad integral, el propósito del atomizador es absorber la muestra y rociarla a la flama a velocidad constante y reproducible. Existen dos tipos de quemadores en espectroscopia de absorción atómica; uno es el de consumo total en el cual el gas combustible, el gas oxidante y la muestra se hacen pasar por canales separados que convergen al sitio en que la flama emerge, la flama que se produce es turbulenta y su sección transversal es pequeña relativamente. El otro tipo de quemador es el de premezclado, aquí el quemador es diseñado para que solamente las partículas finas de la mezcla atomizada entren a la flama; las gotas de mayor tamaño son eliminadas por las mamparas, este quemador produce una flama más tranquila que es más estable y tiene un menor ruido. Además todo este sistema consta de ajuste tanto vertical como horizontal y angular el cual se ajusta para que el rayo de propagación que procede de la fuente energética esté en un punto óptimo.

Monocromador. Su función es desdoblar la radiación policromática en las longitudes de onda en bandas muy angostas, éstos están constituidos por: una rendija de entrada por la que penetra la radiación policromática de la fuente, una lente colimador, un dispersor prisma que desdobla la radiación en las longitudes de onda componentes, lente de enfoque, una rendija de salida. Todas las partes están montadas dentro de una caja hermética a la luz.

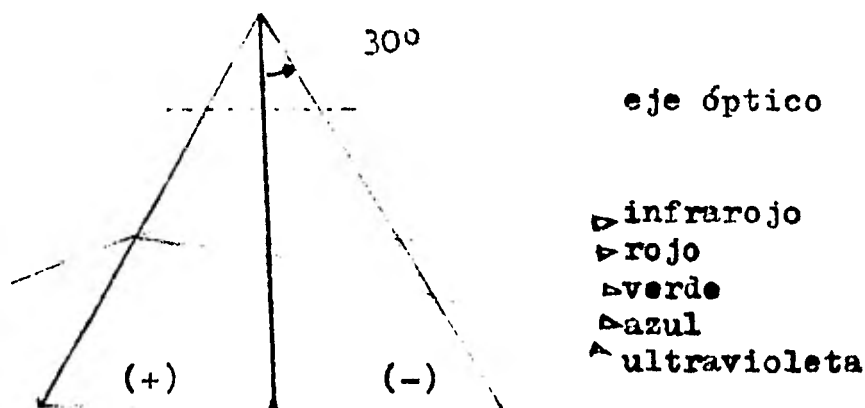
En las rendijas angostas se separan bandas angostas pero el ancho de la rendija también limita el poder radiante que llega al detector, por lo que la sensibilidad del detector puede determinar la anchura mínima de la banda, puesto que las



eficiencias del elemento dispersor es tan importante, veamos los tipos más usados.

Prisma. El material que es usado para los prismas que son utilizados en los monocromadores para los espectros, debe elegirse cuidadosamente para obtener un funcionamiento óptimo, para la región del ultravioleta se usan prismas de cuarzo de sílice fundida hasta de 200 milimicras pueden transmitir radiaciones, aún cuando tienen una débil banda de absorción. Para la región del infrarrojo se utilizan materiales cristalinos iónicos, las regiones de absorción de estos materiales se pueden deducir de la masa de sus átomos, ya que la frecuencia de absorción es inversamente proporcional a las masas. Los átomos ligeros absorben las longitudes de onda menores y los pesados a longitudes de onda mayores.

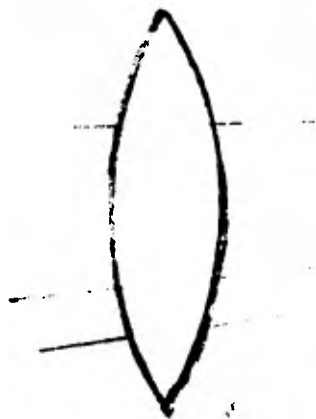
Dispersión mediante un prisma. El prisma de cuarzo de Cornu común, es aquel con un cuarzo levógiro de  $30^\circ$  y otro de cuarzo dextrógiro ambos forman uno de  $60^\circ$ , las dos piezas se compensan ópticamente entre sí y evitan birrefringencia de la radiación al atravesar el prisma, esto es característico del cuarzo que hace que para cada frecuencia de luz aparezcan dos imágenes.



PRISMA DE CORNU

Prisma de Littrow. Es un prisma de  $30^\circ$  permitiendo el paso de la radiación en dos direcciones, evitando lo mismo que en el de Cornu, la birrefringencia cubre un gran número de longitud de onda entre 2000 y 8000 A para que tenga utilidad en otras regiones espectrales, es necesario hacer varios ajustes de la mesa del prisma, si sólo se trabaja en la región visible puede usarse un prisma de vidrio pues es obtenida mayor dispersión.

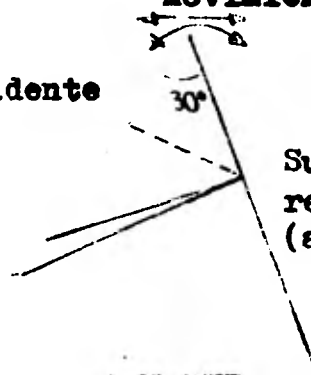
Lente de enfoque



Radiación incidente

Radiación dispersada

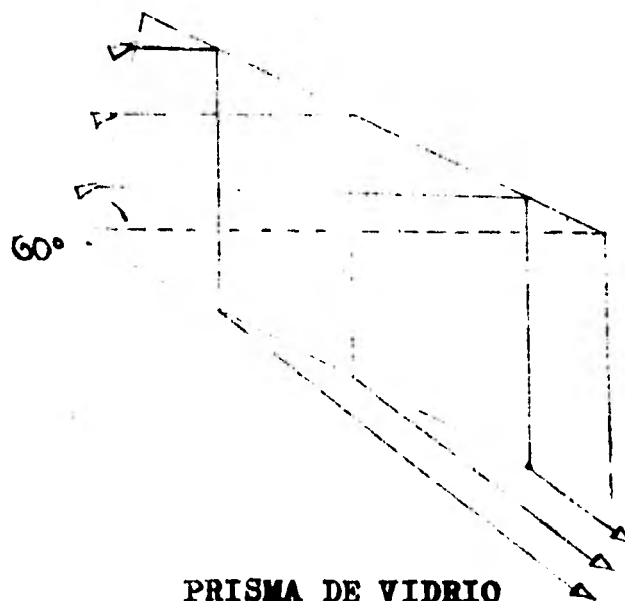
Movimientos de enfoque



Superficie de reflexión (aluminada)

PRISMA DE LITROW

Rayo colimado



Movimiento de la tabla prismática.

A los lentes - del telescopio.

PRISMA DE VIDRIO

## REJILLAS DE DIFRACCION

Las rejillas de difracción-reflexión son superficies aluminizadas de alta reflexión con un gran número de surcos paralelos de igual distancia, se utilizan en los aparatos de absorción. Las rejillas normales tienen entre 600 y 2000 líneas por milímetro dependiendo de la región del espectro para las cuales se usan. Las rejillas de reflexión tienen dispersión angular lineal en toda la región de la radiación dispersada, con una rendija de salida de ancho constante, el monocromador de rejilla proporciona un ancho de banda constante en todo lo ancho de la región de aplicación, por lo que tanto la dispersión angular lineal como el ancho de banda en los aparatos de rejilla es una gran ventaja que tienen sobre los aparatos de prisma pues éstos ahí tienen grandes variaciones.

Lentes y espejos. Se utilizan para colimar y enfocar la radiación el material que se usa para los lentes debe de ser transparente a la radiación que se emplee, los espejos se usan principalmente para la región del infrarojo debido a que la mayoría de los materiales no son suficientemente transparentes a la radiación infraroja ocasionando pérdida de energía. Los espejos esféricos o parabólicos fuera del eje sirven para colimar y para enfocar, reemplazando a los lentes, con los espejos no se tiene el problema de una transmitancia variable aunque la reflexión de los recubrimientos metálicos varía con la longitud de onda.

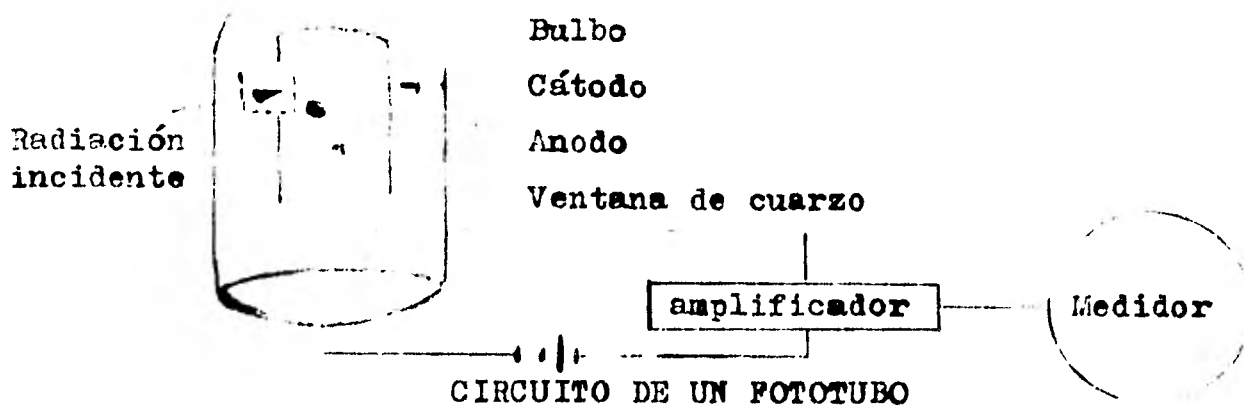
## DETECTORES

En los espectrofotómetros el sistema de medición de la energía radiante de la luz transmitida debe poseer las si-

guientes características. Linealidad de la respuesta con la energía de radiación, sensibilidad, tiempo de respuesta, dependencia de la respuesta sobre la frecuencia, facilidad de dirección de la salida a la amplificación y gran estabilidad. Ya que es el dispositivo el que produce una señal a la respuesta de la radiación, se utilizan por lo general algunos tipos de detectores fotoeléctricos y se subdividen en fototubos y celdas fotovoltaicas.

Fototubos. Constituidos por: una cubierta de vidrio evacuada, un cátodo semicilíndrico con una superficie interna recubierta por algún compuesto que tenga electrones con una fuerza de unión relativamente pequeña y un ánodo central.

La radiación entra y choca contra la superficie fotoemisora del cátodo, los fotones se absorben y transfieren su energía a los electrones de pequeña fuerza de unión de la superficie del material, los electrones se escapan de dicha superficie y se reúnen en el ánodo haciendo que la corriente fluya en el circuito. Si la reunión de los electrones se efectúa 100 % en eficiencia la corriente del fototubo es proporcional al poder radiante de la radiación incidente y también depende la magnitud de la fotocorriente del voltaje aplicado a los electrodos.



## CELDA FOTOVOLTAICA

Generalmente constituida por un semiconductor en capa delgada como el óxido cuproso sobre una capa metálica de cobre, al ser expuesta a la radiación de la luz los electro-nes fluyen del semiconductor hacia el metal dando una salida ya sea como corriente o como fuerza electromotriz.

## AMPLIFICADORES

Desde el punto de vista de la electrónica, el con-trol de flujo electrónico, es uno de los problemas que se han podido controlar entre los sistemas de control o dispositivos entre los cuales tenemos el diodo y el triodo.

El diodo: En la operación de este dispositivo el control del flujo electrónico es función del potencial del ánodo con relación al cátodo, según la corriente que se ha de conducir se va a utilizar un tipo de diodo que manejará los voltajes de funcionamiento requerido y la frecuencia en que se encuentre.

El funcionamiento es el siguiente: Los electrones que se evaporan del cátodo viajan hacia el ánodo cuando es lo suficientemente positivo, el ánodo tiene función dual sirviendo como dispositivo de control para la corriente electrónica a través del tubo y recolector de electrones, la cantidad considerable de energía cinética y de atracción liberada por los electrones al chocar contra el ánodo, debe disiparse en su mayor parte en la forma de radiación, más aun las posibilidades para mantener un control preciso del flujo electrónico con los sistemas que usan diodos son limitadas, por lo cual se introdujo un tercer electrodo o sea el triodo.

El triodo. Este dispositivo es introducido para ob-tener una regulación sensible y perfectamente controlada del

flujo electrónico, este dispositivo es obtenido por la adición de un tercer electrodo y una rejilla de control, por lo general esta rejilla funciona con un potencial negativo, la consecuencia de este potencial negativo hace que se altere el campo electrostático y el campo entre el cátodo y la rejilla se reduzca mientras que el campo entre la rejilla y el ánodo se incrementa, por lo tanto aquí en el triodo la tensión en la rejilla predomina y no de la tensión anódica como sucede en el diodo.

Las señales que provienen de los detectores son pequeñas, por lo cual éstas se tienen que amplificar en magnitud para así ser posible su medición por lo cual al recibirse la señal de entrada del circuito del componente sensible al amplificador pasa a través de un medidor de flujo electrónico, que luego produce una señal de salida que es mucho mayor que la señal de entrada, las señales tanto de entrada como de salida de un amplificador normalmente son diferencias de potencial eléctrico.

Para poder cuantificar esto, se emplea un sistema de medición (amperímetro) que se encarga de medir la corriente eléctrica del circuito de salida, si la escala tiene 100 divisiones, aplicando la Ley de Ohm el voltaje de salida

$$E' = i \text{ salida} \times R'$$

$R'$  = La resistencia del circuito de salida, y  
Lectura del medidor proporcional a  $i$  salida proporcional a  $E'$ .

$E'$  es proporcional a  $i$  del fototubo.

Para que sea válida la proporcionalidad total, se requiere del amplificador una ampliación lineal, es decir.

$$E' = E \times K \quad K = \text{Ganancia del amplificador}$$

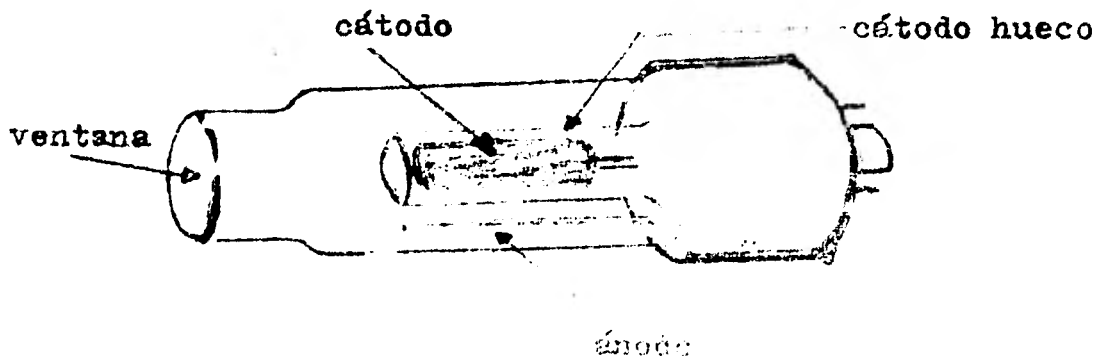
## FUENTES DE RADIACION

La fuente de energía radiante en la fotometría de absorción atómica, está constituida principalmente por el cátodo que está completamente protegido por una camisa de vidrio, que mantiene la descarga del cátodo cerca del cátodo para producir líneas de resonancia con alta pureza espectral.

Las ventanas son ya sea de pyrex o de cuarzo directamente selladas, seleccionadas para suministrar resonancia óptima en la línea de transmisión.

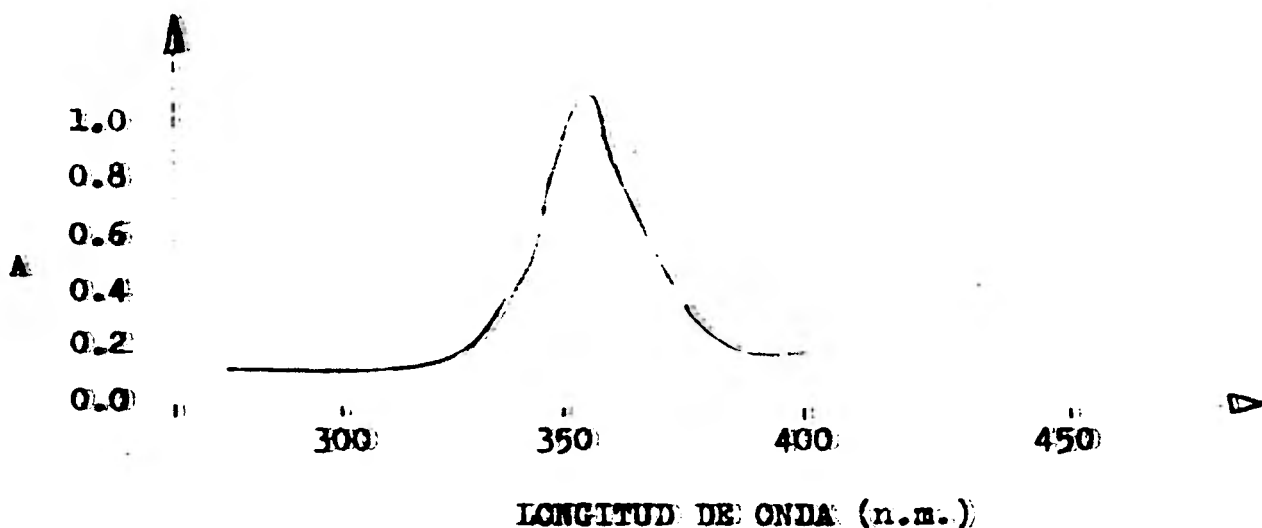
Estas fuentes de radiación, emiten líneas de resonancia, las longitudes de onda para las líneas espectrales son tomadas de las tablas de: Spectral Line Intensities U.S. Department of Commerce, National Bureau of Standards Monograph 32.

Esta fuente de radiación está constituida por el elemento que se quiere determinar, al someter esta fuente a una excitación eléctrica se produce la emisión de una radiación formada por sus frecuencias características. En la determinación de los elementos no alcalinos la fuente es un tubo de descarga o una lámpara, en que el cátodo es cilíndrico y está formado por el elemento en cuestión, el tubo cerrado contiene como gas portador argón o helio a baja presión, aplicando un potencial a los electrodos se produce una emisión catódica de radiación característica del material del cátodo.



### SELECCION DE LA LONGITUD DE ONDA

Todas las especies absorbentes generan una absorbancia en función de una longitud de onda específica, a esta longitud de onda el cambio de absorbancia por cambio unitario de concentración es máximo, obteniéndose así la máxima sensibilidad; en la siguiente gráfica se ilustra dicha relación.



### INTERFERENCIAS QUÍMICAS

La formación de átomos en estado fundamental, puede ser impedida por dos formas generales de interferencia química, siendo éstas:

- 1.- Disociación incompleta de compuestos.
- 2.- Ionización.

#### DISOCIACION INCOMPLETA DE COMPUESTOS

La más común forma de estas interferencias, es la formación en la flama de ciertos compuestos refractarios como fosfato de calcio y fluoro tantalato de potasio, tales inter-



ferencias forman compuestos que no son completamente disociados a la temperatura de la flama, luego impiden la formación de átomos neutros en estado fundamental.

Cuando se establece una técnica analítica se usa - el siguiente método para checar las interferencias químicas:

- (i) Preparar un conjunto de soluciones de variados niveles de interferencias.
- (ii) Tomar lecturas de absorbancias de cada solución.
- (iii) Graficar los resultados.

Cuando son encontradas interferencias, el siguiente procedimiento para optimización de la estequiometría de la flama es recomendada. Preparar dos patrones de calibración teniendo la misma concentración del elemento a analizar, uno será preparado con agua destilada y el otro será preparado con el material que corresponda a la muestra a analizar. Prenda la flama y mida la absorbancia de ambas soluciones, ajuste la posición del quemador para máxima absorbancia con la solución que contenga el material de la solución a analizar y ajuste el flujo de combustible hasta que la absorbancia de ambas soluciones sean idénticas o lo más cercanas posible, este procedimiento involucra óptima estequiometría de flama y minimiza los efectos de interferencia dando exactitud y precisión, ahora si las interferencias siguen y no pueden ser compensadas existen cuatro maneras de poder realizarlo.

- 1.- Usar una flama de alta temperatura, cuando los compuestos son insuficientemente disociados en flamas frías, una flama de alta temperatura como la de óxido nitroso-acetileno puede ser usada en estos casos, ya que suministra suficiente energía térmica para así causar una completa disociación, por ejemplo las interferencias de calcio sobre alu-

minio pueden ser nulificadas al usar una flama de óxido - nitroso-acetileno para disociar el aluminato de calcio refractario encontrado en las flamas frías.

- 2.- Extracción del elemento a analizar: Cuando las interferencias asumen serias proporciones, es posible extraer el elemento a analizar dentro de un medio orgánico. Este debe tener alta selectividad por lo que es necesario que las interferencias y el elemento a analizar se encuentren por separado, por ejemplo las interferencias de potasio sobre tantalum pueden ser evitadas por extracción del tantalum como un complejo fluorado dentro de metil-isobutilcetona, esto previene la formación del fluoro tantalato de potasio refractario.
- 3.- Extracción de la interferencia. Es posible quitar las interferencias por extracción orgánica de la solución, una alta especificidad y extracción cuantitativa no es siempre necesaria. Por ejemplo en la determinación de trazas de metal en fierro, el exceso de fierro puede ser extraído en acetato de isobutilo con el complejo clorado. Este análisis de trazas puede ser llevado a la solución acuosa libre del fierro.
- 4.- Uso de agentes liberadores. La formación de algunos compuestos refractarios pueden ser prevenidos por la adición de excesos de otros elementos que combinándose con la interferencia las nulificará. Por ejemplo en la determinación de calcio, lantanum o nitrato de estroncio puede ser adicionado a la solución conteniendo fósforo, el calcio será determinado en una flama aire-acetileno sin interferencias permitirá la formación de fosfato de calcio.

## IONIZACION

Altas temperaturas de flama semejantes como aire-acetileno u óxido nitroso-acetileno, pueden causar apreciable ionización del elemento a analizar, los alcalis y metales alcalino-terreos son más susceptibles a la ionización que los elementos de transición. El control de ionización del elemento a analizar es necesario adicionar un adaptable catión, teniendo un potencial de ionización más bajo que el elemento a analizar. La adición de elementos ionizantes como sodio, potasio se cesio a concentraciones entre 2000 y 5000 mcg/ml. crea un exceso de electrones en la flama y suprime efectivamente la ionización en el elemento analizante.

Cuando se investigan niveles de ionización, es recomendable graficar absorbancia del elemento a analizar, contra el eliminador de ionización y viendo cuando los cambios en la concentración del eliminador de ionización no afectan la absorbancia del elemento a analizar.

### POTENCIALES DE IONIZACION DE ALGUNOS METALES

<u>METAL</u>	<u>POTENCIAL DE IONIZACION</u> <u>eV</u>
Al	6.0
Ba	5.2
Be	9.3
Ca	6.1
Cs	3.9
K	4.3
Mg	7.6
Na	5.1
Sr	5.7
Tb	6.2

## LOS GRADOS DE IONIZACION TIPICOS

<u>METAL</u>	<u>CONCENTRACION</u> <u>Mcg/ml.</u>	<u>PORCENTAJE DE IONIZACION</u>	
		<u>AIRE ACETILENO</u>	<u>OXIDO NITROSO</u> <u>ACETILENO</u>
Al	100	-	10
Ba	30	0	88
Be	2	-	0
Ca	5	3	43
Mg	2	0	6
Sr	5	13	84
Tb	15	-	20

## OPTIMIZACION DE LA FLAMA

## I. Fuente de luz y óptica.- Optimización de la energía.

## 1.- Lámparas de cátodo hueco

## 1.1. Corriente

## 1.2. Alineación

## 2.- Longitud de onda

## 3.- Banda espectral (amplitud de la ventana (Slit)).

## II. Quemador/Nebulizador

## 1.- Alineación del quemador

## 1.1. Rotacional

## 1.2. Horizontal

## 1.3. Vertical

## 2.- Ajuste de la esfera de impacto.

## 3.- Ajuste de la mezcla del combustible/oxidante.

## 4.- Ajuste del nebulizador.

## PROCEDIMIENTO DE LA OPTIMIZACION DE LA FLAMA

## I. Fuente de luz/Optica

## 1.- Dejar paso libre al haz de luz, bajando el quemador.

## 2.- Seleccionar la corriente de la lámpara de cátodo hueco.

- 3.- Seleccionar un paso de banda angosto.
- 4.- Seleccionar la longitud de onda.
- 5.- Alineación de la lámpara de cátodo hueco.
- 6.- Cambiar el ancho de la banda al recomendado por el - análisis.
- 7.- Reajustar la ganancia y ajustar a cero el instrumento. Los puntos 4 y 5 se ajustan para obtener máxima lectura - de energía.

NOTA: Si la aguja del medidor se sale de la escala ajustar la ganancia para mantenerla dentro de la escala.

## II. Levantar el quemador hasta obstruir el haz de luz de la - lámpara.

- 1.- Dará una lectura de absorbancia en el medidor digital, bajar lentamente el quemador hasta obtener la lectura de cero en el medidor digital.
- 2.- Encienda la flama recomendada según el análisis.
- 3.- Aspire el blanco y calibre el espectrofotómetro a 0.
- 4.- Mientras aspira una solución patrón, haga los siguientes ajustes, observando el lector digital para obtener máxima lectura de absorbancia.
  - a) Ajustar la posición horizontal de la cabeza del - quemador.
  - b) Ajustar en posición rotatoria la cabeza del quemador.
  - c) Ajustar la posición vertical de la cabeza del quemador bajándolo para obtener máxima lectura.
  - d) Ajustar la esfera de impacto.
  - e) Ajustar el flujo del combustible (algunas veces - será requerido el ajuste del oxidante).
  - f) Si se tiene un nebulizador variable, ajustarlo a -

máxima lectura de absorbancia.

- 5.- Los ajustes de optimización, requieren una frecuente verificación del blanco (cero absorbancia), ésto asegura que el incremento de absorbancia mientras se aspira la solución patrón, es debida al elemento de interés y no al incremento de la absorbancia del blanco durante el procedimiento de ajuste del quemador.
- 6.- La posición rotacional de la cabeza del quemador, puede requerir un reajuste después de haber sido ajustada la posición horizontal o viceversa.
- 7.- La posición vertical del quemador, el flujo del combustible y la esfera de impacto pueden requerir un reajuste, si alguno de ellos ha sido modificado.

## APLICACIONES EN ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

En la espectroscopia de absorción atómica, existe - en la actualidad un gran número de aplicaciones para determinación de elementos, debido a la facilidad y exactitud del - análisis, así como al tiempo y a la cantidad de elementos a - determinar tanto directamente como indirectamente. Además al campo de acción ya que es usado en: Geología, Aguas, Análisis Clínicos y Toxicológicos, Agricultura, Calidad del Aire, etc. y además en otros campos que a continuación se numeran con su aplicación y los elementos a analizar de interés.

**GEOLOGIA:** Aplicación en análisis en rocas, arenas y suelos.

Preparación de la muestra.

- 1.- HF/H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>
- 2.- LiBO<sub>2</sub> fusión.
- 3.- Disolución en ácidos
- 4.- Extracción en ácidos orgánicos.

Elementos de interés: Si, Fe, Al, Mg, Cu, Zn, Pb, K, Na, Ca, Ag, Hg, Au, W.

**AGUAS :** Aplicación en análisis de agua potable, agua para agricultura, agua para uso industrial, agua de mar.

Preparación de la muestra.

- 1.- Precaución para evitar contaminaciones.
  - a) Lavar los recipientes con ácidos y detergentes no metálicos.
  - b) Almacenar en recipientes preferentemente de polietileno.
- 2.- Filtración o no filtración.
- 3.- Preparación con acidificación a PH = 2.
- 4.- Los metales suspendidos pueden ser digerados

sobre  $\text{HNO}_3$  concentrado.

Los elementos de interés son: Si, Fe, Al, Mg, Cu, Zn, Pb, K, Na, Ca, Ag, Hg, Au, W, As, Se, Bi, Cr, Co, U, Ni, Sb, Cd, Mo, Li y otros.

**CLINICOS Y TOXICOLOGICOS:** Aplicación en análisis de sueros, sangre y orina.

La preparación de la muestra.

- 1.- Sangre, digestión en  $\text{HNO}_3$ .
- 2.- Suero  $\text{HClO}_4$ .
- 3.- Orina, extracción con metil-isobutil-cetona.

Los elementos de interés son: Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn, Cr, Mn, Mo, Co, U, Se, Ni, Li, Sr, Au, Pb, Hg, As, Tl, Cd, B, Sb, Al.

**AGRICULTURA:** Aplicación en el área plantas, abono para la tierra, fertilizantes, alimentos para animales. Preparación de la muestra.

- 1.- Conversión a residuos ignición por  $500^\circ\text{C}$  - por doce horas con HCL.
- 2.- Digestar con mezcla de ácidos HF/ $\text{HBO}_3$ .
- 3.- Extracción con ácidos u orgánicos.
- 4.- Preparación para evitar interferencias.

Los elementos de interés son: Ca, Mg, K, Na, Cu, Fe, Mn, Zn, Si, Al, Cr, Co, Mo, Li, Rb, Sr, Cd, Pb.

**CALIDAD DEL AIRE:** Aplicación en el área de aire industrial, medio ambiente, estudios de contaminación e higiene.

Preparación de la muestra.

- 1.- Filtración a bajo volumen e directamente - por atomización o extracción (ácidos orgá-



nicos).

2.- Extracción.

Los elementos de interés son: Pb, Cd, As, Hg, Tl, Al, Be, Ca, Co, Cr, Fe, Mg, Mn, Ni, Zn.

**PETROLEO** : Aplicaciones en el área de crudos, Gas residual, - gas refinado, aceites lubricantes, metales en aceites.

Preparación de la muestra:

1.- Dilución con solventes orgánicos: a) keroseno, b) isopropanol, c) metil-isobutil-cetona, d) n Heptano, e) xileno.

2.- Secado y obtención de cenizas.

Los elementos de interés son: Ca, Fe, Mg, Na, Ni, Ba, V, Pb, Zn, Cu, Al, Ag, Cr, Si, Sb.

**CARBON DE PIEDRA**: Aplicación en el área de: industria del carbón.

Preparación de la muestra:

1.- Molienda y pulverizado.

2.- Cenizas.

3.- Fusión, disolución en  $\text{HNO}_3$ .

Los elementos de interés son: Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Si, Sr, Ti, Zn.

**ELECTROPLANTAS**: Aplicaciones en el área de: Semiconductores.

Preparación de la muestra:

1.- Dilución en ácidos.

Los elementos de interés son: Au, Ag, Cu, Ni, Pd, Pt.

**METALURGIA:** Aplicaciones en el área de: Aleaciones, aceros y metales.

Preparación de la muestra:

- 1.- Disolución en  $\text{HNO}_3$ .
- 2.- Extracción con solventes.

Los elementos de interés son: Cu, Zn, Al, Pb, Sn, Fe, Ni, Ti, Zr, Si, Au, Pt, Pd, Bi, As.

**ALIMENTOS:** Aplicaciones en el área de: Bebidas, cereales, - granos, productos de la leche, huevos, frutas, ve getales, carnes, pescados, azúcar, aceites, ali- mentos enlatados y otros.

Preparación de la muestra:

- 1.- Solubilidad química hidrólisis.
- 2.- Extracción.
- 3.- Reducción a cenizas.
- 4.- Dilución para evitar interferencias.

Los elementos de interés son: Ca, Mg, Na, K, Zn, Co, Cr, Mo, Sr, Ba, Fe, As, Se, Pb, Cd, Sn, Al.

**FORENSE:** Aplicaciones en: Criminalística, residuos de es- copeta o arma. Toxicología: envenenamiento.

Preparación de la muestra:

- 1.- Lavar primero con ácido diluido.
- 2.- Extracción con ácidos u orgánicos.
- 3.- Análisis de cabello, mano, etc.

Los elementos de interés son: Ba, Sb, As, Tl, Td, Cd, Al, Ag, Cr, Cu, Ni.

**FARMACEUTICA:** Aplicaciones en: Electrolitos, polvos, table- tas, dosis, sueros, etc.

Preparación de la muestra:

- 1.- Disolución (ácido)

2.- Disolución en ácidos.

3.- Disolución para evitar interferencias.

Los elementos de interés son: Ca, Mg, Sr, Ba, Zn, Na, K, Cu, Au, Hg, Fe, Co, Si, As, Cd, Pb, Mn, I, Cl.

III.

TECNICAS ANALITICAS

ENSAYO PARA CALCIO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCIÓN ATÓMICA

1.- EQUIPO

1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica Varian 110 o equivalente, equipado con lámpara de calcio de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

2.1. Solución de lantano: Disolver 44 gr. de óxido de lantano grado reactivo exactamente pesado en un matraz volumétrico de 1000 ml., adicionar 500 ml. de ácido clorhídrico 1N, disolver y luego diluir con ácido clorhídrico 1N mezclar bien, filtrar - esta solución a través de papel filtro No. 1 - antes de usar.

2.2. Solución blanco de lantano: Pipetear 10 ml. de la solución de lantano dentro de un matraz volumétrico de 100 ml., diluya con agua destilada a volumen y mezclar bien.

2.3. Preparación del patrón de calcio: Adicionar 10 ml. de solución patrón de calcio para absorción atómica de 1000 mcg. por ml. a un matraz volumétrico de 100 ml. y adicionar 1 ml. de ácido clorhídrico. Diluya a volumen con agua y mezcle para obtener la preparación de calcio de 100 mcg/ml.

2.4. Preparación de la muestra:

2.4.1. Para líquidos.

2.4.1.1. Medir exactamente Q ml. y transferir a un matraz volumétrico de -  
500 ml.

2.4.1.2. Proceder de acuerdo con el punto 4.

2.4.2. Para sólidos.

2.4.2.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pesar exactamente Q gr. y transferir a un matraz volumétrico de 500 ml.

2.4.2.2. Proceder de acuerdo con el punto 4.

2.4.3. Para unidad de dosis.

2.4.3.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transfiera cuantitativamente a un matraz volumétrico de 500 ml.

2.4.3.2. Proceder de acuerdo con el punto 4.

2.5 Preparación de la curva patrón:

2.5.1. Adicionar 10 ml. de la solución de lantano a cada uno de los matraces a utilizar.

2.5.2. Adicionar 0, 1, 2, 3, 4 y 5 ml. de la solución patrón de calcio a 6 matraces volumétricos de 100 ml.

2.5.3. Diluir los matraces volumétricos con agua destilada a volumen y mezclar bien.

2.5.4. La concentración de estas soluciones serán de 0, 1, 2, 3, 4 y 5 mcg/ml. de calcio.

3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDADAS

Absorción Atómica.

Condiciones de trabajo fijas.

Corriente de la lámpara 3.5 mA

Combustible Acetileno

Soporte Aire

Estequiometría de la flama Reducida roja, en el cono.

## Condiciones de trabajo variables.

Longitud de onda	nm.	422.7	239.9
Paso de banda	nm.	0.5	0.2
Rango óptimo de trabajo mcg/ml.		1 - 4	200 - 800

## 4.- PREPARACION DE LA MUESTRA

- 4.1. Adicionar al matraz 80 ml. de ácido clorhídrico y 200 ml. de agua destilada agitar por 30 minutos.
- 4.2. Adicionar al matraz 10 ml. de solución de lantano, mezclar bien y llevar a volumen con agua destilada volviendo a mezclar bien.

## 5.- PROCEDIMIENTO

- 5.1. Medir la absorción de la serie patrón.
- 5.2. Construir una gráfica de concentración (Ca mcg/ml.) contra absorción.
- 5.3. Medir la absorción de la muestra de preparación y determine la concentración de la serie patrón.

## 6.- CALCULOS

- 6.1. Para líquidos:

$$\text{mg/ml. de calcio} = \text{mcg/ml. de calcio} \times \frac{500}{Q} \times \frac{1}{1000}$$

- 6.2. Para sólidos:

$$\text{mg/mg. de calcio} = \text{mcg/ml. de calcio} \times \frac{500}{Q} \times \frac{1}{1000}$$

- 6.3. Para Unidad de dosis:

$$\text{mg/unidad de dosis de calcio} = \text{mcg/ml de calcio} \times \frac{500}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO DE MAGNESIO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica Varian 110 o equivalente, equipado con lámpara de magnesio de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

2.1. Solución de lantano: Disolver 44 gr. de óxido de lantano grado reactivo exactamente pesado en un matraz volumétrico de 1000 ml. con 500 ml. de ácido clorhídrico 1N, diluir a volumen con ácido clorhídrico 1N y mezclar bien, filtrar esta solución a través de un papel filtro del No. 1 antes de usarla.

2.2. Blanco de lantano: Pipetear 10 ml. de la solución de lantano dentro de un matraz volumétrico de 100 ml., diluir a volumen con agua destilada y mezclar bien.

2.3. Preparación del patrón: Pipetear 10 ml. de la solución de magnesio para espectroscopia de absorción atómica 1000 mcg/ml. a un matraz volumétrico de 100 ml., adicionar 1 ml. de ácido clorhídrico, diluir a volumen con agua destilada y mezclar, luego pipetear 50 ml. de esta solución a un matraz volumétrico de 100 ml., adicionar 1 ml. de ácido clorhídrico y diluir a volumen con agua destilada, esta solución tendrá una concentración de 50 mcg/ml. de magnesio.

2.4. Preparación de la muestra:

2.4.1. Para líquidos.

2.4.1.1. Medir exactamente Q ml. y transfe-



rir a un matraz volumétrico de 500 ml.

2.4.1.2. Proceder de acuerdo con el punto 5.

2.4.2. Para sólidos.

2.4.2.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pesar exactamente Q gr. y transferir a un matraz volumétrico de 500 ml.

2.4.2.2. Proceder de acuerdo con el punto 5.

2.4.3. Para unidad de dosis.

2.4.3.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transfiera cuantitativamente a un matraz volumétrico de 500 ml.

2.4.3.2. Proceder de acuerdo con el punto 5.

### 3.- PREPARACION DE LA CURVA PATRON

3.1. Adicionar 10 ml. de la solución de lantano a cada uno de los matraces a utilizar.

3.2. Adicionar 2, 4, 6, 8 y 10 ml. de la solución patrón a 5 matraces volumétricos de 100 ml.

3.3. Diluir con agua destilada cada uno de los matraces y mezclar bien.

3.4. La concentración de las soluciones preparadas tendrán 1, 2, 3, 4 y 5 mcg/ml.

3.5. Ajuste el aparato a 0 en absorbancia con el blanco de lantano.

### 4.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDADAS

Absorción Atómica.

Condiciones de trabajo fijas.

Corriente de la lámpara 3.5 mA.

Combustible Acetileno

Soporte	Aire		
Estequiometría de la flama	Oxidante		
Condiciones de trabajo variables.			
Longitud de onda	nm.	285.2	202.6
Paso de banda	nm.	0.5	1
Rango de trabajo óptimo	mcg/ml.	0.1 - 0.4	5 - 20

#### 5.- PREPARACION DE LA MUESTRA

- 5.1. Adicionar al matraz 80 ml. de ácido clorhídrico y 200 ml. de agua destilada y agitar por 30 minutos.
- 5.2. Adicionar al matraz 10 ml. de solución de lantano, mezclar bien y llevar a volumen con agua destilada.

#### 6.- PROCEDIMIENTO

- 6.1. Medir la absorción de la serie de la preparación - patrón.
- 6.2. Construir una gráfica de concentración (Mg mcg/ml.) contra absorción.
- 6.3. Medir la absorción de la muestra de preparación y - determinar la concentración de la gráfica patrón.

#### 7.- CALCULOS

- 7.1. Para líquidos.

$$\text{mg/ml. de magnesio} = \text{mcg/ml. de Mg} \times \frac{500}{Q_{\text{ml}}} \times \frac{1}{1000}$$

- 7.2. Para sólidos.

$$\text{mg/mg. de magnesio} = \text{mcg/ml. de Mg} \times \frac{500}{Q_{\text{gr}}} \times \frac{1}{1000}$$

- 7.3. Para dosis.

$$\text{mg/unidad de dosis de magnesio} = \text{mcg/ml. de Mg} \times \frac{500}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO PARA POTASIO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado con lámpara de potasio de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

2.1. Solución patrón de potasio.

2.1.1. Pesar exactamente 1.907 gr. de cloruro de potasio seco y transferir a un matraz volumétrico, diluir a volumen con agua destilada a los 1000 ml.

2.2. Solución de trabajo.

2.2.1. Pipetear 10 ml. de la solución patrón de potasio en un matraz volumétrico de 100 ml., - diluir a volumen con agua destilada y mezclar.

2.3. Patrones de trabajo.

2.3.1. Patrón No. 1. 1 ml. de la solución de trabajo, 2 ml. de cloruro de cesio al 5 %, diluir en un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada mezclar bien, esta solución contiene una concentración de 1 mcg/ml. de potasio.

2.3.2. Patrón No. 2. 2 ml. de la solución de trabajo, 2 ml. de cloruro de cesio al 5 %, diluir en un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada mezclar bien, esta solución tendrá una concentración de 2 mcg/ml. de potasio.

2.3.3. Patrón No. 3. 3 ml. de la solución de trabajo, 2 ml. de cloruro de cesio al 5 %, diluir en un matraz volumétrico de 100 ml. con agua

destilada, mezclar bien, esta solución tendrá una concentración de 3 mcg/ml. de potasio.

2.3.4. Patrón No. 4. 4 ml. de la solución de trabajo, 2 ml. de cloruro de cesio al 5 %, diluir en un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada, mezclar bien, esta solución tendrá una concentración de 4 mcg/ml. de potasio.

2.4. Preparación de la muestra: Las soluciones finales tendrán una concentración aproximada entre 0 y 5 -- mcg/ml.

2.4.1. Para líquidos.

2.4.1.1. Mida exactamente Q ml. y transfiera a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.4.1.2. Proceder de acuerdo al punto 2.4.4.

2.4.2. Para sólidos.

2.4.2.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pese exactamente Q gr. y transfiera a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.4.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.4.4.

2.4.3. Para dosis.

2.4.3.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transfiera cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.4.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.4.4.

2.4.4. Preparación de la muestra.

2.4.4.1. Adicionar alrededor de 300 ml. de agua y 3 ml. de ácido clorhídrico -

al matraz volumétrico y mezclar bien.

2.4.4.2. Diluir a volumen con agua destilada y filtrar la solución a través de un filtro Millipore.

### 3.- CONDICIONES RECOMENDADAS DE TRABAJO

#### Absorción Atómica

Longitud de onda	769.0 nanómetros
Paso de banda	1.0 nanómetros
Combustible	Acetileno
Soporte	Aire
Estequiometría de la flama	Reducida

### 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorbancia de la serie de preparación patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (K mcg/ml.) contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y determine la concentración en la gráfica.

### 5.- CALCULOS

#### 5.1. Líquidos.

$$\text{mg/ml. de potasio} = \text{mcg/ml. de K} \times \frac{1000}{Q_{\text{ml.}}} \times \frac{1}{1000}$$

#### 5.2. Sólidos.

$$\text{mg/mg. de potasio} = \text{mcg/ml. de K} \times \frac{1000}{Q_{\text{gr.}}} \times \frac{1}{1000}$$

#### 5.3. Unidad de dosis.

$$\text{mg/unidad de dosis de potasio} = \text{mcg/ml. de K} \times \frac{1000}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO PARA YODO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

Esta determinación es indirecta por espectroscopia de absorción atómica, por la estimación del contenido de potasio en la muestra, ya que por lo general en multivitamínicos el fármaco va en forma de yoduro de potasio, por lo cual la técnica para el ensayo de potasio por espectroscopia de absorción atómica a servirá para tal efecto.

1.- EQUIPO

Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado con lámpara de potasio de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

2.1. Solución patrón de potasio.

2.1.1. Pesar exactamente 1.907 gr. de cloruro de potasio seco y transferir a un matraz volumétrico, diluir a volumen con agua destilada a los 1000 ml.

2.2. Solución de trabajo.

2.2.1. Pipetear 10 ml. de la solución patrón de potasio en un matraz volumétrico de 100 ml., diluir a volumen con agua destilada y mezclar.

2.3. Patrones de trabajo.

2.3.1. Patrón No. 1. 1 ml. de la solución de trabajo, 2 ml. del cloruro de cesio al 5 %, diluir en un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada, mezclar bien, esta solución tendrá una concentración de 1 mcg/ml. de potasio.

2.3.2. Patrón No. 2. 2 ml. de la solución de traba-

jo, 2 ml. de cloruro de cesio al 5 %, diluir en un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada, mezclar bien, esta solución tendrá una concentración de 2 mcg/ml. de potasio.

2.3.3. Patrón No. 3. 3 ml. de la solución de trabajo, 2 ml. de cloruro de cesio al 5 %, diluir en un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada, mezclar bien, esta solución tendrá una concentración de 3 mcg/ml. de potasio.

2.3.4. Patrón No. 4. 4 ml. de la solución de trabajo, 2 ml. de cloruro de cesio al 5 %, diluir en un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada, mezclar bien, esta solución tendrá una concentración de 4 mcg/ml. de potasio.

2.4. Preparación de la muestra: Las soluciones finales tendrán una concentración aproximada entre 0 y 5 mcg/ml.

2.4.1. Para líquidos.

2.4.1.1. Mida exactamente Q ml. y transfiera a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.4.1.2. Proceder de acuerdo al punto 2.4.4.

2.4.2. Para sólidos.

2.4.2.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pese exactamente Q gr. y transfiera a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.4.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.4.4.

## 2.4.3. Para dosis.

2.4.3.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transfiera cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.4.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.4.4.

## 2.4.4. Preparación de la muestra.

2.4.4.1. Adicionar alrededor de 300 ml. de agua y 3 ml. de ácido clorhídrico al matraz volumétrico y mezclar bien.

2.4.4.2. Diluír a volumen con agua destilada y filtrar la solución a través de un filtro Millipore.

## 3.- CONDICIONES RECOMENDADAS DE TRABAJO

## Absorción Atómica

Longitud de onda 769.0 nanómetros

Pase de banda 1.0 nanómetros

Combustible Acetileno

Soporte Aire

Estequiometría de la flama Reducida

## 4.- PROCEDIMIENTO

4.1. Medir la absorbancia de la serie de preparación patrón.

4.2. Construir una gráfica de concentración (K mcg/ml.) contra absorción.

4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y determine la concentración en la gráfica.

## 5.- CALCULOS

Para los cálculos de la cantidad de yodo presente en las muestras, se tomará la siguiente relación.



## 5.1. Líquidos.

$$\text{mg/ml. de yodo} = \text{mcg/ml. K} \times \frac{126.9044}{39.1020} \times \frac{1000}{Q \text{ ml.}} \times \frac{1}{1000}$$

## 5.2. Sólidos.

$$\text{mg/mg. de yodo} = \text{mcg/ml. K} \times \frac{126.9044}{39.1020} \times \frac{1000}{Q \text{ gr.}} \times \frac{1}{1000}$$

## 5.3. Unidad de dosis.

$$\text{mg/unidad de dosis de yodo} = \text{mcg/ml. de potasio} \times$$

$$\frac{126.9044}{39.1020} \times \frac{1000}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO PARA SODIO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica Varian 110 o equivalente, equipado con lámpara de sodio de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

2.1. Solución patrón de sodio: Pesar exactamente 2.542 gr. de cloruro de sodio seco grado reactivo, transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., disolver y diluír a volumen con agua destilada, esta solución contiene 1000 mcg/ml.

2.2. Curva patrón de sodio.

2.2.1. Patrón No. 1. Pipetear 10 ml. de la solución patrón de sodio y llevar a un matraz de 1000 ml., de aquí diluír 5 ml. y llevar a un matraz volumétrico de 100 ml. con agua destilada, mezclar bien, esta solución tendrá una concentración de .5 mcg/ml.

2.2.2. Patrón No. 2. Pipetear 10 ml. de la solución patrón de sodio y llevar a un matraz de 100 ml., diluír a volumen con agua destilada, de aquí tomar 1 ml. y llevar a un matraz volumétrico de 100 ml., diluír a volumen con agua destilada, esta solución tendrá una concentración de 1 mcg/ml. de sodio.

2.2.3. Patrón No. 3. Pipetear 20 ml. de la solución patrón de sodio, llevar a un matraz volumétrico de 1000 ml., diluír a volumen con agua destilada, de aquí tomar 10 ml. y llevar a -

un matraz volumétrico de 100 ml., diluir a volumen con agua destilada, esta solución tendrá una concentración de 2 mcg/ml. de sodio.

2.2.4. Patrón No. 4. Pipetear 25 ml. de la solución patrón y llevar a un matraz volumétrico de 100 ml., diluir a volumen con agua destilada de aquí tomar 1 ml. y llevar a un matraz volumétrico de 100 ml., diluir a volumen con agua destilada, esta solución tendrá una concentración de 2.5 mcg/ml. de sodio.

2.2.5. Patrón No. 5. Pipetear 3.5 ml. de la solución patrón de sodio, llevar a un matraz volumétrico de 1000 ml., diluir con agua destilada a volumen, esta solución tendrá una concentración de 3.5 mcg/ml. de sodio.

### 2.3. Preparación de la muestra:

2.3.1. Pipetear 1 ml. de la muestra y llevar a un matraz volumétrico de 100 ml., diluir con agua destilada y mezclar bien, tomar de aquí 4 ml. y llevar a un matraz volumétrico de 100 ml., diluir con agua destilada y mezclar bien.

(Esto es específico para solución de vitaminas con NaCl al 0.9 %).

#### 2.3.2. Para líquidos.

2.3.2.1. Mida exactamente Q ml. y transfiera a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.3.2.2. Proceder de acuerdo con el punto 2.3.5.

## 2.3.3. Para sólidos.

2.3.3.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pese exactamente Q gr. y transfiera a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.3.3.2. Proceder de acuerdo con el punto - 2.3.5.

## 2.3.4. Para unidad de dosis.

2.3.4.1. Reducir N unidad de dosis a polvo fino y transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.3.4.2. Proceder de acuerdo con el punto - 2.3.5.

## 2.3.5. Preparación de la muestra.

2.3.5.1. Adicionar alrededor de 300 ml. de agua y 3 ml. de ácido clorhídrico al matraz volumétrico y mezclar bien.

2.3.5.2. Diluir a volumen con agua destilada y después de mezclar, filtrar la solución a través de un filtro Millipore.

## 3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDABLES.

Corriente de la lámpara	5 mA.
Combustible	Acetileno
Soporte	Aire
Ancho de la banda	.2 nm.

## Condiciones variables.

Longitud de onda (nm.)	589	589.6
Banda espectral (nm.)	.2	.2
Rango de trabajo (mcg/ml.)	.15 - .6	.5 - 5

## 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de la serie de la preparación - patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (Na mcg/ml.) contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y de termine la concentración de la curva patrón.

## 5.- CALCULOS

## 5.1. Líquidos.

$$\text{mg/ml. de sodio} = \text{mcg/ml. de Na} \times \frac{1000}{Q \text{ ml.}} \times \frac{1}{1000}$$

## 5.2. Sólidos.

$$\text{mg/g. de sodio} = \text{mcg/ml. de Na} \times \frac{1000}{Q \text{ gr.}} \times \frac{1}{1000}$$

## 5.3. Unidad de dosis.

$$\text{mg/unidad de dosis de sodio} = \text{mcg/ml. de Na.} \times \frac{1000}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO DE ZINC POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con lámpara de zinc de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

2.1. Solución patrón de zinc: Pesar exactamente 100 mg. de zinc metálico material de referencia grado reactivo, agregar a un matraz volumétrico de 1000 ml. - agregue agua destilada hasta aproximadamente 100 - ml., posteriormente edicione ácido nítrico 10 ml., agite el frasco ocasionalmente hasta que la evolu-- ción de hidrógeno cese, cuando no existan gránulos visibles de zinc, tape el matraz y agite por 30 minutos, lleve luego a volumen con agua destilada, - esta solución tendrá una concentración de 1000 - mcg/ml. de zinc.

2.2. Preparación de la curva patrón de zinc.

2.2.1. Preparar soluciones conteniendo 0, 0.5, 1.0, - 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0, 5.0 y 6.0 mcg/ml. de zinc. Para la preparación de esta serie tome de la solución patrón de zinc de 100 mcg/ml. 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 y 60 ml. y - llevar a matraces volumétricos de 1000 ml., - diluír a volumen con agua destilada mezclando perfectamente.

Adicionar ácido clorhídrico 1 % volumen/volumen a las soluciones patrón para cuestiones - de estabilidad.

2.3. Preparación de la muestra: Las soluciones finales -

tendrán concentraciones aproximadas entre 0 y 6 -  
mcg/ml.

2.3.1. Para líquidos.

2.3.1.1. Exactamente mida Q ml. y transfiera  
a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.3.1.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

2.3.2. Para sólidos.

2.3.2.1. Reducir una cantidad de muestra a -  
polvo fino, pesar exactamente Q gr.  
y transfiera a un matraz volumétrico  
de 1000 ml.

2.3.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

2.3.3. Para dosis.

2.3.3.1. Reducir N unidades de dosis a polvo  
fino y transfiera cuantitativamente  
a un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.3.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

2.3.4. Preparación de la muestra.

2.3.4.1. Adicionar alrededor de 300 ml. de  
agua y 3 ml. de ácido clorhídrico -  
al matraz volumétrico y mezclar -  
bien.

2.3.4.2. Diluír a volumen con agua destilada  
mezclar bien, después filtrar la so-  
lución a través de un filtro Milli-  
pore.

3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDADAS

Absorción Atómica

Condiciones de trabajo fijas.

Corriente de la lámpara.

5 mA

Combustible		Acetileno
Soporte		Aire
Estequiometría de la flama		Oxidante
Condiciones de trabajo variable.		
Longitud de onda (nm.)	213.9	307.6
Ancho de banda (nm.)	1.0	1.0
Rango de trabajo (mcg/ml.)	0.5 - 2	2 - 1000

#### 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de la serie de la preparación patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (Zn mcg/ml.) contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y determine la concentración de la curva patrón.

#### 5.- CALCULOS

##### 5.1. Líquidos.

$$\text{mg/ml. de zinc} = \text{mcg/ml. de Zn} \times \frac{1000}{Q \text{ ml.}} \times \frac{1}{1000}$$

##### 5.2. Sólidos.

$$\text{mg/gr. de zinc} = \text{mcg/ml. de Zn} \times \frac{1000}{Q \text{ gr.}} \times \frac{1}{1000}$$

##### 5.3. Unidad de dosis.

$$\text{mg/unidad de dosis de zinc} = \text{mcg/ml. de zinc} \times \frac{1000}{N} \times \frac{1}{1000}$$



ENSAYO DE ARSENICO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con lámpara de arsénico de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

2.1. Solución Patrón de arsénico.

2.1.1. Disolver 132 mg. de trióxido de arsénico grado reactivo que previamente fue pulverizado y secado sobre un desecador de ácido sulfúrico y exactamente pesado en 5 ml. de una solución (1 en 5) de hidróxido de sodio, en un matraz volumétrico de 1000 ml. Neutralizar la solución con ácido sulfúrico diluido y adicionar 10 ml. del mismo en exceso, diluir con agua destilada recientemente hervida a volumen y mezclar bien.

2.2. Preparación de la curva patrón de arsénico.

2.2.1. Transferir 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10 ml. de la solución patrón de arsénico a matraces volumétricos de 1000 ml., adicionar 10 ml. de ácido sulfúrico diluido y diluir con el agua destilada recientemente hervida a cada uno de los diez matraces, estas soluciones tendrán una concentración de 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9 y 1.0 mcg/ml. de arsénico, almacenarse en recipientes de vidrio. Usar estas soluciones máximo a sus 3 días de su preparación.

2.3 Preparación de la muestra.

- 2.3.1. Se podrán detectar concentraciones entre 0 y 1 mcg/ml.
- 2.3.2. Para líquidos.
  - 2.3.2.1. Medir exactamente Q ml. y transferir a un matraz Earlemeyer de 500 ml.
  - 2.3.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.
- 2.3.3. Para sólidos.
  - 2.3.3.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pesar exactamente Q gr. y transferir a un matraz Earlemeyer de 500 ml.
  - 2.3.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.
- 2.3.4. Para dosis.
  - 2.3.4.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transferir a un matraz Earlemeyer de 500 ml.
  - 2.3.4.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.
- 2.3.5. Preparación de la muestra.
  - 2.3.5.1. Adicionar 5 ml. de ácido sulfúrico y digeste sobre una plancha caliente hasta que se carbonice la muestra, siga agregando ácido sulfúrico hasta un total de 10 ml., después de que la muestra ha sido inicialmente descompuesta por el ácido, adicionar con precaución y gota a gota peróxido de hidrógeno al 30 %, quitar el matraz y recalentar entre goteo y goteo, mezclando después de

cada adición, rote el matraz para evitar que se adhiera la muestra, mantenga la oxidación hasta que la muestra pase a un color café ó oscuro con adición de peróxido de hidrógeno continuando hasta que la materia orgánica sea descompuesta, -- ésto se verá hasta que los vapores de trióxido de sulfuro desaparezcan y la solución sea incolora, enfriar con precaución y adicionar 10 ml. -- de agua, evaporar repitiendo el ex- perimento hasta la remoción de cual- quier traza de peróxido de hidróge- no, adicionar 10 ml. de agua lavan- do las paredes del matraz.

2.3.5.2. Llevar a un matraz volumétrico de - 500 ml., diluír a volumen con agua destilada y si es necesario filtrar la solución a través de un filtro - Millipore.

### 3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDADAS

Absorción Atómica

Condiciones fijas

Corriente de la lámpara

5 mA

Combustible

Acetileno

Soporte

Aire

Flama

Reducida

Condiciones variables

Longitud de onda (nm)	193.7	197.2
Banda espectral (nm)	1.0	1.0
Rango de trabajo (mcg/ml.)	50 - 200	60 - 250

#### 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de la serie de la preparación - patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (As mcg/ml.) contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y - determine la concentración de la gráfica patrón.

#### 5.- CALCULOS

##### 5.1. Líquidos

$$\text{mg/ml. de arsénico} = \text{mcg/ml. de As} \times \frac{500}{Q \text{ ml.}} \times \frac{1}{1000}$$

##### 5.2. Sólidos.

$$\text{mg/gr. de Arsénico} = \text{mcg/ml. de As} \times \frac{500}{Q \text{ gr.}} \times \frac{1}{1000}$$

##### 5.3. Unidad de dosis.

$$\text{mg/unidad de dosis de arsénico} = \text{mcg/ml. de As} \times \frac{500}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO PARA CADMIO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

- 1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con lámpara de cadmio.

2.- REACTIVOS

- 2.1. Solución patrón de cadmio. Cadmio metálico exactamente pesado 1 gr., referencia grado reactivo, agregue a un matraz volumétrico de 1000 ml., disuelva en ácido nítrico aproximadamente 30 ml. luego agregue 100 ml. de agua destilada, agite por 30 minutos y lleve a volumen con agua destilada, esta solución tendrá una concentración de 1000 mcg/ml., tomar 1 ml. de esta solución y llevar a un matraz de 1000 ml. volumétrico, diluir a volumen con agua destilada, esta solución tendrá una concentración igual a 1000 partes por billón.
- 2.2. Solución de dietilditiocarbamato de sodio. Preparar una solución en agua al 1 % peso sobre volumen.
- 2.3. Solución de azul de timol. Prepare una solución en agua al 0.5 % peso sobre volumen, mezclar bien y filtrar de cualquier insoluble.
- 2.4. Metilisobutilcetona.
- 2.5. Acido nítrico concentrado.
- 2.6. Acido clorhídrico concentrado y 0.5 N (42 ml. de ácido clorhídrico a volumen con agua en un matraz volumétrico de 1000 ml.).
- 2.7. Hidróxido de amonio 5 N., diluir 33 ml. de hidróxido de amonio a volumen en un matraz volumétrico de 100 ml., mezclar bien.

2.8. Tartrato de sodio y potasio ( $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), preparar una solución 1M por disolver 282.2 gr. en 1000 ml. de agua destilada.

2.9. Preparación de la muestra.

a) Reducción a cenizas.

- 1.- Pipetear 10 ml. de la muestra dentro de un matraz Erlenmeyer y evaporar a sequedad sobre un baño de vapor.
- 2.- Adicionar 5 ml. de ácido nítrico y caliente sobre una plancha caliente aproximadamente entre  $400^\circ\text{C}$  y no permita que ocurra chapoteo.
- 3.- Cuando la sustancia carbonice remueva el frasco a temperatura ambiente.
- 4.- Adicionar 5 ml. de ácido nítrico más y continúe calentando.
- 5.- Repetir los pasos 3 y 4 cuantas veces sea necesario hasta que después de la evaporación permanezca una ceniza blanca libre de cualquier aspecto amarillento, el tiempo necesario para llegar a este paso final es entre 12 y 13 horas.

b) Extracción y reextracción.

- 1.- Disolver la ceniza blanca con varias gotas de ácido clorhídrico y alrededor de 10 ml. de agua destilada.
- 2.- Transferir la solución a un separador Funnel de 125 ml. con lavados de agua.
- 3.- Adicionar 40 ml. de tartrato de sodio y potasio 1M y 0.5 ml. de azul de timol al 0.5 %.

- 4.- Ajuste el PH entre 8 y 9 adicionando hidróxido de amonio hasta un color de verde a azul, si ocurre precipitación adicione más tartrato de sodio y potasio hasta que la solución sea clara.
- 5.- Adicione 1 ml. de dietilditiocarbamato de sodio.
- 6.- Adicionar 20 ml. de metil-isobutil-cetona y equilibrar por dos minutos por agitación moderada en el separador Funnel, permita que las fases se separen y descargue la capa acuosa de la parte de abajo.
- 7.- Adicionar 10 ml. de agua y equilibrar por 30 segundos por agitación moderada y dejar que se separen las capas, descargue la capa inferior correspondiente a la fase acuosa.
- 8.- Adicionar 10 ml. de 0.5 N ácido clorhídrico y equilibre por 2 minutos, drenar la capa acuosa en un matraz volumétrico de 25 ml.
- 9.- Adicionar otros 10 ml. de 0.5 N ácido clorhídrico y drenar la capa acuosa dentro del mismo matraz volumétrico de 25 ml., deseché la capa orgánica, diluir con ácido clorhídrico 0.5 N a volumen y mezclar bien.
- 10.- Preparar un blanco y un patrón de cadmio (curva) y seguir con el mismo procedimiento tanto en el blanco como en las soluciones patrón. Puntos del 3 al 10 (la concentración de la curva patrón 20, 40, 80 y 120 partes por billón).

## 3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDADAS

## Absorción Atómica

Longitud de onda	228.8 nm.
Flama	Reducida
Ancho de banda	.5 nm.
Soporte	Aire
Combustible	Acetileno
Lámpara	Cadmio

## 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de la serie patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (Cd ppb) contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y de termine la concentración de la curva patrón.

## 5.- CALCULOS

$$\frac{\text{Lectura de la muestra} - \text{Lectura del blanco}}{\text{Lectura del patrón} - \text{Lectura del blanco}} \times \text{concentración del patrón}$$

$$\times \frac{25}{10} = \text{ppb de cadmio.}$$



ENSAYO DE COBRE POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con lámpara de cobre de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

2.1. Solución patrón de sulfato cúprico. Disolver 1.57 - gr. de sulfato cúprico puro pentahidratado exactamente pesado en un matraz volumétrico de 200 ml. y lleve a volumen con agua destilada.

2.2. Estandarizar la solución como sigue:

Transferir una alícuota de 50 ml. a un matraz Earle meyer, adicionar 3 ml. de ácido acético glacial, - 50 ml. de agua destilada y 3 gr. de yoduro de potasio. Titular el yoduro liberado con tiosulfato de sodio 0.1 N usando almidón como indicador.

Cálculos:

Gr. de sulfato cúprico/50 ml. = ml. de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  x N  
x .2497.

$\frac{0.3928}{\text{gr. de sulfato cúprico/50 ml.}}$  x 50 (ml. requeridos para diluir a 100 ml.)

Cada ml. de la dilución final contiene 1000 mcg. de cobre.

Preparación del patrón.

Preparar soluciones patrón conteniendo 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12 y 14 mcg/ml. de cobre por dilución de 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12 y 14 ml. de la solución patrón a 1000 ml. con agua destilada, adicionar ácido clorhídrico 1 % v/v a las preparaciones patrón para cuestiones de estabilidad.

2.3. Preparación de la muestra. Las soluciones finales - tendrán concentraciones aproximadas entre 0 y 14 - mcg/ml.

2.3.1. Para líquidos.

2.3.1.1. Exactamente mida Q ml. y transfiera a un matraz volumétrico de 500 ml.

2.3.1.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

2.3.2. Para sólidos.

2.3.2.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pese exactamente Q gr. y transfiera a un frasco volumétrico de 500 ml.

2.3.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

2.3.3. Para unidad de dosis.

2.3.3.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transfiera cuantitativamente a un matraz volumétrico de 500 ml.

2.3.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

2.3.4. Preparación de la muestra.

2.3.4.1. Adicionar alrededor de 300 ml. de agua y 3 ml. de ácido clorhídrico - al matraz volumétrico y mezclar - bien.

2.3.4.2. Diluír a volumen con agua destilada y filtrar la solución a través de - un filtro Millipore.

### 3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDABLES

Absorción Atómica

Condiciones de trabajo fijas

Corriente de la lámpara

3.5 mA

Combustible		Acetileno	
Soporte		Aire	
Estequiometría de flama		Oxidante	
Condiciones de trabajo variables:			
Longitud de onda (nm.)	324.7	327.7	217.9
Ancho de banda (nm.)	.5	.2	.2
Rango de trabajo (mcg/ml.)	2 - 8	6 - 24	15 - 60

#### 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de la serie de la preparación patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (Cu mcg/ml.) contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y de termine la concentración de la curva patrón.

#### 5.- CALCULOS

Para sulfato de cobre pentahidratado.

##### 5.1. Líquidos

$$\text{Sulfato de cobre } 5\text{H}_2\text{O} = \text{mcg/ml. de Cu} \times \frac{249.68}{63.456} \times \frac{\text{mg/ml.}}{\text{mg/ml.}}$$

$$\frac{500}{Q \text{ ml.}} \times \frac{1}{1000}$$

##### 5.2. Sólidos.

$$\text{CuSO}_4 5\text{H}_2\text{O mg./gr.} = \text{mcg/ml. de Cu} \times \frac{249.68}{63.456} \times \frac{500}{Q \text{ gr.}}$$

$$\frac{1}{1000}$$

##### 5.3. Unidad de dosis.

$$\text{CuSO}_4 5\text{H}_2\text{O mg/unidad de dosis} = \text{mcg/ml. de Cu} \times$$

$$\frac{249.68}{63.456} \times \frac{500}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO PARA PLOMO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

- 1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado -  
con lámpara de plomo de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

- 2.1. Solución patrón de plomo. Disolver 159.8 mg. de ni-  
trato de plomo en 100 ml. de agua destilada al cual  
se le agrega 1 ml. de ácido nítrico en un matraz -  
volumétrico de 1000 ml., mezcle bien diluyendo con  
agua, almacene esta solución en recipientes de vi-  
drio libres de sales solubles de plomo.

- 2.2. Preparación de la curva patrón de plomo. Diluir 10  
ml. de la solución patrón de plomo y llevar a un ma-  
traz volumétrico de 100 ml. diluyendo con agua des-  
tilada, cada ml. de esta solución contiene 10 mcg.  
de plomo, diluir 0, 2, 4, 6, 8 y 10 ml. en matraces  
volumétricos de 100 ml. y diluir a volumen con agua  
destilada, estas soluciones tendrán concentraciones  
de 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 y 1.0 mcg/ml.

- 2.3. Preparación de la muestra.

- 2.3.1. Las soluciones finales tendrán concentracio-  
nes aproximadas entre 0 y 1 mcg/ml.

- 2.3.2. Para líquidos.

- 2.3.2.1. Medir exactamente 0 ml. y transfe-  
rir a un crisol de porcelana.

- 2.3.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.

- 2.3.3. Para sólidos.

- 2.3.3.1. Reducir una cantidad de muestra a -  
polvo fino, pesar exactamente 0 gr.

y transferir a un crisol de porcelana.

2.3.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.

2.3.4. Para unidad de dosis.

2.3.4.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transferir cuantitativamente a un crisol de porcelana.

2.3.4.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.

2.3.5. Preparación de la muestra:

2.3.5.1. Quemar la muestra hasta que esté completamente carbonizada.

2.3.5.2. Adicionar 3 ml. de ácido sulfúrico, caliente con cuidado hasta la desaparición de trióxido de azufre, si es necesario repita el experimento y queme hasta que el residuo de ignición sea blanco, humedezca el residuo con una gota de ácido clorhídrico, adicione 10 ml. de agua caliente y digeste por 2 minutos.

2.3.5.3. Pasar la solución a un matraz volumétrico de 500 ml., lavando el crisol con 3 porciones de 10 ml. de agua destilada, diluir a volumen y si es necesario filtrar la solución a través de un filtro Millipore.

### 3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDABLES

Absorción Atómica

Condiciones fijas

Corriente de la lámpara

7 mA

Combustible	Acetileno		
Soporte	Aire		
Estequiometría de flama	Oxidante		
Condiciones variables			
Longitud de onda (nm.)	217.0	263.3	261.4
Ancho de banda (nm.)	1.0	0.5	0.5
Rango de trabajo (mcg/ml.)	0 - 20	10 - 40	40 - 200

#### 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de las series de preparación patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (Pb mcg/ml.) contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y determine la concentración de la curva patrón.

#### 5.- CALCULOS

##### 5.1. Líquidos.

$$\text{mg/ml. de plomo} = \text{mcg/ml. Pb} \times \frac{500}{Q \text{ ml.}} \times \frac{1}{1000}$$

##### 5.2. Para sólidos.

$$\text{mg/gr. de plomo} = \text{mcg/ml. Pb} \times \frac{500}{Q \text{ gr.}} \times \frac{1}{1000}$$

##### 5.3. Para dosis.

$$\text{mg/unidad de dosis de plomo} = \text{mcg/ml. de Pb} \times \frac{500}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO DE MANGANESO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

- 1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con lámpara de manganeso de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

- 2.1. Solución patrón de manganeso.

2.1.1. Transferir 1 gr. de manganeso metálico alta pureza exactamente pesado a un matraz volumétrico de 1000 ml., añadir ácido nítrico 1:1 (aproximadamente 65 ml.), agitar hasta disolverse y diluir a volumen con agua destilada, mezclar bien, esta solución tendrá una concentración de 1000 mcg/ml. de manganeso.

- 2.2. Preparación de la curva patrón de manganeso.

2.2.1. Transferir 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 y 6 ml. de la solución patrón de manganeso de 1000 mcg/ml. y llevar a matraces volumétricos de 1000 ml., llevar a volumen con agua destilada, tapar y mezclar perfectamente, estas soluciones tendrán concentraciones de 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 y 6.0 mcg/ml. de manganeso.

- 2.3. Preparación de la muestra.

2.3.1. Las soluciones finales tendrán concentraciones aproximadas entre 0 y 6 mcg/ml.

- 2.3.2. Para líquidos.

2.3.2.1. Medir exactamente Q ml. y transferir a un matraz volumétrico de 500 ml.

- 2.3.2.2. Proceder de acuerdo con el punto -  
2.3.5.
- 2.3.3. Para sólidos.
- 2.3.3.1. Reducir una cantidad de muestra a -  
polvo fino, pesar exactamente Q gr.  
y transferir a un matraz volumétrico  
de 500 ml.
- 2.3.3.2. Proceder de acuerdo con el punto -  
2.3.5.
- 2.3.4. Para unidad de dosis.
- 2.3.4.1. Reducir N unidades de dosis a polvo  
fino y transferir cuantitativamente  
a un matraz volumétrico de 500 ml.
- 2.3.4.2. Proceder de acuerdo con el punto -  
2.3.5.
- 2.3.5. Preparación de la muestra.
- 2.3.5.1. Adicionar alrededor de 300 ml. de  
agua destilada y 3 ml. de ácido -  
clorhídrico al matraz volumétrico y  
mezclar por 30 minutos.
- 2.3.5.2. Diluir a volumen con agua destilada  
y filtrar la solución a través de -  
un filtro Millipore.

### 3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDABLES

Absorción Atómica

Condiciones fijas

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Soporte	Aire
Flama	Oxidante



## Condiciones variables

Longitud de onda (nm.)	279.5	403.1	321.7
Banda espectral (nm.)	0.2	0.2	0.2
Rango de trabajo (mcg/ml.)	0.1 - 4	15 - 60	60 - 1000

## 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de la serie de la preparación - patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (Mn mcg/ml.) contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y de termine la concentración de la curva patrón.

## 5.- CALCULOS.

## 5.1. Líquidos

$$\text{mg/ml. de manganeso} = \text{mcg/ml. de Mn} \times \frac{500}{Q \text{ ml.}} \times \frac{1}{1000}$$

## 5.2. Sólidos

$$\text{mg/gr. de manganeso} = \text{mcg/ml. de Mn} \times \frac{500}{Q \text{ gr.}} \times \frac{1}{1000}$$

## 5.3. Unidad de dosis

$$\text{mg/unidad de dosis de Mn} = \text{mcg/ml. de Mn} \times \frac{500}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO DE COBALTO POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con lámpara de cobalto de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

2.1. Solución patrón de cloruro de cobalto.

2.1.1. Transfiera 220.34 mg. de cloruro de cobalto, exactamente pesados a un matraz volumétrico de 500 ml., disolver en 100 ml. de agua destilada, mezclar bien y llevar a volumen, esta solución tendrá una concentración de 0.1 mg/ml. de cobalto.

2.2. Preparación de la curva patrón de cobalto.

2.2.1. Transferir 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5.0 ml. de la solución patrón de cobalto a 6 matraces volumétricos de 1000 ml. y llevar a volumen con agua destilada, mezclar bien, estas soluciones tendrán una concentración de 0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 y 0.5 mcg/ml. de Co.

2.3. Preparación de la muestra.

2.3.1. Las soluciones finales tendrán concentraciones aproximadas entre 0 y 0.5 mcg/ml.

2.3.2. Para Líquidos.

2.3.2.1. Medir exactamente Q ml. y transferir a un matraz volumétrico de 100 ml. (o tomar Q ml. sin dilución según concentración).

2.3.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.

2.3.3. Para sólidos.

- 2.3.3.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pesar exactamente Q gr. y transferir a un matraz volumétrico de 100 ml.
- 2.3.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.
- 2.3.4. Para dosis.
- 2.3.4.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 100 ml.
- 2.3.4.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.
- 2.3.5. Preparación de la muestra.
- 2.3.5.1. Adicionar alrededor de 30 ml. de agua destilada y 3 ml. de ácido clorhídrico al matraz volumétrico y mezclar por 35 minutos.
- 2.3.5.2. Diluir a volumen con agua destilada y filtrar la solución a través de un filtro Millipore.

### 3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDABLES

Absorción Atómica

Condiciones fijas.

Corriente de la lámpara	7 mA
Combustible	Acetileno
Soporte	Aire
Estequiometría de flama	Oxidante

Condiciones variables

Longitud de onda (nm.)	240.7	304.4	346.6
Banda espectral (nm.)	0.2	0.5	0.2
Rango de trabajo (mcg/ml.)	0 - 12	12 - 200	100-500

### 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de la serie de la preparación pa  
trón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (Co mcg/ml.)  
contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y de  
termine la concentración de la curva patrón.

#### 5.- CALCULOS

- 5.1. Líquidos.

$$\text{mg/ml. de Cobalto} = \text{mcg/ml. de Co} \times \frac{100}{Q \text{ ml.}} \times \frac{1}{1000}$$

- 5.2. Sólidos.

$$\text{mg/gr. de Cobalto} = \text{mcg/ml. de Co} \times \frac{100}{Q \text{ gr.}} \times \frac{1}{1000}$$

- 5.3. Unidad de dosis.

$$\text{mg/unidad de dosis de Cobalto} = \text{mcg/ml. de Co} \times \frac{100}{N} \times \frac{1}{1000}$$

**ENSAYO PARA CLORUROS POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA**

El primer paso para determinar cloruros por espectroscopia de absorción atómica es el de cuantificar el cloruro de plata - precipitado por la adición de un incremento de nitrato de plata.

El incremento de cloruros en la muestra original, es determinado por cualquiera de los dos métodos siguientes:

Primer método.- La determinación del exceso de plata en la solución después de que el cloruro de plata - precipitado es quitado.

Segundo método. Redisolviendo el precipitado en amonía y luego analizando la solución amoniaca para la plata recuperada.

En ambos métodos las condiciones usadas, son aplicables para la determinación normal de plata por espectroscopia de absorción atómica.

**1.- EQUIPO**

1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado - con lámpara de plata de cátodo hueco.

**2.- REACTIVOS**

2.1. Solución patrón de plata metálica.

2.1.1. Disolver 1 gr. de plata en 20 ml. de ácido - nítrico 1:1 y diluya a 1000 ml. con agua des - tilada, mezclar bien, esta solución tendrá - una concentración de 1000 mcg/ml. de plata.

2.2. Preparación de la curva patrón de plata.

2.2.1. Transferir 0, 1, 2, 3, 4 y 5 ml. de la solu - ción patrón de plata a 6 matraces volumétricos de 1000 ml., diluir a volumen con agua

destilada, mezclar bien, estas soluciones -  
tendrán una concentración de 0, 1, 2, 3, 4 y  
5 mcg/ml. de plata.

2.3. Preparación de la muestra.

2.3.1. Las soluciones finales tendrán concentraciones entre 0 y 5 mcg/ml.

2.3.2. Para líquidos.

2.3.2.1. Medir exactamente Q ml. de la muestra y transferir a un matraz volumétrico de 200 ml.

2.3.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.

2.3.3. Para sólidos.

2.3.3.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pesar exactamente Q gr. y transferir a un matraz volumétrico de 200 ml.

2.3.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.

2.3.4. Para dosis.

2.3.4.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 200 ml.

2.3.4.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.5.

2.3.5. Preparación de la muestra.

2.3.5.1. La cantidad de cloruros de la muestra, contendrá de 0.5 a 5 mg. de cloruros, adicionar 20 ml. de solución de plata de 1000 mcg/ml. y 1 ml. de cloruro libre (SG 1:40), lleve a volumen con agua destilada, esta solución tendrá una concentra--

ción de 100 mcg/ml. de plata.

- 2.3.5.2. Lleve la mezcla a estar toda la noche en un lugar obscuro, para prevenir reacciones fotoquímicas que se lleven a cabo, centrifugue una alícuota del líquido supernatante y agite con gas por 10 minutos, para el análisis tome 10 ml. de la solución clara y diluya a 100 ml. con agua destilada, para una muestra conteniendo 5 mg. de cloruros, la solución analítica contendrá aproximadamente 9.3 mcg/ml. de plata en exceso.

### 3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDABLES

#### Absorción Atómica

Condiciones fijas.

Corriente de la lámpara	3 mA
Combustible	Acetileno
Soporte	Aire
Flama	Oxidante

Condiciones Variables.

Longitud de onda (nm.)	328.1	388.3
Banda espectral (nm.)	.2	.2
Rango de trabajo (mcg/ml.)	1 - 5	3 - 12

### 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de la serie patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (Ag mcg/ml.) contra absorción.
- 4.3. Medir la absorción de la muestra de preparación y -

determinar la concentración de la curva patrón.

#### 5.- CALCULOS

5.1. Exceso de plata en mcg/ml. = mcg/ml. de Ag x Factor de dilución.

Cantidad de cloruros en mg. = (100 - exceso de plata en mcg/ml.) x 0.329 x volumen de la muestra  
1000



ENSAYO DE FIERRO TOTAL POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

1.- EQUIPO

- 1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado -  
con lámpara de cobre de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

- 2.1. Solución patrón de sulfato ferroso amoniacal  $6H_2O$ .
- 2.1.1. Transferir alrededor de 100 mg. de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado, exactamente pesados a un matraz volumétrico de 500 ml., - disolver en 50 ml. de ácido clorhídrico y - aforar a volumen con agua destilada, esta solución tendrá una concentración de .2 mg/ml. de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado.
- 2.2. Preparación de la curva patrón de fierro.
- 2.2.1. Transferir 25, 10, 5, 2.5 ml. de la solución patrón a 4 matraces volumétricos de 100 ml. y llevar a volumen con agua destilada, mezclar bien, estas soluciones tendrán una concentración de sulfato ferroso amoniacal  $6H_2O$  la concentración de sulfato ferroso amoniacal  $6H_2O$  multiplicado por (55.85/392.14) representa cada una de las concentraciones de fierro en la preparación patrón, siendo éstas de 7.12, 2.84, 1.42 y .712 mcg/ml. de fierro.
- 2.3. Preparación de la muestra.
- 2.3.1. Para líquidos.
- 2.3.1.1. Medir exactamente Q ml. y transferir a un matraz volumétrico de 500 ml.
- 2.3.1.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

## 2.3.2. Para sólidos.

2.3.2.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pesar exactamente Q gr. y transferir a un matraz volumétrico de 500 ml.

2.3.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

## 2.3.3. Para dosis.

2.3.3.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 500 ml.

2.3.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

## 2.3.4. Preparación de la muestra.

2.3.4.1. Adicionar alrededor de 300 ml. de agua destilada al matraz volumétrico y 3 ml. de ácido clorhídrico, - mezclar por 35 minutos.

2.3.4.2. Diluir a volumen con agua destilada y filtrar la solución a través de un filtro Millipore.

## 3.- CONDICIONES EXPERIMENTALES RECOMENDABLES

## Absorción Atómica

## Condiciones fijas.

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Soporte	Aire
Flama	Oxidante

## Condiciones variables.

Longitud de onda (nm.)	248.3	372.0	386.0
Banda espectral (nm.)	.2	.2	.2
Rango de trabajo (mcg/ml.)	0 - 10	25 - 100	50 - 200

## 4.- PROCEDIMIENTO

- 4.1. Medir la absorción de la serie de preparación patrón.
- 4.2. Construir una gráfica de concentración (Fe mcg/ml.) contra absorción.
- 4.3. Mida la absorción de la muestra de preparación y determine la concentración de la curva patrón.

## 5.- CALCULOS

## 5.1. Líquidos.

$$\text{Fierro en mg/ml.} = \text{mcg/ml. de Fe} \times \frac{500}{Q \text{ ml.}} \times \frac{1}{1000}$$

## 5.2. Sólidos.

$$\text{Fierro en mg/gr.} = \text{mcg/ml. de Fe} \times \frac{500}{Q \text{ gr.}} \times \frac{1}{1000}$$

## 5.3. Unidad de dosis.

$$\text{Fierro en mg./N} = \text{mcg/ml. de Fe} \times \frac{500}{N} \times \frac{1}{1000}$$

ENSAYO PARA FOSFATOS POR ESPECTROSCOPIA  
DE ABSORCION ATOMICA

Esta determinación es indirecta por espectroscopia de absorción atómica, se basa en la estimación del contenido de molibdeno en ciertos complejos de molibdeno, los iones fosfato y silicato forman complejos de ácidos heterófilos con soluciones de molibdato ácido, para prevenir las interferencias mutuas en el análisis de absorción atómica; los complejos son selectivamente separados por extracción con solventes, los ácidos heterófilos son luego descompuestos por tratamiento con una solución amortiguadora básica, hasta la liberación del molibdeno que luego es determinado por absorción atómica. Para la determinación de fosfatos, en el método se separan los dos ácidos heterófilos usando dietil-éter el ácido molibdofosfórico es retenido en la fase orgánica y es reextraído con una solución amortiguadora acuosa básica, el ácido heterófilo en forma de complejo es descompuesto dejando el molibdeno en la fase acuosa

1.- EQUIPO

- 1.1. Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado con lámpara para molibdeno de cátodo hueco.

2.- REACTIVOS

- 2.1. Solución patrón de molibdeno.

2.1.1. Pesar exactamente 1 gr. de molibdeno y transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., disolver en 10 ml. de ácido nítrico, calentar hasta disolución, enfriar y diluir a volumen con agua destilada, esta solución tendrá una concentración de 1000 mcg/ml.

- 2.2. Preparación de la curva patrón de molibdeno.

2.2.1. Transferir exactamente 0, 1, 2, 4, 6, 8 y 10 ml. de la solución de molibdeno a matraces volumétricos de 1000 ml., llevar a volumen con agua destilada, estas soluciones tendrán una concentración de 0, 1, 2, 4, 6, 8 y 10 mcg/ml. de molibdeno, con esta curva se podrá detectar ese tipo de concentración.

### 2.3. Preparación de la muestra.

#### 2.3.1. Para líquidos.

2.3.1.1. Medir exactamente Q ml. y transferir a un separador Funnel.

2.3.1.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

#### 2.3.2. Para sólidos.

2.3.2.1. Reducir una cantidad de muestra a polvo fino, pesar exactamente Q gr. y transferir a un separador Funnel de 125 ml.

2.3.2.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

#### 2.3.3. Para dosis.

2.3.3.1. Reducir N unidades de dosis a polvo fino y transferir cuantitativamente a un separador Funnel de 125 ml.

2.3.3.2. Proceder de acuerdo al punto 2.3.4.

#### 2.3.4. Preparación de la muestra.

2.3.4.1. Preparación de la solución de molibdato de amonio (10 % W/V), disolver 25 gr. de molibdato de amonio grado reactivo en agua destilada y diluir a 250 ml.

2.3.4.2. Solución Buffer, disolver 53.3 gr.

de cloruro de amonio grado reactivo en agua destilada, adicionar 70 ml. de solución de amoniaco grado reactivo y diluya a 1000 ml. con agua.

- 2.3.4.3. Formación de los ácidos heterófilos adicionar 1 ml. de ácido clorhídrico 1:2 y ajuste a volumen total de aproximadamente 50 ml., adicionar 4 ml. de solución de molibdato de amonio, agitar para obtener un mezclado uniforme y dejar reposar por 10 minutos, el PH de la muestra debe ser 1.3 aproximadamente, adicione - posteriormente 5 ml. de ácido clorhídrico y dejar reposar por 5 minutos.

Separación del ácido molibdofosfórico, adicionar 45 ml. de dietileter y agitar fuertemente por 3 minutos, llevar a equilibrar las fases y - transferir la fase acuosa a otro separador Funnel, lavar el Funnel original con agua destilada y adicione los lavados a la capa acuosa, para remover el exceso de molibdeno adicionar 10 ml. de ácido clorhídrico 1:10 al extracto de éter, mezclar - bien y descargar la capa ácida la--vando las paredes del Funnel, adi--cionar 30 ml. de solución Buffer, --

agitar por 30 segundos y quitando - la fase acuosa dentro de un matraz volumétrico de 50 ml., repita con un lavado de 15 ml. de solución Buffer añadala al matraz y afora con agua destilada a volumen, determine la absorbancia de esta solución de molibdeno.

Preparación de la curva patrón: disolver 2.2 gr. de fosfato ácido de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) en agua destilada y diluir a 1000 ml., esta solución tendrá una concentración de 500 - mcg/ml. de fosfato.

Preparar una curva de dilución por tomar 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10 ml. de los 500 mcg/ml. y llevar a - matraces de 1000 ml., estas solucio nes tendrán una concentración de - 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5 y 5.0 mcg/ml. de fosforos, trate de la misma manera que la - muestra y determine la absorbancia de molibdeno.

Tomar lecturas de absorbancias de la curva patrón y de la muestra y tome la concentración de fosfatos de la muestra.

#### CALCULOS:

Concentración de fosfatos en mcg/ml. = Cantidad de fosfatos en mcg/volumen de la alicuota en ml.

## CONDICIONES RECOMENDABLES EXPERIMENTALES.

## Condiciones fijas.

Corriente de la lámpara	5 mA
Combustible	Acetileno
Soporte	Oxido nitroso
Estequiometría de la flama	Reductora

## Condiciones variables.

Longitud de onda (nm.)	313.3	320.9
Banda espectral (nm.)	.2	.2
Rango de trabajo (mcg/ml.)	0 - 60	60 - 1000



#### IV. RESULTADOS

SE DETERMINO LA CONCENTRACION DE MINERALES EN LOS SIGUIENTES MULTIVITAMINICOS CON MINERALES.

I. Multivitamínico con minerales número 1 Forma jarabe.

<u>Componente</u>	<u>Concentración</u>	<u>Técnica</u>
Vitamina A	0.9 mg/5 ml	-
Vitamina D	10 mcg/5 ml	-
Tiamina HCL	2 mg/5 ml.	-
Riboflavina	2 mg/5 ml.	-
Acido Ascórbico	60 mg/5 ml.	-
Niacianamida	20 mg/5 ml.	-
Piridoxina HCL	2 mg/5 ml.	-
Vitamina B <sub>12</sub>	6 mcg/5 ml.	-
Alcohol D Pantotenílico	5 mg/5 ml.	-
Fierro	3 mg/5 ml.	Fierro
Yodo	75 mcg/5 ml.	Yodo
Calcio	40 mg/5 ml.	Calcio
Magnesio	3 mg/5 ml.	Magnesio
Manganeso	0.5 mg/5 ml.	Manganeso
Zinc	0.5 mg/5 ml.	Zinc
Potasio	2.308 mg/5 ml.	Potasio
Cobalto	.07826 mcg/ml.	Cobalto

DETERMINACIONES:

1.- Fierro. La concentración de la curva patrón con sus absc<sub>x</sub> bancias es dada a continuación.

a) 1.0 mcg/ml.	.0180
b) 2.0 mcg/ml.	.0600
c) 3.0 mcg/ml.	.0860
d) 4.0 mcg/ml.	.1140
e) 5.0 mcg/ml.	.1440

$$3 \text{ mg}/5 \text{ ml.} = 3000 \text{ mcg}/5 \text{ ml.} = 600 \text{ mcg/ml.}$$

$$Q = 2 \text{ ml en } 500 \text{ ml.}$$

$$\text{Muestra} = 2.4 \text{ mcg/ml.} \quad .0750$$

Por lo que de la gráfica A, obtenemos la concentración real del fierro en la muestra.

$$0.65 \text{ Mg/ml. de fierro} = 2.6 \text{ mcg/ml. de Fe} \times \frac{500 \text{ ml.}}{2 \text{ ml.}}$$

$$\times \frac{1 \text{ mg.}}{1000 \text{ mg.}}$$

$$\text{Porcentaje de fierro} = 108.33.$$

2.- Yodo. La concentración de la curva patrón de potasio con sus absorbancias está dado a continuación.

$$a) 4.0 \text{ mcg/ml.} \quad 1.200$$

$$b) 3.0 \text{ mcg/ml.} \quad 0.780$$

$$c) 2.0 \text{ mcg/ml.} \quad 0.560$$

$$d) 1.0 \text{ mcg/ml.} \quad 0.320$$

$$\text{Muestra: KI} \quad 1.96 \text{ mg}/100 \text{ ml.} = 1960 \text{ mcg/ml.}$$

por lo que 461.632 mcg/ml. corresponden a K y 1498.3679 mcg/ml. a Yodo.

$$Q = 5 \text{ ml. en } 1000 \text{ ml.}$$

$$\text{Muestra} = 2.308 \text{ mcg/ml.} \quad 0.570$$

Por lo que de la gráfica B obtenemos la concentración real de potasio en la muestra. Y por medio de la ecuación siguiente, encontramos la concentración de yodo.

$$1.36 \text{ mg/ml. de Yodo} = 2.1 \text{ mcg/ml. de K} \times \frac{126.9045}{39.098}$$

$$\frac{1000 \text{ ml.}}{5 \text{ ml.}} \times \frac{1 \text{ mg.}}{1000 \text{ mcg.}}$$

$$\text{Porcentaje de Yodo} = 90.76.$$

3.- Potasio. La concentración de Potasio la obtenemos de la gráfica B.

$Q = 5$  ml. en 1000 ml.

Muestra = 2.308 mcg/ml.                      0.570

Por lo que la concentración real en la muestra está dada por la siguiente ecuación:

$$0.420 \text{ mg/ml. de K} = 2.1 \text{ mcg/ml. de K} \times \frac{1000 \text{ ml.} \times}{5 \text{ ml.}}$$

$$\frac{1 \text{ mg.}}{1000 \text{ mcg.}}$$

Porcentaje de Potasio = 90.98

4.- Calcio. La concentración de la curva patrón con sus absorbancias son:

a) 0.0 mcg/ml.	0.000
b) 1.0 mcg/ml.	0.0700
c) 2.0 mcg/ml.	0.1200
d) 3.0 mcg/ml.	0.1750
e) 4.0 mcg/ml.	0.2600

Muestra: 40 mg/5 ml. = 8000 mcg/ml.

$Q = 0.20$  ml. en 500 ml.

Muestra = 3.2 mcg/ml.                      0.2000

Por lo que de la gráfica C obtenemos la concentración real de calcio en la muestra.

$$8.75 \text{ mg/ml. de Ca} = 3.5 \text{ mcg/ml. de Ca} \times \frac{500 \text{ ml.} \times}{.2 \text{ ml.}}$$

$$\frac{1 \text{ mg.}}{1000 \text{ mcg.}}$$

Porcentaje de Calcio = 109.37

5.- Magnesio. La concentración de la curva patrón con sus absorbancias son:

a) 1.0 mcg/ml.	0.378
b) 2.0 mcg/ml.	0.628
c) 3.0 mcg/ml.	0.822
d) 4.0 mcg/ml.	1.006
e) 5.0 mcg/ml.	1.229

Muestra: 3 mg/5 ml. = 600 mcg/ml.

Q = 3 ml. en 500 ml.

Muestra = 3.6 mcg/ml. 0.725

Por lo que de la gráfica D obtenemos la concentra  
ción real de magnesio en la muestra.

0.4166 mg/ml. de Mg = 2.5 mcg/ml. de Mg. x  $\frac{500 \text{ ml.}}{3 \text{ ml.}}$

x  $\frac{1 \text{ mg.}}{1000 \text{ mcg.}}$

Porcentaje de Magnesio = 59.44

6.- Manganese. La concentración de la curva patrón con sus ab  
sorbancias son:

a) 0.0 mcg/ml.	0.000
b) 1.0 mcg/ml.	0.080
c) 2.0 mcg/ml.	0.151
d) 3.0 mcg/ml.	0.230
e) 4.0 mcg/ml.	0.298
f) 5.0 mcg/ml.	0.340
g) 6.0 mcg/ml.	0.349

Muestra: 0.5 mg/5 ml. = 100 mcg/ml.

Q = 10 ml. en 500 ml.

Muestra = 2 mcg/ml. 0.160

Por lo que de la gráfica E obtenemos la concentra  
ción real de manganese en la muestra.

.105 mg/ml. de Mn = 2.1 mcg/ml. de Mn x  $\frac{500 \text{ ml.}}{10 \text{ ml.}}$

$\frac{1 \text{ mg.}}{1000 \text{ mcg.}}$

Porcentaje de Manganeso = 105

7.- Zinc. La concentración de la curva patrón con sus absorbancias son:

a) 0.0 mcg/ml.	0.000
b) 0.5 mcg/ml.	0.179
c) 1.0 mcg/ml.	0.321
d) 1.5 mcg/ml.	0.477
e) 2.0 mcg/ml.	0.626
f) 2.5 mcg/ml.	0.776

Muestra: 0.5 mg/5 ml = 100 mcg/ml.

Q = 10 ml. en 1000 ml.

Muestra = 1 mcg/ml. 0.323

Por lo que de la gráfica F obtenemos la concentración real de Zinc en la muestra.

.095 mg/ml. de Zn = .95 mcg/ml. de Zn x  $\frac{1000 \text{ ml.}}{10 \text{ ml.}}$

$\frac{1}{1000}$  mg.  
1000 mcg.

Porcentaje de Zinc = 95

8.- Cobalto. La concentración de la curva patrón con sus absorbancias son:

a) 0.0 mcg/ml.	0.000
b) 0.1 mcg/ml.	0.026
c) 0.2 mcg/ml.	0.052
d) 0.3 mcg/ml.	0.075
e) 0.4 mcg/ml.	0.097
f) 0.5 mcg/ml.	0.121

Muestra: Obtener el residuo de ignición de 25 ml. de muestra y transferir a un matraz de 10 ml. con agua destilada aforar.

Concentración = 0.13283 mcg/ml. .0306

Por lo que de la gráfica G obtenemos la concentra  
ción real de Cobalto en la muestra.

$$.115 \text{ mcg/ml. de Co} \times \frac{10 \text{ ml.}}{25 \text{ ml.}} = .046 \text{ mcg/ml. de Co}$$

$$\text{Porcentaje de Cobalto} = 86.58$$

II. Multivitamínico con minerales número 2 forma solución  
inyectable.

<u>Componente</u>	<u>Concentración</u>	<u>Técnica</u>
Dextrosa Monohidratada	5 g/100 ml.	-
Cloruro de Sodio	9 mg/100 ml.	Cloruros y sodio
Clorhidrato de Tiamina	10 mcg/ml.	-
Riboflavina	10 mcg/ml.	-
Niacinamida	250 mcg/ml.	-
Clorhidrato de Piridoxina	5 mcg/ml.	-
Vitamina B <sub>12</sub>	.003 mcg/ml.	-

9.- Sodio. La concentración de la curva patrón con sus absor  
bancias son:

a) 0.5 mcg/ml.	0.117
b) 1.0 mcg/ml.	0.281
c) 2.0 mcg/ml.	0.576
d) 2.5 mcg/ml.	0.719
e) 3.5 mcg/ml.	1.022

$$Q = 1 \text{ ml. en } 100 \text{ ml.} \quad Q' = 4 \text{ ml. en } 100 \text{ ml.}$$

$$\text{Concentración de la muestra} = 3.54 \text{ mg/ml.}$$

$$\text{Muestra: } 1.416 \text{ mcg/ml.} \quad 0.422$$

Por lo que de la gráfica H obtenemos la concentra  
ción real de la muestra.

$$3.75 \text{ mg/ml. de Na} = 1.5 \text{ mcg/ml. de Na} \times \frac{100 \text{ ml.}}{1 \text{ ml.}}$$

$$\frac{100 \text{ ml.}}{4 \text{ ml.}} \times \frac{1 \text{ mg.}}{1000 \text{ mcg.}}$$

Porcentaje de Sodio = 105.93.

10. CLORUROS. La concentración de la curva patrón de sodio -  
con sus absorbancias son:

a) 0.5 mcg/ml.	0.117
b) 1.0 mcg/ml.	0.281
c) 2.0 mcg/ml.	0.576
d) 2.5 mcg/ml.	0.719
e) 3.5 mcg/ml.	1.022

Muestra: NaCl = 9 mg/ml. Sodio = 3.54 mg/ml.

Q = 1 ml. en 100 ml. y 4 ml. en 100 ml.

Muestra = 1.416 mcg/ml                      0.422

Por lo que de la gráfica H obtenemos la concentra-  
ción real de la muestra.

5.78 mg/ml. de  $\text{Cl}^-$  = 1.5 mcg/ml. de Na x  $\frac{35.454}{22.9897}$

$\frac{100 \text{ ml.} \times \frac{100 \text{ ml.}}{1 \text{ ml.}} \times \frac{1 \text{ mg.}}{4 \text{ ml.}}}{1000 \text{ mcg.}}$

Porcentaje de Cloruros = 105.91

III. Multivitamínico con minerales número 3 forma tabletas.

<u>Componente</u>	<u>Concentración</u>	<u>Técnica</u>
Vitamina A	3 mg/tableta	-
Vitamina D	10 mcg/tableta	-
Vitamina E	30 unidades/tableta	-
Mononitrato de Tiamina	15 mg/tableta	-
Riboflevina	10 mcg/tableta	-
Vitamina B <sub>12</sub>	12 mcg/tableta	-
Acido Ascórbico	500 mg/tableta	-
Niacinamida	100 mg/tableta	-
Clorhidrato de Piridoxina	5 mg/tableta	-
Pantotenato de Calcio	20 mg/tableta	-



<u>Componente</u>	<u>Concentración</u>	<u>Técnica</u>
Fierro (Sulfato Ferroso)	20 mg/tableta	-
Cobre (Sulfato de Cobre)	2 mg/tableta	Cobre
Zinc (Sulfato)	1.5 mg/tableta	-
Manganeso (Como Sulfato)	1 mg/tableta	--
Magnesio (Como Óxido)	30 mg/tableta	-
Yoduro (Como Yodato de Calcio)	0.15 mg/tableta	-

11. Cobre. La concentración de la curva patrón de cobre con sus absorbancias son:

a) 1.0 mcg/ml.	0.052
b) 2.0 mcg/ml.	0.098
c) 3.0 mcg/ml.	0.152
d) 4.0 mcg/ml.	0.206
e) 5.0 mcg/ml.	0.251

Muestra: 2 mg/tableta

N = 1 tableta en 1000 ml.

C = 2 mcg/ml.                      0.101

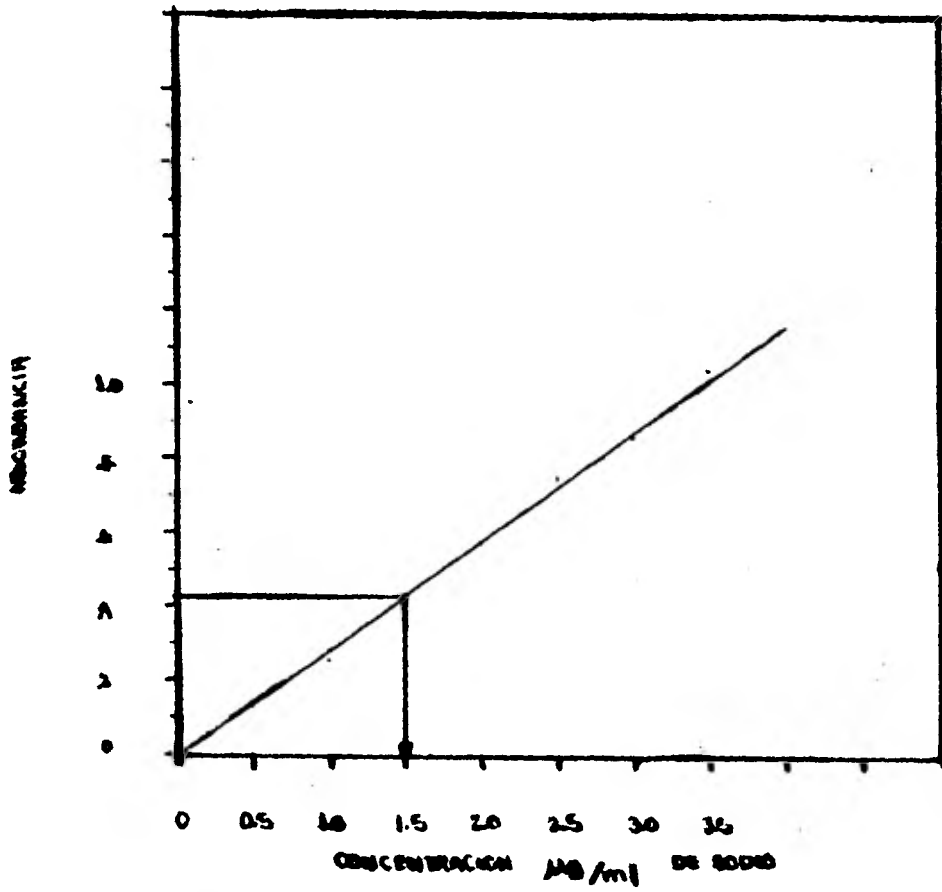
Por lo que de la gráfica I obtenemos la concentración real de cobre en la muestra.

$$2 \text{ mg/tableta de Cu} = 2 \text{ mcg/ml. de Cu} \times \frac{1000}{1} \times$$

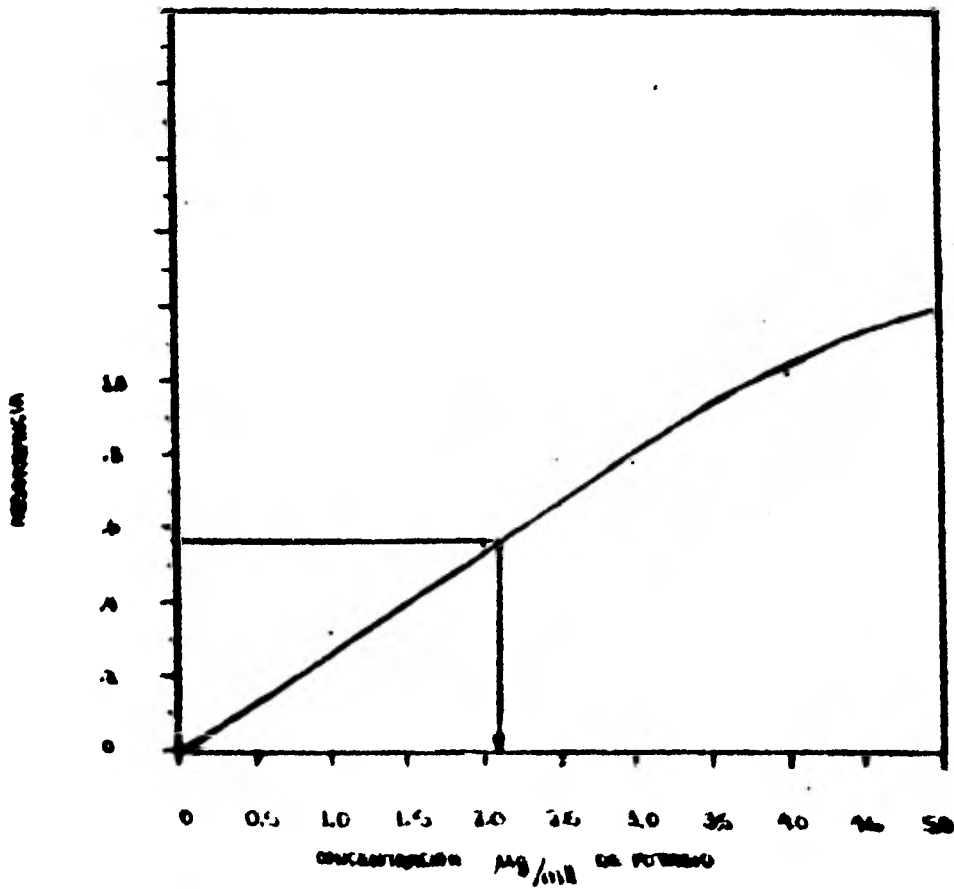
$$\frac{1}{1000}$$

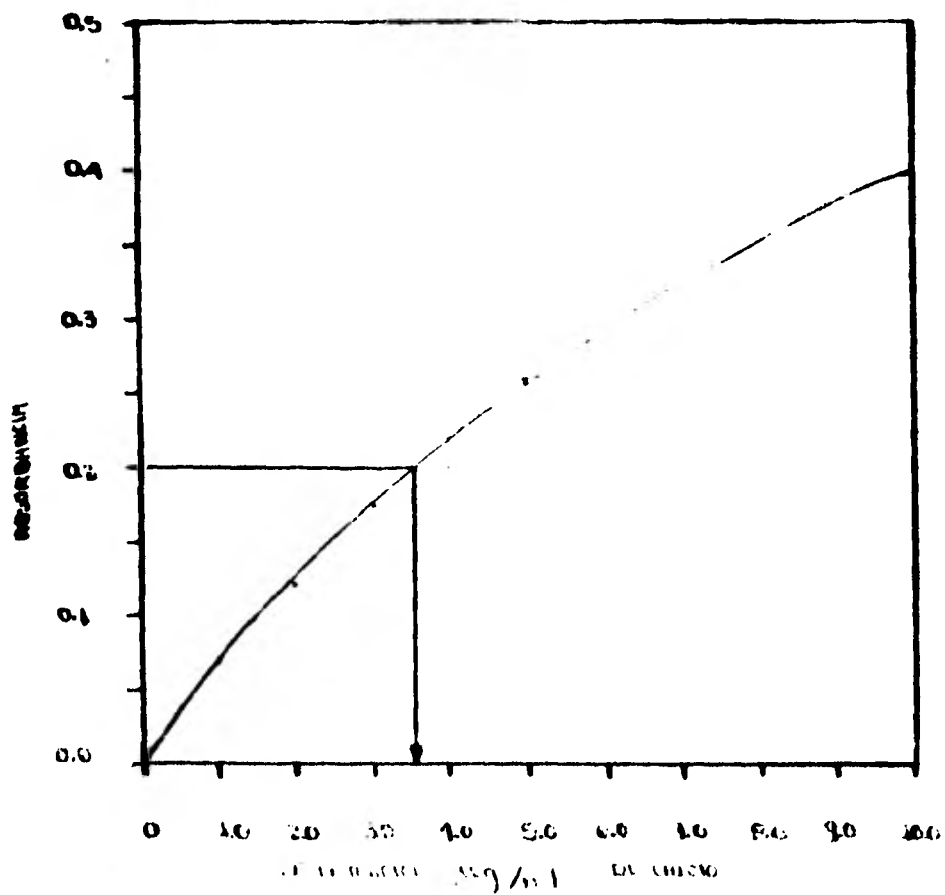
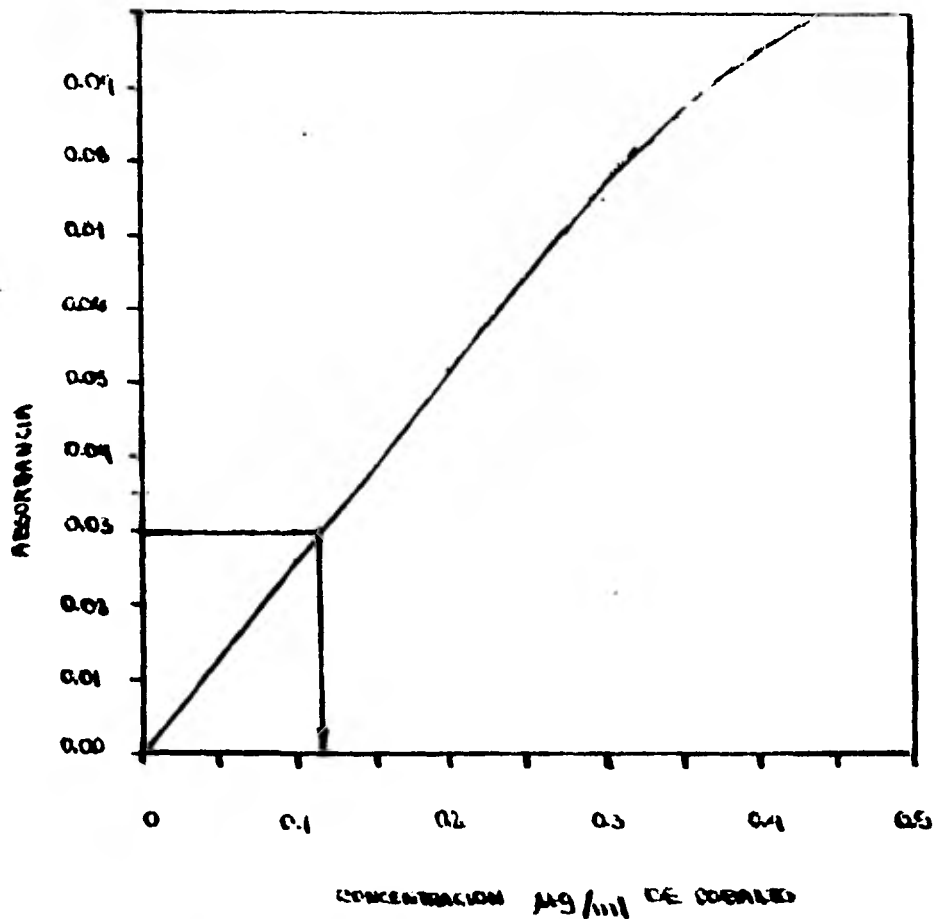
Porcentaje de Cobre = 100

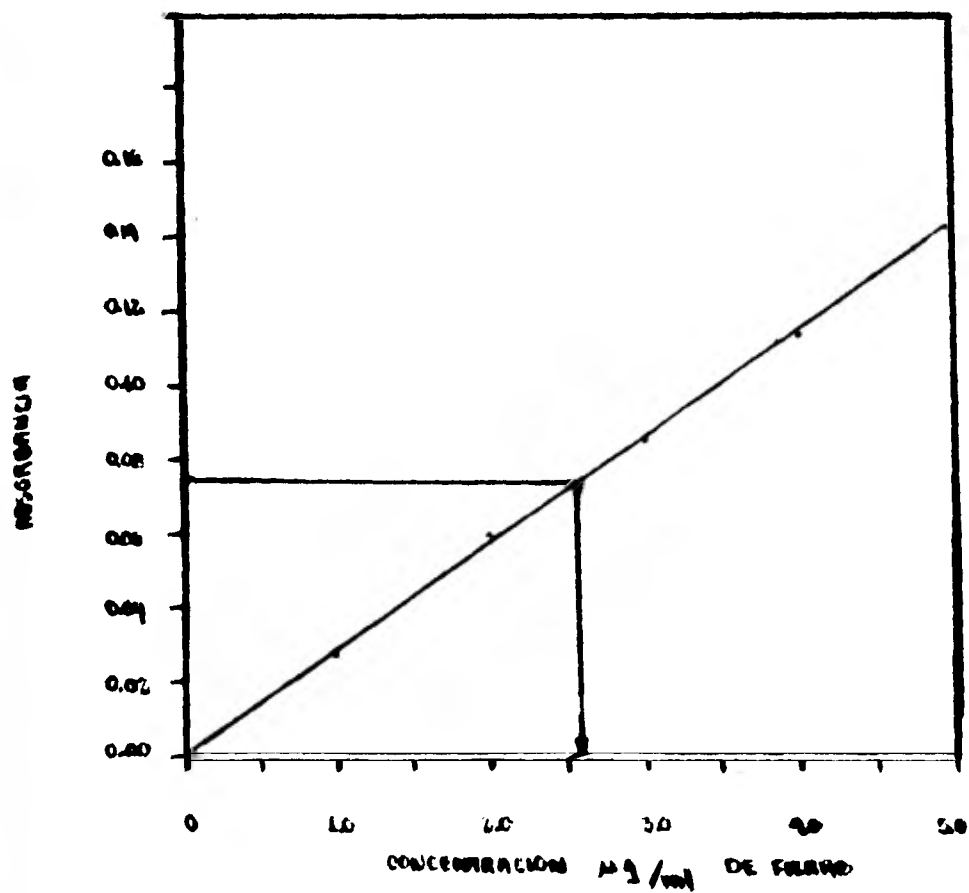
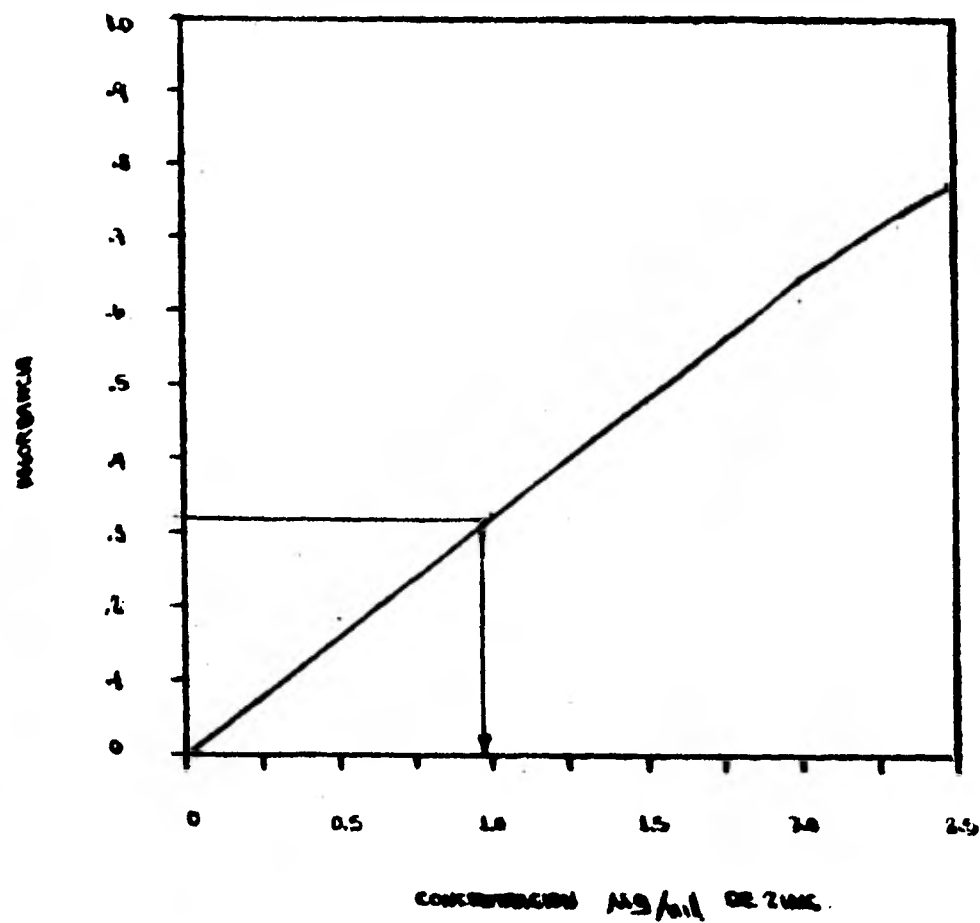
GRAFICA A



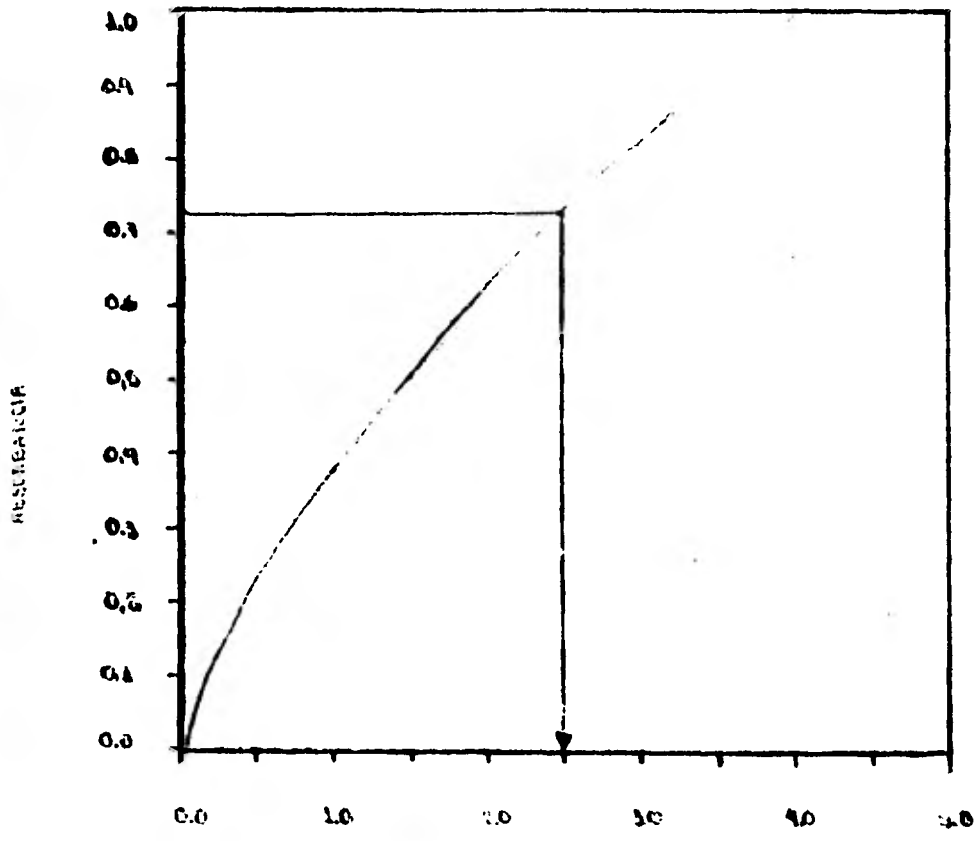
GRAFICA B





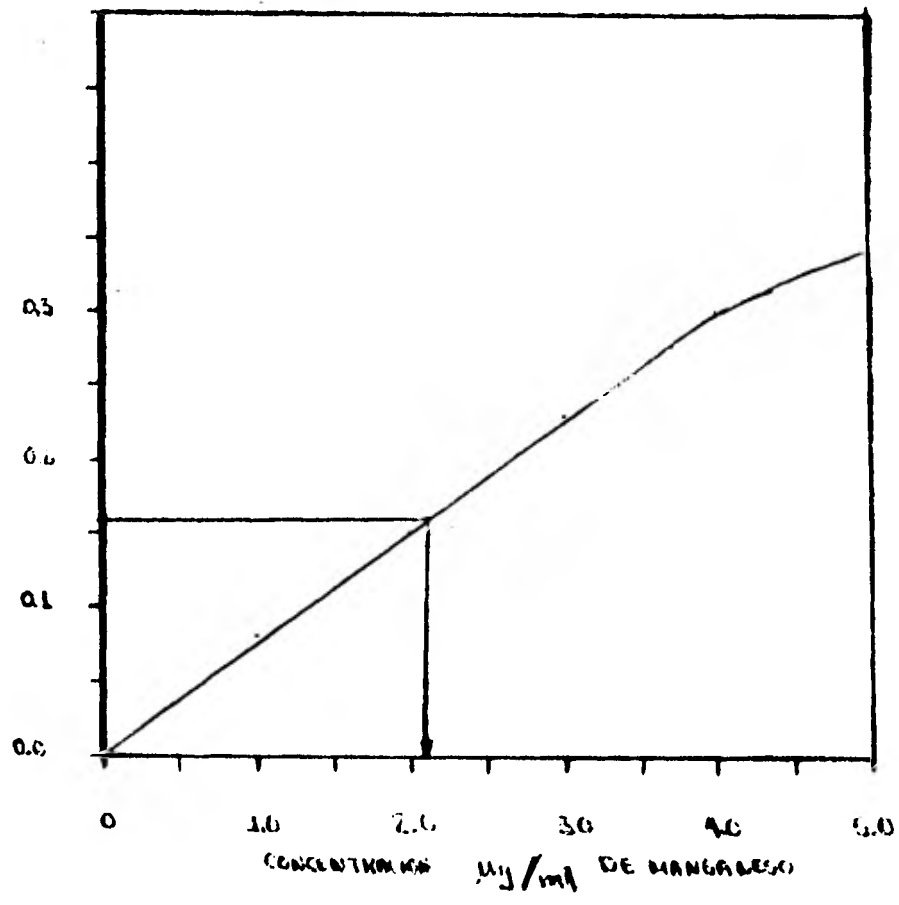


GRAFICA D



DE GRABAR EN PSE/1 DE NEGATIVO

GRAFICA E



## V. CONCLUSIONES

Debido a la gran importancia con que se requiere contar con tecnología actualizada, para así poder observar las variaciones y desviaciones que existen en el control químico de minerales en la elaboración de multivitamínicos con minerales en la Industria Químico Farmacéutica, y que en vista de la gran importancia que los minerales tienen en la función del cuerpo humano, es de gran interés conocer tanto su función como la cantidad que debe de existir en el organismo.

Así como se han obtenido técnicas analíticas para el control químico de vitaminas y otros farmacos de interés, en este trabajo se obtuvo una serie de técnicas analíticas para el control químico de minerales en multivitamínicos, así como su aplicación y su veracidad en la práctica profesional. En donde podemos ver que el principal objetivo de este trabajo se ha cumplido.

## VI. BIBLIOGRAFIA

1. **Principles of Instrumental Analysis**  
Douglas A. Skoog and Donald M. West  
Holt, Rinehart and Winston, Inc.
2. **The United State Pharmacopeia, Nineteenth revision**  
Official from July, 1975.
3. **Farmacopea Nacional de los Estados Unidos Mexicanos**  
Cuarta edición, México 1974.
4. **Analytical Methods for Flame Spectroscopy**  
Vaian Techtron
5. **Instrumentación Química**  
**Estudio Sistemático del Análisis Instrumental**  
Howard A. Strobel  
Editorial Limusa,  
México 1974
6. **Química Analítica Cuantitativa**  
James S. Fritz, George H. Schenk  
Tercera edición  
Editorial Limusa  
México 1979
7. **Análisis Químico Cuantitativo**  
Gilbert H. Ayres  
Editorial Harla 1978