

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA



**METODOS COMPARATIVOS DE DETERMINACION DE
INORGANICOS EN ALGUNAS FORMAS FARMACEUTICAS
POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA Y
METODOS CONVENCIONALES.**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A**

RICARDO JIMENEZ MAZA

México, D. F.

1979



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.

CLAS TESIS 1979
AGE M.T. ~~1979~~ 179
FECHA _____
*RDC _____
• _____



JURADO ASIGNADO

Presidente : Profr. CARLOS ROMO M.
Vocal : Profr. JORGE A. CAMPOS R.
Secretario : Profr. PEDRO VILLANUEVA G.
1er. Suplente: Profr. ROBERTO CONTRERAS R.
2a. Suplente: Profra. INES FUENTES NORIEGA.

Asesor del Tema: Profr. CARLOS ROMO M.

Sustentante: RICARDO JIMENEZ MAZA.

A LA MEMORIA DE MI PADRE.

A MI MADRE.

A MIS HERMANOS.

A quienes creen en la existencia de algo intangible y supremo que rige el comportamiento del mundo material.

y

Para todos aquellos que se esfuerzan continua--
mente por alcanzar su bienestar social, así co-
mo espiritual.

A todos los niños del mundo.

A Tí.

CONTENIDO

I.- INTRODUCCION.

II.- GENERALIDADES.

✓ 2-4,

III.- PARTE EXPERIMENTAL.

1).- Material, Reactivos y Equipo.

2).- Métodos y Técnica.

a).- Espectroscopía de Emisión. 26

b).- Espectroscopía de Absorción Ató
mica. 33

c).- Espectrofotometría UV-Vis.

d).- Volumetría.

IV.- RESULTADOS (Tablas)

V.- CONCLUSIONES.

VI.- BIBLIOGRAFIA.

INTRODUCCION

El objetivo de este trabajo fue desarrollar un método empleando la espectroscopia de absorción atómica para cuantificar los siguientes elementos: Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, que se encuentran como sales en algunas formas farmacéuticas (soluciones, jarabes, gránulos, tabletas) y cuyas concentraciones son de miligramos ó microgramos.

Los resultados obtenidos por Absorción Atómica se comparan con métodos químicos convencionales como espectroscopia de emisión atómica, espectrofotometría de absorción (UV-Vis) y volumetría; que también se desarrollan para estos tipos de formulaciones antes mencionadas.

Los métodos convencionales resultaron mas laboriosos debido a que se efectuaron separaciones de los elementos interferentes, además de la materia orgánica y serie de reacciones requeridas para cada determinación; sobre estos métodos encontramos la ventaja que nos ofrece la espectroscopia de absorción atómica en cuanto a su rapidez, especificidad y sensibilidad para la determinación de estos elementos inorgánicos.

GENERALIDADES

La Espectroscopía de Absorción Atómica es uno de los métodos analíticos cuyas ventajas son la rapidez, especificidad y sensibilidad para la determinación de trazas de metales en -- multicomponentes, sin complicaciones en la preparación de la -- muestra, ya que solo es necesario que se encuentre en solución-- ó bien en fina suspensión y cuando se requiere de separaciones-- químicas, estas son de lo más sencillas, evitando en esta forma una serie de pasos para determinar la cantidad de elemento de -- interés, lo cual no sucede con los métodos convencionales en -- que es necesario efectuar otras separaciones ya que estos ele-- mentos interfieren. Además la manipulación del aparato es simple y no existe la interpretación de resultados, porque las lec turas son en concentración, absorbancia ó transmitancia, su mayor ventaja analítica es que casi no tiene interferencias espec trales y pocas químicas.

El principio en que se basa esta técnica es el inver so de la espectroscopía de emisión. Es ya conocido que en esta última la muestra se excita para producir la radiación de inte- rés, siendo esta seleccionada por un sistema de filtros ó mono- cromador.

Midiéndose después, por medios electrónicos adecuados dicha radiación y comparándose su valor con los estándares de -

concentración conocida se obtiene el valor de la concentración de la muestra.

En Absorción Atómica el elemento que se va a determinar no es excitado sino disociado de sus ligaduras químicas, -llevándose así a un estado fundamental no ionizado.

En estas condiciones el elemento es capaz de absorber una radiación al pasar a su estado fundamental. Esta frecuencia de radiación que absorbe el elemento viene siendo la misma que emitiría si fuera excitado.

Con la aparición de esta técnica surgió un nuevo concepto instrumental: lámpara de cátodo hueco. El cátodo de esta lámpara está formado del elemento de interés y en general tiene la forma de un cilindro, cerrado por un lado. El ancho es un alambre de metal recto; la lámpara, usa como gas de relleno neón ó argón a unos cuantos milímetros de presión; la parte de enfrente de la lámpara es de cuarzo u otro material vidriado, -dependiendo de la longitud de onda de la lámpara. Esta lámpara es la que produce el espectro de emisión del elemento a determinar. De este espectro la banda de resonancia es la que va a ser absorbida durante el fenómeno de atomización de la muestra.

El elemento de interés es disociado de sus ligaduras químicas al quemarse la muestra es una flama generalmente de aire-acetileno transportándose a dicha flama con un sistema de atomización.

El espectro resultante después de la absorción de la muestra pasa a través de un monocromador para aislar la longitud de onda de interés, llevándose después esta radiación a un fotodetector en donde se convierte en energía eléctrica, esta energía se amplifica por medios electrónicos adecuados llevándose a un sistema de lectura tal que nos dé una medida ya sea de la absorbancia ó de la concentración de la muestra.

Desde el siglo pasado el fenómeno de Absorción Atómica ya había sido observado por investigadores como Wollannston y Brewster al estudiar el espectro del sol. Posteriormente -- Kirchoff efectua una de las primeras primeras aplicaciones de este fenómeno al análisis químico y continuando los estudios - en conjunto con Bunsen. Lievening y De Mar hacen varias inves- tigaciones de la absorción de las líneas espectrales por vapores atómicos.

En 1955 el físico australiano Alan Walsh publica en "Spectrochimica Acta", 'The application of atomic absorption -- spectra to chemical analysis'; ya anteriormente reconoce las - amplias ventajas de este método y proyecta un sencillo y versátil aparato, el cual podía ser usado para determinar un amplio rango de metales en solución.

Sin embargo, fue hasta 1963 cuando se introdujo por- vez primera el instrumento comercial para una operación de ru- tina teniendo una gran aceptación en la Química, Biología, Geo- grafía, Agricultura, Metalurgia, Bioquímica Clínica y diversos

campos de la industria.

METODOS CUANTITATIVOS CONVENCIONALES.

El principio básico de la mayoría de los métodos cuantitativos de absorción consiste en comparar la extensión de la absorción (ó transmitancia) de la energía radiante a una longitud de onda particular con una solución del material de prueba y una serie de soluciones estandar.

Un trabajo preciso se hace con un espectrofotómetro - que es capaz de emplear anchuras de bandas de energía radiante-angostas y que puede manejar espectros de absorción en la región ultravioleta con ópticos de cuarzo ó sílice.

Las limitaciones de muchos procedimientos colorimétricos radican en las reacciones químicas sobre las cuales están basados estos procedimientos más bien que sobre el instrumento-que se tiene a mano.

Surgen muchas ocasiones cuando un espécimen no posee propiedades cromogénicas adecuadas; algunas veces puede convertirse una especie absorbente o hacer que reaccione con un reactivo absorbente. Los puntos que deben considerarse en la selección de cualquier procedimiento colorimétrico incluyen a) especificidad de la reacción formadora de color; b) tiempo-estabilidad del sistema y provocador de color (es decir, reactivo blanco); c) efecto del exceso de reactivo, iones diversos, pH, po-

der iónico y temperatura; d) conformidad con la ley de Beer (deseable pero no esencial) y e) absorbencia molar.

LEYES FUNDAMENTALES DE LA FOTOMETRIA.

(Absorción Iónica o Molecular)

Dos leyes fundamentales sostienen la práctica de la fotometría, la ley de Bourguer (1729) ó de Lambert (1760) establece que cuando un haz de luz monocromática, previamente - puesto en plano paralelo, entra en un medio absorbente por án gulos rectos al plano, superficies paralelas del medio (ó con tenedor de una solución), la velocidad de disminución en su - poder radiante con la longitud de su trayecto de luz a través del medio absorbente b , es proporcional al poder, radiante - del haz, esto es, la luz se disminuirá en una progresión geo métrica (no aritmética), o exponencial. En otras palabras, - si cierto espesor absorbe la mitad de la luz, entonces el es - pesor que sigue al primero y es igual a él, no absorbe total - mente la otra mitad sino la mitad de esta mitad y por consi - guiente, la reducirá a un cuarto. Por lo que

$$\frac{-\partial P}{P} = K \partial b$$

En la integración y cambiando a logaritmos de base 10 y ponien do $P = P_0$ cuando $b = 0$, se obtiene

$$2.303 \log (P_0/P) = kb$$

Esto es equivalente a declarar que el poder radiante de una luz no absorbida decrece exponencialmente conforme el espesor del medio absorbente aumenta aritméticamente, esto es,

$$P = P_0 e^{-kb} = P_0 10^{-0.434 kb}$$

La ley de Bernard (1852) ó Beer (1852) establece que el poder radiante de un haz de una radiación monocromática paralela decrece en una forma similar a como aumenta la concentración del constituyente absorbente de la luz. Así que,

$$2.303 \log (P_0/P) = k'c$$

Las dos leyes pueden ser combinadas y representarse por una sola constante: $\log (P_0/P) = abc$

$$\text{ó } P = P_0 10^{-abc}$$

en donde 'a' es la absorbencia (no índice de absorbencia, extinción específica ó coeficiente de extinción), una constante dependiente de la longitud de onda de la radiación y de la naturaleza del material absorbente cuya concentración 'c' se expresa en gramos por litro.

El producto de la absorbencia y del peso molecular de la substancia se llama 'absorbencia molar' y se le da el símbolo 'E'. La ley combinada, por lo general, se llama ley de --

Beer, aunque se reconoce que otros contribuyeron a su formulación.

La absorbancia es el producto de la absorbencia, la longitud del trayecto óptico y la concentración analítica, es decir :

$$A = abc \quad \text{ó} \quad A = \epsilon bc$$

METODOS GRAVIMETRICOS.

En los métodos gravimétricos se determina el peso de algún constituyente o sustancia derivada. Los cálculos se verifican con auxilio de los pesos atómicos y moleculares (peso-fórmula) y se fundamentan en una constancia en la composición de sustancias puras y en las relaciones ponderales (estequiometría) de las reacciones químicas.

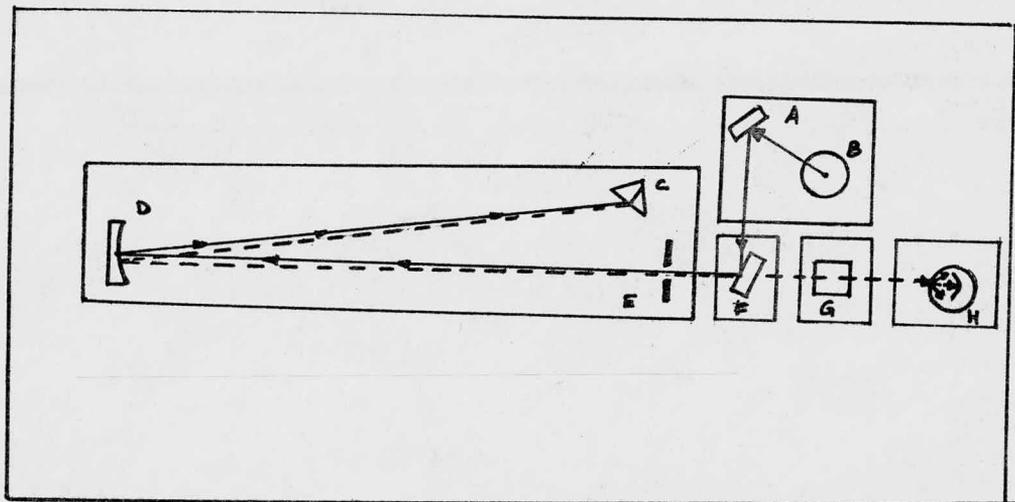


DIAGRAMA No.1

Diagrama Esquemático del
Espectrofotometro de un solo Haz.

- A.- Espejo condensador.
- B.- Lámpara.
- C.- Prisma de Cuarzo Littrow.
- D.- Espejo Colimador.
- E.- Rendijas.
- F.- Espejo de Entrada de Rendijas Diagonales.
- G.- Muestra.
- H.- Fototubo.

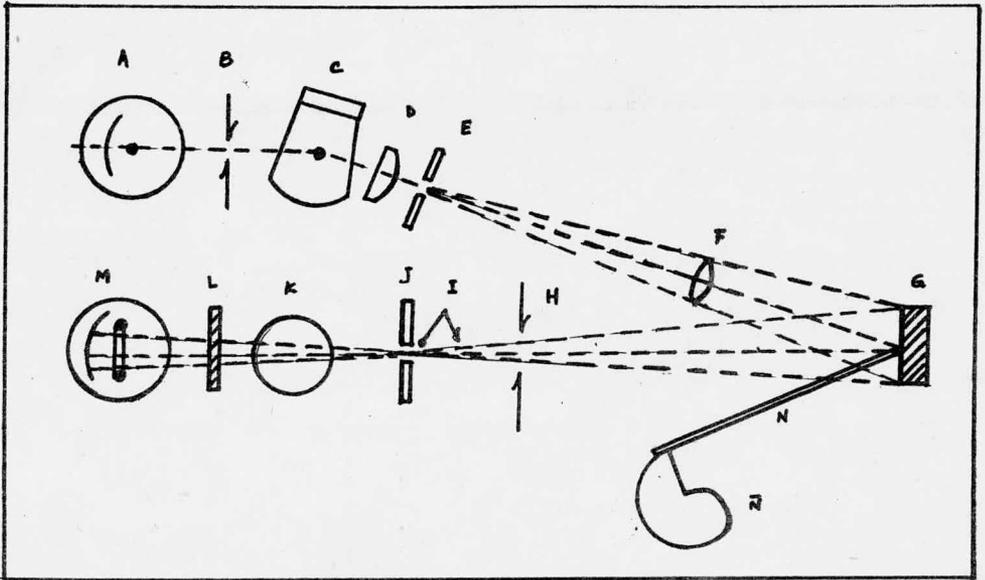


DIAGRAMA No. 2

Diagrama Esquemático del
Espectrofotometro de Doble Haz.

- A.- Fototubo de Referencia.
- B.- Trampa de Luz.
- C.- Lámpara.
- D.- Lente A.
- E.- Rendija de Entrada.
- F.- Lente B.
- G.- Rejilla.
- H.- Control de Luz.
- I.- Ocluser.
- J.- Rendija de Salida.
- K.- Muestra.
- L.- Filtro.
- M.- Fototubo de Medición.
- N.- Brazo de la Leva.
- N.- Leva de Longitud de Onda.

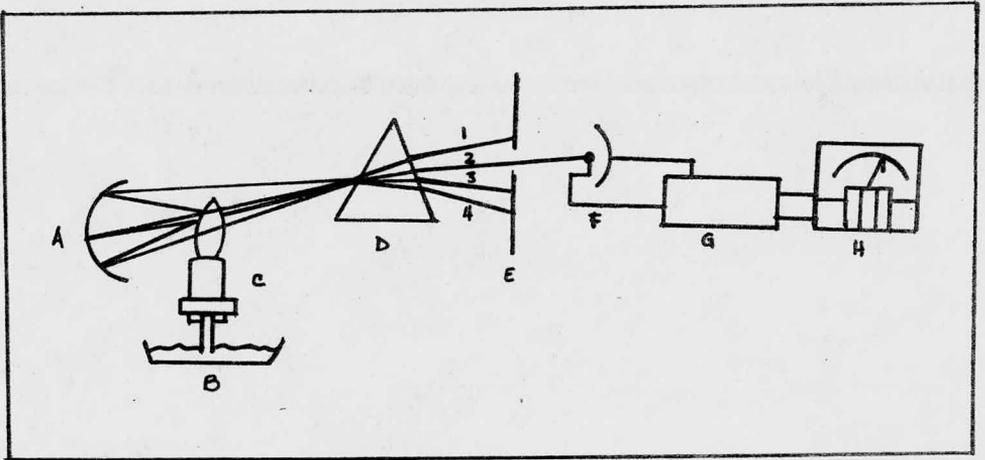


DIAGRAMA No. 3

Diagrama Esquemático de un Fotómetro de Flama.

- A.- Espejo Colimador.
- B.- Muestra
- C.- Atomizador-Quemador.
- D.- Prisma.
- E.- Rejilla.
- F.- Fotodetector.
- G.- Amplificador.
- H.- Medidor.

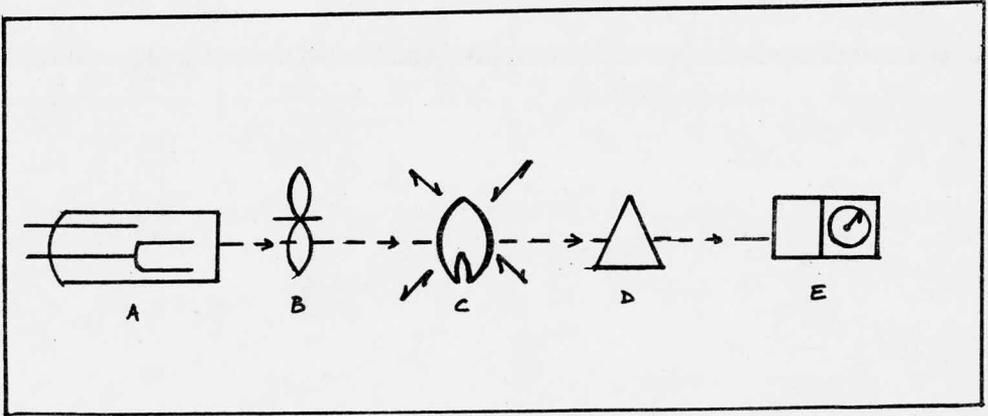


DIAGRAMA No. 4

Diagrama Esquemático del
Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

- A.- Lámpara de Catodo Hueco.
- B.- Chopper.
- C.- Atomizador de Flama.
- D.- Prisma.
- E.- Detector modulado y Registrador de Lecturas.

MATERIAL: Todo el material usado en un laboratorio de Control Químico.

REACTIVOS:

Cloruro de Sodio	R.A.
Cloruro de Potasio	R.A.
Carbonato de Potasio	R.A.
Magnesio Metálico	R.A.
<i>α, α'</i> Dipiridilo	R.A.
Acetato de Amonio	R.A.
Sulfato Ferroso Amoniacal Hexahidratado	R.A.
Hidróxido de Amonio	R.A.
Etilendiamino Tetraacetato Disódica Dihidratado	R.A.
Indicador de Dureza. (Haganchemicals and Controls - Inc.)	
Oxalato de Amonio	R.A.
Acido Nítrico	R.A.
Acido Clorhídrico	R.A.
Yoduro de Potasio	R.A.
Tiocianato de Potasio	R.A.
Tiosulfato de Sodio	R.A.
Tioace Tamida	R.A.
Sulfato Cuprico Pentahidratado	R.A.
Bromo	R.A.
Acido Acético	R.A.

Ditizona R.A.

Tolueno R.A.

Sulfuro de Sodio R.A.

Acido Sulfhidrico (Preparado en laboratorio).

Zinc R.A.

Agua Destilada

EQUIPO:

Espectrofotómetro de Absorción Atómica Varian Modelo 1200.

Fotómetro de Flama Beckman Modelo B.

Espectrofotómetro (UV-Vis) Beckman Digital Modelo 25.

Mufla Modelo Blue.

Estufa.

PARTE EXPERIMENTAL

Método de determinación de Sodio y Potasio por espectroscopía de Emisión y Calcio y Magnesio por volumetría, en soluciones electrolíticas orales.

Determinación de Sodio:

Concentración del Producto: 690 mcg/ml

Solución Stock Standard de Sodio:

Pesar exactamente 200 mg de Cloruro de Sodio Grado - Reactivo Analítico, se transfiere a un matraz volumétrico de 500 ml, disolver y diluir a volumen con agua. Esta solución contiene aproximadamente 160 mcg/ml de Sodio.

$$\text{CALCULOS: } \frac{200 \text{ mg NaCl}}{500} \times \frac{22.99}{58.44} \times 1000 = 157.3579 \text{ mcg/ml}$$

Solución Standard de 8 mcg/ml: Diluir 10.0 ml de la solución Standard Stock a 200.0 ml con agua. Esta solución contiene aproximadamente 8 mcg/ml de Sodio.

Solución Standard de 4 mcg/ml: Diluir 5.0 ml de la solución Standard Stock a 200 ml con agua. Esta solución contiene aproximadamente 4 mcg/ml de Sodio.

Preparación de la Muestra: Pipetear 5.0 ml de la --

muestra a un matraz volumétrico de 100 ml y diluir a volumen con agua. Pipetear 10.0 ml de la solución resultante a otro matraz volumétrico de 100 ml y diluir a volumen con agua.

Procedimiento: Ajustar el fotómetro de flama Beckman modelo B a 590 milimicras, 2 de sensibilidad, voltaje del foto multiplicador a C, Oxígeno a 12 Lbs., Hidrógeno a 4 Lbs. ajustar a 100 % de transmitancia con la solución Standard de 8 mcg/ml y a cero de transmitancia con agua. Determinar el porcentaje de transmitancia (% T) de la preparación de la Solución Standard de 4 mcg/ml y de la Solución de la Muestra.

Determinación de Potasio: Concentración en el producto 782 mcg/ml.

Solución Stock Standard de Potasio: Pesar exactamente cerca de 150 mg de Cloruro de Potasio Grado Reactivo Analítico, previamente secado a 105°C por 4 horas, transferir a un matraz volumétrico de 500 ml., disolver y diluir a volumen con agua. Esta solución contiene aproximadamente 160 mcg/ml de Potasio, calculado de la siguiente manera:

$$\frac{150 \text{ mg KCl}}{500} \times \frac{39.102}{74.56} \times 1000 = 157.33 \text{ mcg/ml}$$

Standard de 8 mcg/ml: Diluir 10 ml de la Solución Standard a 200 ml con agua. Esta solución contiene aproximadamente 4 mcg/ml de Potasio.

Preparación de la Muestra: Pipetear 5 ml de la muestra a un matraz volumétrico de 100 ml y diluir a volumen con agua. Pipetear 10 ml de la solución resultante a otro matraz volumétrico de 100 ml y diluir a volumen con agua.

Procedimiento: Ajustar el fotómetro de flama Beckman Modelo B a 769 milimicrones, 4 de sensibilidad, Oxígeno a 16 Lbs, y Hidrógeno a 4 Lbs. Ajustar a 100% de transmitancia con el Standard de 8 mcg/ml y a cero de transmitancia con Agua. Determinar el porcentaje de transmitancia (% T) de la preparación del Standard y de la muestra.

$$\text{CALCULOS: } \frac{\% T \text{ Prep. muestra}}{\% T \text{ Prep. Sta}} \times \frac{\text{Conc. Sta} \times 5}{5} \times \frac{100}{5} \times \frac{100}{10} =$$

$$= \text{mcg/ml k}$$

$$\frac{\text{mcg/ml k}}{782} \times 100 = \% k$$

Determinación de Calcio y Magnesio: (Método Volumétrico).

Concentración en el producto: 79.5 mcg/ml de Calcio
48.5 mcg/ml de Magnesio.

Solución 'A' Indicador de Dureza: Hagan Chemicals -- Andcontrols, Inc, Pittsburgh.

Solución Standard de Calcio (0.01 molar): Disolver -

exactamente 1.000 gramo de Carbonato de Calcio grado reactivo especial (bajo en Alkali y metales pesados) en aproximadamente 5 ml de Hcl 1:1 y diluir a 1000 ml con agua y mezclar.

Solución Standard de Magnesio (0.01 molar): Disolver exactamente 2.465 gramos de Sulfato de Magnesio Heptahidratado grado reactivo especial (bajo en Calcio) en agua, diluir a - - 1000 ml y mezclar.

Solución de Edetato Disódico (aprox. 0.01 molar): Di solver 3.7 gramos de Edetato Disódico (Etilendiaminotetraaceta to Disódico Dihidratado) en agua, diluir y mezclar. Estandari zar esta solución para Calcio y Magnesio de la siguiente mane- ra:

Standarización para Calcio: Transferir 25 ml de la - solución Standard de Calcio a un matraz Erlenmeyer de 250 ml, - adicionar 50 ml de agua y mezclar. Adicionar 5 gotas de Hidró- xido de Amonio concentrado y 20 gotas de la Solución 'A' indi- cadora de dureza, un color rojo vino es producido, titular con Edetato Disódico hasta que la solución vire a un color azul - pálido.

CALCULOS: $\frac{25 \times 0.01}{\text{ml. Na}_2 \text{ EDTA requerido}}$ = Molaridad de la Solución- de Edetato Disódico para- calcio.

Estandarización para Magnesio: Transferir 25 ml de la solución Standard de Magnesio a un matraz Erlenmeyer de -- 250 ml, adicionar 50 ml de agua y mezclar. Adicionar 20 gotas de solución 'A' indicador de dureza, un color rojo vinos producido, titular con Edetato Disódico hasta que la solución vire a un color azul pálido.

CALCULOS:
$$\frac{25 \times 0.01}{\text{ml Na}_2 \text{ Requeridos}} = \text{Molaridad de la solución de Edetato Disódico para Magnesio.}$$

Procedimiento para calcio: Transferir 50 ml de la muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 ml., adicionar 20 gotas de (solución) indicador de dureza, ajustar la solución a pH entre 10.0 y 10.3 con Hidróxido de Amonio. Titular con -- Edetato Disódico hasta que la solución vire a un color azul-pálido. Designar el volumen requerido como volumen 'A'.

CALCULOS:

$$\frac{(A - B) \times \text{Molaridad de Na}_2 \text{ EDTA para Calcio} \times 40.1 \times 1000}{50} = \text{mcg/ml de calcio}$$

$$\frac{\text{mcg/ml de calcio}}{79.5} \times 100 = \% \text{ de calcio}$$

Procedimiento para Magnesio: Transferir 50 ml de la muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 ml., diluir a 100 ml. con agua, y adicionar 1 ml de Acido Clorhídrico. Adicionar-

gota a gota, con agitación y en caliente (60° a 70°C) 20 ml. - de solución de Oxalato de Amonio 0.5 % calentar la mezcla a ebullición, adicionar 5 ml. de Hidróxido de Amonio mezclar y dejar reposar por 1.5 horas. Filtrar la solución a través de papel filtro fino para remover el Oxalato de Calcio precipitado, colectando el filtrado en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Adicionar 20 gotas de (Solución 'A') indicador de dureza al filtrado y ajustar la solución a pH entre 10.0 y 10.3 con Hidróxido de Amonio. Titular con Edetato Disódico hasta que la solución vire a un color azul pálido.

Designar el volumen requerido en esta titulación como volumen 'B'.

CALCULOS

$$\frac{B \times \text{Molaridad de Na}_2 \text{ EDTA para Magnesio} \times 24.3 \times 1000}{50} = \text{mcg/ml de Magnesio}$$

$$\frac{\text{mcg/ml de Magnesio}}{48.5} \times 100 = \% \text{ de Magnesio}$$

Determinación de Na, K, Ca, Mg por absorción atómica en solución oral electrolítica.

Determinación de Sodio.

Preparación de la Solución Stock Standard:

Pesar exactamente 2.542 gramos de cloruro de Sodio

grado reactivo analítico (99.99 %), transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml, disolver y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1000 mcg/ml de sodio.

CALCULOS:

$$\frac{2542 \text{ mg}}{1000} \times \frac{22.99}{58.44} \times 1000 = 1000 \text{ mcg/ml Na}$$

Preparación de la Solución Standard: Pipetear 1.38 ml de la solución stock Std. a un matraz volumétrico de 1000 ml y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1.38 mcg/ml Na.

Preparación de la Muestra. Concentración: 690 mcg/ml. Pipetear 1 ml de la muestra a un matraz volumétrico de 500 ml, diluir y llevar a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1.38 mcg/ml.

Procedimiento: Ajustar el espectrofotómetro de Absorción Atómica varían modelo 1200 a 589.6 nm x 0.2 nm de paso de banda espectral, 5 mA de intensidad de corriente de la lámpara, aire a 20 lbs, acetileno 10 lbs, ajustar a cero con agua destilada, determinar la concentración de la solución Standard y de la muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ Na} \quad \frac{\% \text{ Na} \times 690 \text{ mcg/ml}}{100} = \text{mcg/ml}$$

DETERMINACION DE POTASIO

Preparación de la Solución Stock Standard: Pesar -- exactamente 1.907 gramos de cloruro de potasio grado reactivo analítico (99.99%). Transferir a un matraz volumétrico de -- 1000 ml, disolver y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1000 mcg/ml de Potasio.

CALCULOS:

$$\frac{1907 \text{ mcg}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{39.10}{74.56} \times 1000 = 1000 \text{ mcg/ml K}$$

Preparación de la Solución Standard. Pipetear 1.56-ml de la Solución Stock Standard a un matraz volumétrico de -- 1000 ml y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1.56 mcg/ml de K.

Preparación de la Muestra: Conc. 782 mcg/ml. Pipe-tear 1 ml de la muestra a un matraz volumétrico de 500 ml di-luir y llevar a volumen con agua destilada. Esta solución con-tiene 1.56 mcg/ml K.

Procedimiento: Ajustar el espectrofotómetro de ab--sorción atómica varian modelo 1200 a 766.5 nm de longitud de onda, 0.5 nm de paso de la banda espectral, 5 m A de intensi-dad de corriente de la lámpara, aire a 20 lbs, acetileno 10 - lbs. ajustar a cero con agua destilada determinar la concen--

tración de la solución standard y de la muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% K \quad \frac{\% K \times 782 \text{ mcg/ml}}{100} = \text{mcg/ml}$$

DETERMINACION DE CALCIO

Preparación de la Solución Stock Standard: Pesar - exactamente 2.497 gramos de carbonato de Calcio grado reactivo analítico (99.9%), transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml disolver en un volumen mínimo de Acido Nítrico (1:4), diluir y llevar a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1000 mcg/ml Ca.

CALCULOS:

$$\frac{2497 \text{ mg}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{40.08}{100.08} \times 1000 = 1000 \text{ mcg/ml}$$

Preparación de la Solucion Standard: Pipetear 1.59 ml de la solución Stock Standard a un matraz volumétrico de 1000 ml y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1.59 mcg/ml Ca.

Preparación de la Muestra: Conc. 79.5 mcg/ml. Pipetear 2 ml de la muestra a un matraz volumétrico de 100 ml diluir y llevar a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1.59 mcg/ml.

Procedimiento: Ajustar el espectrofotómetro de Absorción Atómica varían modelo 1200 a 422.7 nm de longitud de onda, 0.2 nm de paso de la banda espectral, 5 mA de intensidad de corriente de la lámpara aire a 20 lbs, Acetileno 10-lbs, ajustar a cero con agua destilada, determinar la concentración de la solución Standard y de la muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ Ca } \frac{\% \text{ Ca} \times 79.5 \text{ mcg/ml}}{100} = \text{mcg/ml Ca}$$

DETERMINACION DE MAGNESIO:

Preparación de la Solución Stock Standard: Pesar exactamente 1.0 gramos de Magnesio Metálico (99.99 %), transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml, disolver en ácido Nítrico (1:4) y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1000 mcg/ml de Mg.

Preparación de la Solución Standard: Pipetear 0.97-ml de la Solución Stock Standard a un matraz volumétrico de 1000 ml, diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 0.97 mcg/ml Mg.

Preparación de la Muestra: Conc. 48.5 mcg/ml. Pipetear 2 ml de la muestra a un matraz volumétrico de 100 ml diluir y llevar a volumen con agua destilada. Esta solución con

tiene 0.97 mcg/ml Mg.

Procedimiento: Ajustar el espectrofotómetro de Absorción Atómica Varian Modelo 1200 a 285.2 nm de longitud de onda, 0.5 nm de paso de la banda espectral, 3 mA de intensidad de corriente de la lámpara, aire a 20 lbs., Acetileno 10-lbs., ajustar a cero con agua destilada, determinar la concentración de la solución Standard y de la Muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ Mg. } \frac{\% \text{ Mg} \times 48.5 \text{ Mcg/ml}}{100} = \text{mcg/ml Mg}$$

DETERMINACION EN GRANULOS DE SODIO Y POTASIO POR ESPECTROSCOPIA DE EMISION; Y CALCIO Y MAGNESIO POR METODOS VOLUMETRICOS.

Determinación de Sodio.

Contenido de Sodio en el Producto: 13.68 mg/g.

Solución Standard Stock de Sodio: Pesar exactamente 200 mg de Cloruro de Sodio grado reactivo analítico, transferir a un matraz volumétrico de 500 ml, disolver y diluir a volumen con agua. Esta solución contiene aproximadamente 160 mcg/ml de Sodio.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Peso de NaCl (mg)}}{500} \times \frac{22.99}{58.44} \times 1000 = \text{Concentración del Stock Standard (mcg/ml de Sodio)}$$

Solución Standard (8 mcg/ml): Diluir 10 ml de la solución Stock Standard a 200 ml con agua. Esta solución contiene aproximadamente 8 mcg/ml de Sodio.

Solución Standard (4 mcg/ml): Diluir 5 ml de la solución Standard a 200 ml con agua. Esta solución contiene aproximadamente 4 mcg/ml de Sodio.

Preparación de la Muestra (Solución 1): Pesar exactamente 14 gramos de la muestra y diluir a 250 ml con agua; (esta dilución nos sirve para las determinaciones de Sodio, Potasio y Calcio).

sio, Calcio y Magnesio), diluir 5 ml a 100 ml con agua, de esta dilución tomar 10 ml y llevar a 100 ml con agua para obtener la preparación de la Muestra para determinación de Sodio.

Procedimiento: Ajustar el Fotómetro de Flama Beck--man Modelo B a 590 nm, sensibilidad 2, voltaje del fotomultiplicador a corriente, Oxígeno a 12 lbs, Hidrógeno a 4 lbs. Ajustar a 100 % de transmitancia con la Solución Standard de 8 - mcg/ml y a cero de transmitancia con agua. Determinar el -- (% T) porciento de transmitancia de la Solución Standard de - 4 mcg/ml y de la Muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\% T \text{ Muestra}}{\% T \text{ Standard}} \times \frac{\text{Conc. Standard} \times 5}{200 \times 1000} = \frac{100}{5} \times \frac{100}{10} = \text{mg/ml Sodio}$$

$$\frac{\text{mg/ml Sodio} \times 250}{\text{Peso Muestra (gramos)}} = \text{mg/g de Sodio}$$

$$\frac{\text{mg/g Sodio}}{13.68} \times 100 = \% \text{ de Sodio}$$

Determinación de Potasio:

Concentración de Potasio en el Producto: 15.50 mg/g.

Solución Stock Standard de Potasio: Pesar exactamente 150 mg de Cloruro de Potasio Grado Reactivo Analítico, previamente secado a 105°C por 4 horas, transferir a un matraz -

volumétrico de 500 ml y diluir a volumen con agua. Esta solución contiene aproximadamente 160 mcg/ml de Potasio.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Peso de Kcl (mg)}}{500} \times \frac{39.102}{74.56} \times 100 = \text{Concentración del Stock-Standard (mcg/ml de Potasio)}$$

Solución Standard (8 mcg/ml): Diluir 10 ml de la Solución Stock Standard a 200 ml con Agua. Esta solución contiene aproximadamente 8 mcg/ml de Potasio.

Solución Standar (4 mcg/ml): Diluir 5 ml de la Solución Stock Standard a 200 ml con agua. Esta solución contiene aproximadamente 4 mcg/ml de Potasio.

Preparación de la Muestra: Tomar de la preparación de la Muestra (Solución 1) que se utilizó para determinación de Sodio.

Procedimiento: Ajustar el fotómetro de flama Beckman Modelo B a 769 nm, sensibilidad de 4, Oxígeno a 16 lbs., Hidrógeno a 4 lbs. Ajustar a 100 % de transmitancia con la Solución Standard de 8 mcg/ml y a cero de transmitancia con agua. Determinar el (% T) por ciento de transmitancia de la Solución Standard y de la Muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\% T \text{ Muestra}}{\% T \text{ Standard}} \times \frac{\text{Conc. Standard} \times 5}{200 \times 1000} \times \frac{100}{5} \times \frac{100}{10} = \text{mg/ml de Potasio}$$

$$\frac{\text{mg/ml de Potasio} \times 250}{\text{Peso Muestra (Gramos)}} = \text{mg/g de Potasio}$$

$$\frac{\text{mg/g de Potasio}}{15.50} \times 100 = \% \text{ de Potasio}$$

Determinación de Calcio. (Método Volumétrico)

Contenido de Calcio en el Producto: 159 mg/g.

Indicador de Dureza (Solución A): Hagan Chemicals - and Controls, Inc. Pittsburgh.

Solución Standard de Calcio (0.01 Molar): Disolver exactamente 1.0 gramo de Carbonato Calcio (grado reactivo especial, bajo en alcalis y metales pesados) en 5 ml de Acido Clorhídrico 1:1, Diluir a 1000 ml con agua y mezclar.

Solución de Edetato Disódico (aprox. 0.01 molar): - Disolver 3.7 gramos de Edetato Disódico (Etilendiaminotetraacetato Disódico Dihidratado) en agua y llevarlo a 1000 ml. y Mezclar.

Estandarización Para Calcio: Transferir 25 ml de la Solución Standard de Calcio a un matraz Erlenmeyer de 250 ml.,

adicionar 50 ml de agua y mezclar. Adicionar 5 gotas de Hidróxido de Amonio y 20 gotas de (Solución A) Indicador de dureza: Un color rojo vino es producido, titular con Edetato Disódico hasta que la solución vire a un color azul pálido.

CALCULOS:

$$\frac{25 \times 0.01}{\text{ml. Na}_2 \text{ EDTA}} = \text{Molaridad de Solución de Edetato Disódico - Para Calcio.}$$

Procedimiento: Transferir 50 ml. de la Preparación la muestra previamente filtrada a través de carbón activado, a un matraz Erlenmeyer de 250 ml y adicionar 20 gotas de (Solución A) indicador dureza, ajustar la solución A pH entre 10 y 10.3 con Hidróxido de Amonio. Titular con Edetato Disódico hasta que la solución vire a un color azul pálido. Designar esta titulación como Volumen 'A'.

CALCULOS:

$$\frac{(A-B) \times \text{Molaridad de Na}_2 \text{ EDTA para Calcio} \times 40.1}{50} = \text{mg/ml de Calcio}$$

$$\frac{\text{mg/ml de Calcio} \times 250}{\text{Pesomuestra (Gramos)}} = \text{mg/g de Calcio}$$

$$\frac{\text{mg/g de Calcio}}{1.59} \times 100 = \% \text{ Calcio}$$

Determinación de Magnesio. (Método Volumétrico)

Contenido de Magnesio en el Producto: 0.96 mg/g

Indicador de Dureza (Solución A): Hagan Chemicals -
and Controls, Inc. Pittsburgh.

Solución Standard de Magnesio (0.01 Molar). Disolu-
ción exactamente 2.465 gramo, de Sulfato de Magnesio Heptahi-
dratado (Grado reactivo especial, bajo en calcio) en agua y-
llevarlo a 1000 ml, y mezclar.

Solución de Edetato Disódico (Aprox. 0.01 Molar) :-
Disolver 3.7 gramos de Etato Disódico (Etilendiaminotetrace-
tato Disódico Dihidratado) en agua y llevarlo a 1000 ml., y-
mezclar.

Estandarización para Magnesio: Transferir 25 ml.-
de Solución Standard de Magnesio a un matraz Erlenmeyer de -
250 ml., adicionar 50 ml. de agua y mezclar. Adicionar 5 go--
tas de Hidróxido de Amonio y 20 gotas de (Solución A) indica-
dor de dureza, un color rojo vino es producido. Titular con-
Edetato Disódico hasta que la solución vire a un color azul-
pálido.

CALCULOS:

$$\frac{25 \times 0.01}{\text{ml. Na}_2 \text{ EDTA}} = \text{Molaridad de Solución de Edetato Disódi-} \\ \text{co para Magnesio.}$$

Procedimiento: Transferir 50 ml. de la preparación de la muestra, previamente filtrado a través de Carbón Activo, a un matraz Erlenmeyer de 250 ml., diluir a 100 ml. con agua, y adicionar 1 ml. de Acido Clorhídrico concentrado. Adicionar gota a gota con agitación, y calentando (60 a 70°C) 20 ml. de solución de Oxalato de Amonio 0.5 %. Calentar la mezcla a ebullición, adicionar 5 ml. de Hidróxido de Amonio, Mezclar y dejar reposar durante 1.5 horas. Filtrar la solución a través de papel filtro fino a remover el Oxalato de Calcio precipitado, colectando todo el volumen filtrado en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. adicionar 20 gotas de (solución) indicador de dureza al filtrado y ajustar la solución a pH entre 10.0 y -- 10.3 con Hidróxido de Amonio. Titular con Edetato Disódico - hasta que la solución vire a un color azul pálido. Designar el volumen requerido en esta titulación como volumen 'B'.

CALCULOS:

$$\frac{'B' \times \text{Molaridad de Na}_2 \text{ EDTA para Magnesio} \times 24.3}{50} = \text{mg/ml de Magnesio}$$

$$\frac{\text{mg/ml de Magnesio} \times 250}{\text{Peso de la Muestra (Gramos)}} = \text{mg/g de Magnesio}$$

$$\frac{\text{mg/g de Magnesio}}{0.96} \times 100 = \% \text{ de Magnesio}$$

DETERMINACION EN GRANULOS DE SODIO, POTASIO, CALCIO
Y MAGNESIO, POR METODO DE ESPECTROSCOPIA DE ABSOR--
CION ATOMICA

Determinación de Sodio:

Concentración de Sodio en el Producto: 13.68 mg/g.

Solución Stock Standard: Pesar exactamente 2.542 - gramos de Cloruro de Sodio grado reactivo analítico, transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., disolver y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1000 mcg/ml. de Sodio.

CALCULOS:

$$\frac{2542 \text{ mg NaCl}}{1000} \times \frac{22.99}{58.44} \times 1000 = 1000 \text{ mcg/ml. de Sodio}$$

Solución Standard. Tomar de la Solución Stock Standard 1.369 ml., transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., diluir y llevar a volumen con agua, mezclar. Esta Solución - Standard contiene 1.369 mcg/ml.

Preparación de la Muestra: Pesar 1.0 gramo de la -- muestra y transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., disolver y llevar a volumen con agua. Esta solución contiene -- 1.369 mcg/ml.

Procedimiento: Ajustar el espectrofotómetro de ab-- sorción atómica varian modelo 1200 a 589.6 nm 0.2 nm de Paso-

de banda espectral, 5 mA de intensidad de corriente de la lámpara, aire a 20 lbs, Acetileno 10 lbs, ajustar acero con agua destilada determinar la concentración de la Solución Standard y de la Muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ de Sodio } \frac{\% \text{ Sodio} \times 13.68 \text{ mg/g}}{100} = \text{mg/g de Sodio}$$

Determinación de Potasio:

Concentración de Potasio es el Producto: 15.50 mg/g.

Solución Stock Standard: Pesar exactamente 1.907 - gramos de Cloruro de Potasio grado reactivo analítico, transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., disolver y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 1000 - mcg/ml de Potasio.

CALCULOS:

$$\frac{1907 \text{ mcg}}{1000 \text{ ml.}} \times \frac{39.10}{74.56} \times 1000 = 1000 \text{ mcg/ml. de Potasio}$$

Solución Standard: Tomar de la Solución Stock Standard 1.55 ml, transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., diluir y llevar a volumen con agua. Esta solución contiene 1.55 mcg/ml.

Preparación de la Muestra: Tomar de la preparación

de la muestra para Sodio; para determinación de Potasio. Esta solución contiene 1.55 mcg/ml.

Procedimiento: Ajustar el espectrofotómetro de absorción atómica varian modelo 1200 a 766.5 nm de longitud de onda, 0.5 nm de paso de la banda a espectral, 5 mA de intensidad corriente de lámpara, aire 20 lbs., Acetileno a 10 lbs., ajustar a cero con agua destilada; determinar la concentración de la Solución Standard y de la Muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ de Potasio } \frac{\% \text{ Potasio} \times 15.50}{100} = \text{mg/g de Potasio}$$

Determinación de Calcio:

Concentración de Calcio en el Producto: 1.59 mg/g

Solución Stock Standard: Pesar exactamente 2.497 -- gramos de Carbonato de Calcio grado reactivo analítico, transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., disolver en un volumen mínimo de Acido Nítrico (1:4), diluir y llevar a volumen con agua destilada. Esta Solución contiene 1000 mcg/ml. de Calcio.

CALCULOS:

$$\frac{2497 \text{ mg}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{40.08}{100.08} \times 1000 = 1000 \text{ mcg/ml de Calcio}$$

Solución Standard: Tomar de la Solución Stock Standard 1.59 ml., transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., diluir y llevar a volumen con agua. Esta solución contiene - 1.59 mcg/ml. de Calcio.

Preparación de la Muestra: Tomar de la preparación de la muestra para Sodio; para determinación de Calcio. Esta Solución contiene 1.54 mcg/ml. de Calcio.

Procedimiento: Ajustar el Espectrofotómetro de absorción atómica a varian modelo 1200 a 422.7 nm de longitud de onda, 0.2 nm de paso de banda espectral, 5 mA de intensidad de corriente de la lámpara aire a 20 lbs., Acetileno a - 10 lbs., ajustar a cero con agua destilada, determinar la -- concentración de la Solución Standard y de la Muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ Calcio } \frac{\% \text{ Calcio} \times 1.59 \text{ mg/g}}{100} = \text{mg/g de Calcio}$$

Determinación de Magnesio:

Concentración de Magnesio en el Producto: 0.96 mg/g

Solución Stock Standard: Pesar exactamente 1.0 gramo de Magnesio Metálico (99.99%), transferir a un matraz volumétrico de 1000 ml., disolver en Acido Nítrico (1:4) y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene - 1000 mcg/ml. de Magnesio.

Solución Standard: Tomar de la Solución Stock Standard 0.96 ml., transferir a un matraz volumétrico de 100 ml., diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 0.96 mcg/ml. de Magnesio.

Preparación de la Muestra: Tomar de la preparación de la Muestra para Sodio, para determinación de Magnesio esta Solución contiene 0.96 mcg/ml.

Procedimiento: Ajustar el espectrofotómetro de absorción atómica varian modelo 1200 a 285.2 nm de longitud de onda, 0.5 nm de paso de la banda espectral, 3 mA de intensidad de corriente de la lámpara, aire a 20 lbs, Acetileno 10 - lbs., ajustar a cero con agua destilada, determinar la concentración de la Solución Standard y de la Muestra.

CALCULOS:

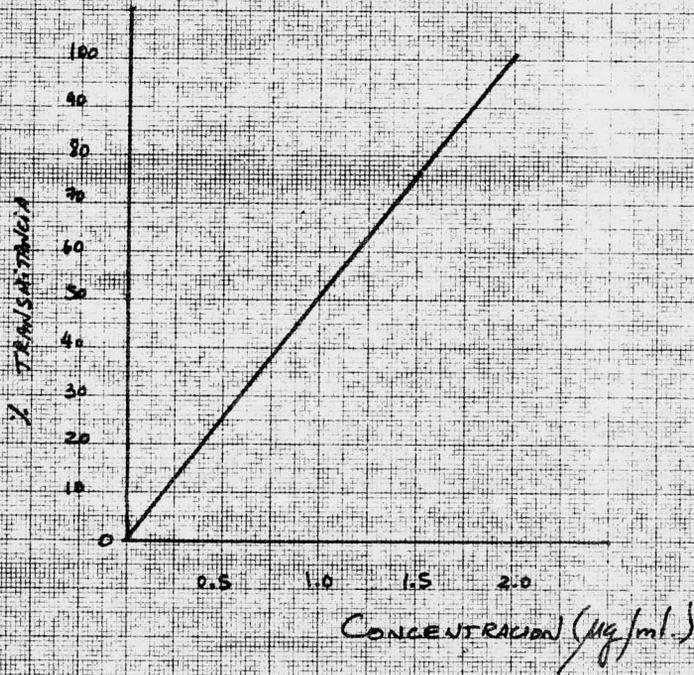
$$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ Magnesio}$$

$$\frac{\% \text{ de Magnesio} \times 0.96 \text{ mg/g}}{100} = \text{mg/g de Magnesio}$$

TABLA DE CONDICIONES DE TRABAJO DEL ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA

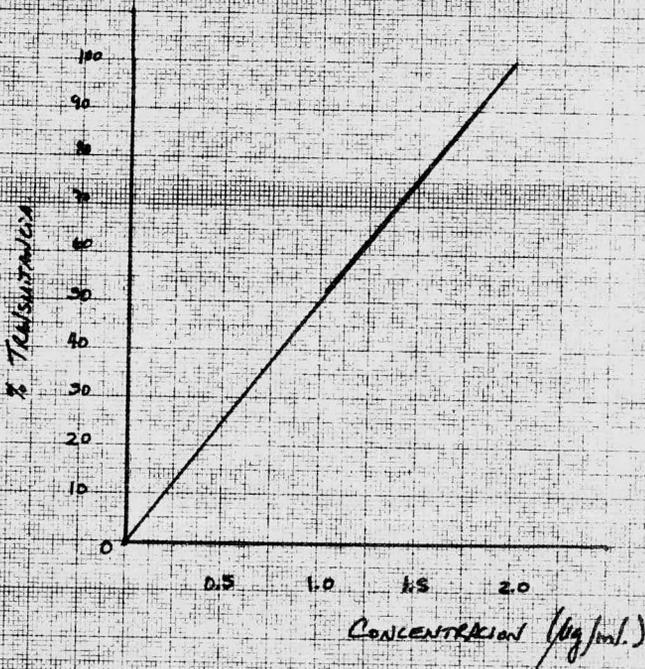
ELEMENTO	FORMA FARMACEUTICA	CONC. DE STANDARDS.	PARAMETROS INSTRUMENTALES	CALCULOS
SODIO	Soluciones	1.0, 1.38, 2.0 mcg/ml	Lámpara : 5 mA Flama : Aire-Acetileno Long. Onda : 589.6 nm	$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \%$ $\frac{(\%) \times \text{Conc. Teórica}}{100} = \text{mcg/ml}$
	Gránulos	1.0, 1.369, 2.0 mcg/ml	Rejilla : 0.2 nm.	" mg/g
POTASIO	Soluciones	1.0, 1.565, 2.0 mcg/ml	Lámpara : 5 mA Flama : Aire-Acetileno Long. Onda : 769.9 nm	$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \%$ $\frac{(\%) \times \text{Conc. Teórica}}{100} = \text{mcg/ml}$
	Gránulos	1.0, 1.55, 2.0 mcg/ml	Rejilla : 0.5 nm	" mg/g
CALCIO	Soluciones	1.0, 1.59, 2.0 mcg/ml	Lámpara : 3 mA Flama : Aire-Acetileno Long. Onda : 422.7 nm	$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \%$ $\frac{(\%) \times \text{Conc. Teórica}}{100} = \text{mcg/ml}$
	Gránulos	1.0, 1.59, 2.0 mcg/ml	Rejilla: 0.2 nm	" mg/g
MAGNESIO	Soluciones	0.50, 0.97, 1.50 mcg/ml	Lámpara : 3 mA Flama : Aire-Acetileno Long. Onda : 285.2 nm	$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conx. Standard}} \times 100 = \%$ $\frac{(\%) \times \text{Conc. Teórica}}{100} = \text{mcg/ml}$
	Gránulos	0.50, 0.46, 1.50 mcg/ml	Rejilla: 0.5 nm	" mg/g
FIERRO	Tabletas	6.0, 8.0, 10 mcg/ml	Lámpara : 5 mA Flama : Aire-Acetileno Long. Onda : 248.3 nm. Rejilla: 0.2 nm	$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \%$ $\frac{(\%) \times \text{Conc. Teórica}}{100} = \text{mg/Tab.}$
COBRE ✓	Tabletas	3.0, 4.0, 5.0 mcg/ml	Lámpara : 3 mA Flama : Aire-Acetileno Long. Onda : 324.7 nm Rejilla : 0.2 nm	$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \%$ $\frac{(\%) \times \text{Conc. Teórica}}{100} = \text{mg/Tab.}$
ZINC	Tabletas	0.50, 1.0, 2.0 mcg/ml	Lámpara : 5 mA Flama : Aire-Acetileno Long. Onda : 213.9 nm Rejilla : 0.2 nm	$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \%$ $\frac{(\%) \times \text{Conc. Teórica}}{100} = \text{mg/Tab.}$

GRAFICA 1 TRANSMITANCIA - CONCENTRACION
DETERMINACION DE SODIO
EMISION ATOMICA.



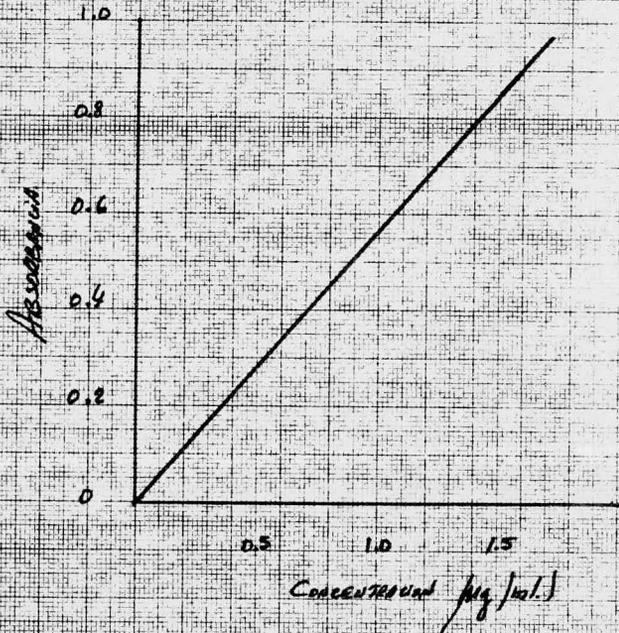
GRAFICA No. 1

GRAFICA % TRANSMITANCIA - CONCENTRACION
DETERMINACION DE POTASIO.
EMISION ATOMICA.



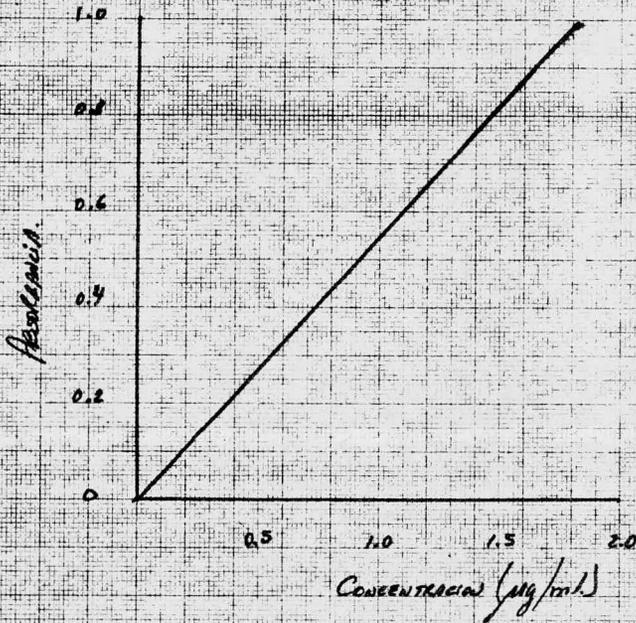
GRAFICA No. 2

GRAFICA ABSORBERANCIA - CONCENTRACION.
DETERMINACION DE SODIO.
ABSORCION ATOMICA.



GRAFICA No. 4

GRAFICA ABSORBANCIA-CONCENTRACION.
DETERMINACION DE POTASIO-
ABSORCION ATOMICA.

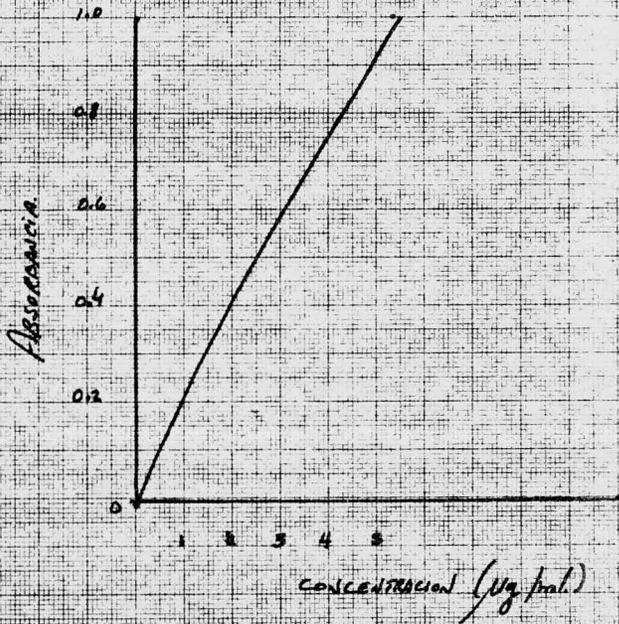


GRAFICA No. 5

GRAFICA Absorbancia - Concentracion.

DETERMINACION DE CALCIO.

Absorcion Atomica.

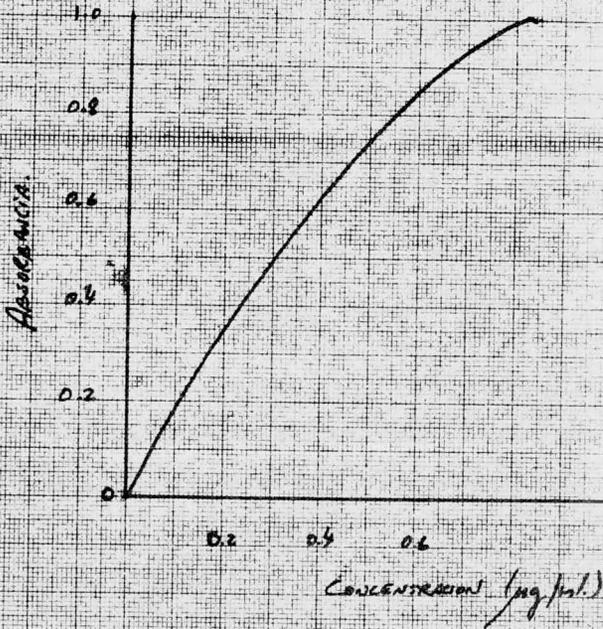


GRAFICA No. 6

GRAFIA ABSORBANCIA - CONCENTRACION.

DETERMINACION DE MAGNESIO.

ABSORCION ATOMICA.



GRAFICA No. 7

DETERMINACION DE FIERRO EN TABLETAS POR METODO
COLORIMETRICO

Determinación de Hierro: Disolver 200 mg de α, α' dipiridilo en Acido Acético 10% y diluir a 100 ml en un matraz volumétrico.

Solución Buffer de Acetato de Amonio: Disolver 77 -- gramos de Acetato de Amonio en agua y diluir a 1000 ml en un matraz volumétrico.

Preparación del Standard: Disolver 100mg, exactamente pesados de Sulfato Ferroso Amoniacal Hexahidratado en 50 ml de Acido Clorhídrico diluido en un matraz volumétrico de 500 ml, diluir a volumen con agua, y mezclar. Diluir 25 ml de esta solución a 100 ml con agua en un matraz volumétrico. Esta solución tiene una concentración de aprox. 50 mcg/ml de Sulfato Ferroso Amoniacal Hexahidratado. La concentración de Sulfato Ferroso Amoniacal Hexahidratado, multiplicado por la relación 55.85/392.14 representa la cantidad de Hierro en la Preparación del Standard. Esta solución debe Prepararse simultáneamente al ensayo.

Preparación de la Muestra: Introducir 10 tabletas en un matraz volumétrico de 500 ml, adicionar 100 ml de Acido -- Clorhídrico diluido, y agitar vigorosamente hasta dejar únicamente partículas finas como remanente, adicionar agua a volu--

men, mezclar y centrifugar una porción adecuada de la mezcla.-
 Filtrar el líquido claro sobrenadante a través de doble papel-
 filtro Whatman # 42, descartando los primeros 20 ml del filtra-
 do. Pipetear 3 ml del filtrado a un matraz volumétrico de 100-
 ml, adicionar agua a volumen y mezclar.

Procedimiento: Pipetear 2 ml. de la preparación del
 standard a un tubo colorimétrico de 22 mm y 2 ml de la prepara-
 ción de la muestra a cada uno de los dos tubos Colorimétricos.
 Adicionar 8.5 ml de agua a uno de los tubos conteniendo la pre-
 paración de la muestra, mezclar y ajustar esta solución para -
 usarla como blanco de corrección.

Tratar cada uno de los tubos de la siguiente manera:
 Adicionar 1.0 m. de agua, 2.0 ml de α, α' solución de Dipi-
 ridilo, 0.5 ml de Hidróxido de Amonio concentrado, y 5.0 ml de
 Solución Buffer de Acetato de Amonio.

Determinar la absorbancia de cada una de estas solu-
 ciones y del blanco de corrección a 515 $m\mu$ en un espectrofotó-
 metro adecuado usando agua para ajustar el instrumento. Regis-
 trar la lectura de la solución de muestra como A_u y prepara-
 ción del Standard como A_s y el blanco de corrección como A_B .

CALCULOS:

$$\frac{A_u - A_B}{A_s} \times \text{Conc. de Prep. Std. (mg/ml)} \times \frac{55.85}{392.14} \times \frac{500}{10} \times \frac{100}{3} = \text{mg/Tab.Fe}$$

$$\frac{\text{mg/Tab Fe}}{10} \times 100 = \% \text{ Fe}$$

DETERMINACION DE FIERRO EN TABLETAS POR ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA.

Preparación de la Muestra:

Pesar el equivalente de 20 mg de muestra de 5 tabletas finamente pulverizadas en un vaso de precipitados de 50 ml agregar de 5 a 10 ml de Hcl (1:1), calentar con cuidado hasta cerca del punto de ebullición, se deja enfriar y se filtra. El líquido filtrado se coloca en un matraz aforado de 100 ml y el residuo se calcina en un crisol de porcelana, se deja enfriar, agregar 5 ml de Hcl (1:3) y se calienta hasta dilución, y esta solución se transfiere al matraz que contiene el líquido filtrado y se afora con agua destilada. Se toman 2 ml y se llevan a un matraz volumétrico de 100 ml y se afora a volumen. Esta solución contiene 2 mcg/ml.

Preparación de la Solución Stock Standard. Pesar cuidadosamente 1.0 g de fierro metálico, introducirlo en un vaso de precipitados de 100 ml, adicionar 10 ml de Hcl concentrado y calentar hasta completa disolución, enfriar y transferir a un matraz volumétrico de 100 ml y aforar a volumen con agua -- destilada. Esta solución contiene 1000 mcg/ml.

Preparación de la Solución Standard. Se toma 1.0, 2.0 y 0.3 ml. de la Solución Stock Standard y se lleva a un matraz volumétrico de 1000 ml y se afora a volumen con agua destilada

y se mezcla. Esta solución contiene 1.0, 2.0 y 3.0 mcg/ml.

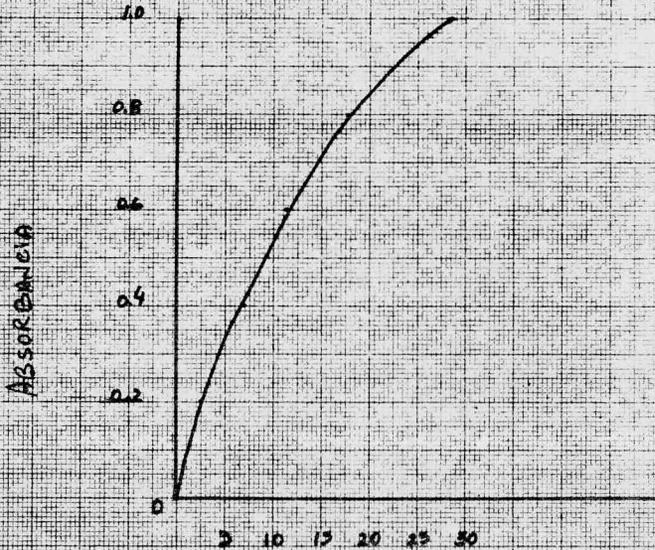
CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ Fe} \quad \frac{\% \text{ Fe} \times 20 \text{ mg}}{100} = \text{mg/Tab Fe}$$

GRAFICA ABSORBANCIA -VS- CONCENTRACION.

DETERMINACION DE **FIERRO**.

ABSORCION ATOMICA.



CONCENTRACION (µg/ml.)

GRAFICO No. 9

DETERMINACION DE COBRE EN TABLETAS POR YODOMETRIA
(Método Volumétrico)

Concentración de Cobre/Tableta: 1 mg/Tab.

Preparación de la Muestra y Procedimiento:

Pesar y pulverizar finamente 20 tabletas. Transferir una porción exactamente pesada del polvo, equivalente a 5 mg de cobre a un crisol de porcelana. Calentar lentamente e igniir, después introducir a una mufla durante 30 minutos. Enfriar, -- adicionar 10 ml de Acido Clorhídrico concentrado, digerir la -- masa carbonizada con ayuda de 2 ó 3 ml de agua destilada en -- una parrilla eléctrica por cerca de 30 minutos. Transferir el contenido del crisol a un matraz Erlenmeyer de 250 ml con ayuda de 100 ml de agua destilada, ebulir lentamente por 2 ó 3 -- minutos, dejar reposar hasta que sedimente la materia insolu-- ble y filtrar a través de papel filtro No. 41 colectando el -- filtrado en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Transferir el resi-- duo al filtro y lavar el primer matraz y el filtro con porciones sucesivas de agua hasta que los filtrados combinados tengan un volumen de 200 ml. Adicionar 10 ml de solución de Tioacetamida-- (1-20), calentar a ebullición por 15 minuto, dejar reposar 10-- minutos a temperatura ambiente. Filtrar a través de papel fil-- tro Whatman No. 42 lavar el precipitado con porciones sucesivas de agua y descartar el filtrado y lavados. Introducir el papel-- filtro, y igniir en una mufla durante 30 minutos. Enfriar y di--

solver el residuo en 5 ml de H_2SO_4 6N, calentando sobre un ba-
 ño maria hasta obtener una solución . (Si es necesario remover
 la materia insoluble remanente por filtración). Transferir el-
 contenido del crisol a un matraz Erlenmeyer con ayuda de 25 ml
 de agua. Adicionar 7 ml de solución de Ioduro de Potasio (1-10)
 y 10 ml de Tiocianato de Potasio solución (1-10) y dejar repo-
 sar por 10 minutos. Adicionar 2 ml de indicador de almidón y -
 titular con Tiosulfato de Sodio 0.01 N.

CALCULOS:

$$\frac{\text{ml. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{normalidad} \times 63.57 \times \text{Peso Prom./Tab.}}{\text{Peso de la Muestra (mg)}} = \text{mg/Tab. Cu}$$

$$\frac{\text{mg/Tab. Cu}}{1} \times 100 = \% \text{ Cu}$$

DETERMINACION DE COBRE EN GRAGEAS POR A. ATOMICA

Preparación de la Muestra: Se toman 5 grageas y se pulverizan finamente en un mortero, se pesa exactamente el - - equivalente al contenido de cobre por tableta, se lleva a un - matraz volumétrico de 100 ml, adicionando 1 ml de HCl concentra do y 20 ml de agua destilada; se agita mecánicamente durante 30 minutos, se lleva a volumen con agua y se mezcla. Filtrar para tomar una alicuota de 20 ml, transfiriéndose a un matraz volu métrico de 50 ml se lleva a volumen con agua y se mezcla. Esta solución tiene una concentración de 3 mcg/ml.

Preparación del Stock Standard: Disolver 1.5712 g de Sulfato Cuprico Pentahidratado en un matraz volumétrico de 200 ml, llevar a volumen con agua y mezclar. Estandarizar la solu ción de la siguiente manera: transferir una alicuota de 50 ml a un matraz Erlenmeyer de 250 ml, adicionar 3 ml de Acido Acé tico Glacial, 50 ml de agua y 3 g de Ioduro de Potasio y Titu lar el Iodo liberado con Tiosulfato de Sodio 0.1N, usando Almi dón como indicador.

CALCULOS: $\text{ml Na}_2 \text{S}_2\text{O}_3 \times \text{Normalidad} \times 0.2497 = \text{g/50 ml de Sulfa to Cuprico}$

$\frac{0.3928}{\text{g/50 ml de Sulfato Cuprico}} \times 50 = \text{ml requeridos para dilución a 1000 ml.}$

NOTA: Cada ml de la Dilución Final (Preparación del Standard) contiene aproximadamente 0.1 mg de Cobre.

Preparación del Standard: De la última dilución anterior se toman 2, 3 y 4 ml introduciéndolos en 3 diferentes matraces volumétricos de 100 ml y se llevan a volumen con agua y se mezclan. Cada ml de estas soluciones contienen 2, 3 y 4-mcg/ml.

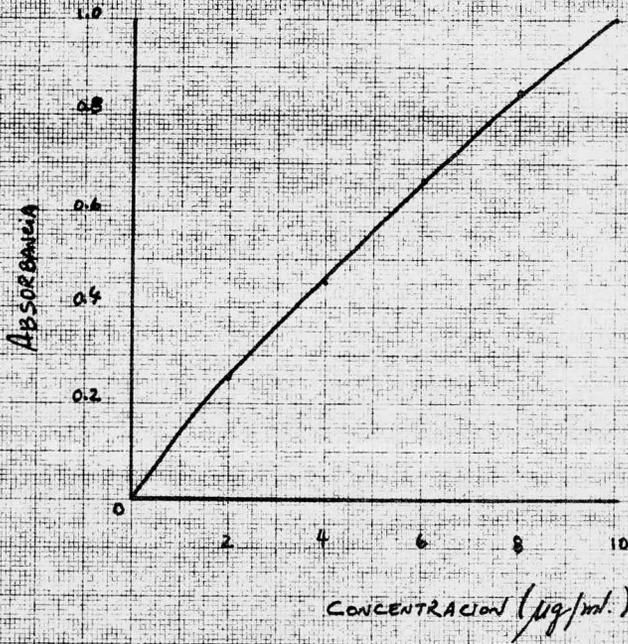
Procedimiento: Ajustar el espectrofotómetro de absorción atómica varian modelo 1200 a 324.7 nm de longitud de onda, 0.2 nm de paso de banda espectral, 3 mA de intensidad de corriente de la lámpara aire a 20 Lbs., Acetileno 10 Lbs. - ajustar a cero con agua destilada; determinar la concentración de la Solución Standard y de la muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ Cobre}$$

$$\frac{\% \text{ Cu} \times 1.0 \text{ mg}}{100} = \text{mg/gragea de Cobre}$$

GRAFICA ABSORBANCIA-CONCENTRACION
DETERMINACION DE COBRE.
Absorbancia Artificial.



GRAFICA No. 8

DETERMINACION DE ZINC POR METODO DE ABSORCIONMOLECULAR (Método Colorimétrico)

Preparación de la Muestra: Pesar el equivalente de 1 tableta de muestra pulverizada, introducir en un crisol de porcelana quemar la materia orgánica, disolver el residuo en Acido Clorhídrico (1:1), calentar lentamente hasta formar completamente una solución. La solución se lleva a un vaso de precipitados de 250 ml., adicionar de 5 a 10 ml. de Acido Nítrico concentrado, calentar hasta llegar cerca del punto de ebullición en caliente agregar amoniaco (1:1) hasta completa precipitación, para separar el grupo R_2O_3 (término común para asignar a los óxidos combinados como Al_2O_3 , Fe_2O_3 , P_2O_5 , Mn_3O_4 , etc..) observar que el pH no sea mayor de 8.

Adicionar una pequeña cantidad de agua de bromo para precipitar el manganeso calentar y adicionar un pequeño exceso de amoniaco concentrado, hervir durante 1 minuto, dejar reposar durante 20-30 minutos hasta que los óxidos hidratados coagulen (el vapor debe tener un ligero olor a amoniaco).

Filtrar a través de papel filtro What Man # 42 el líquido resultante de la filtración se acidula con Acido Clorhídrico 3 normal, y calentar a ebullición para separar la mayor cantidad de cobre, hacer pasar una corriente de Acido Sulfhídrico sin dejar de agitar durante 20 minutos, también esta reacción se puede efectuar adicionando tioacetamida en polvo a la -

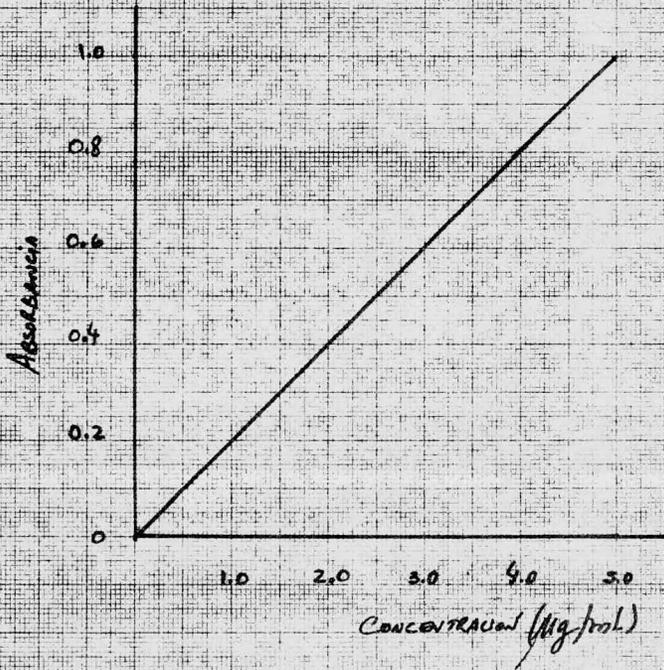
solución bajo las mismas condiciones.

Filtrar rápidamente procurando mantener con líquido-al al filtro; lavar el precipitado con agua Sulfhídrica Acidulada con Acido Acético. El líquido filtrado se lleva a volumen de - 100 ml., se toma 1 ml. y mezclar con 25 ml. de solución Buffer de pH = 5.2, transferir a un embudo de separación de 125 ml. adicionar 25 ml de agua destilada y 10 ml. de Ditizona en Tolueno al 0.05 %, agitar durante 10 minutos y dejar reposar. La ca pa orgánica se lava con tres porciones de 20 ml. de solución - acuosa de Sulfuro de Sodio al 0.02 %, para remover el exceso - de Ditizona.

La solución Standard se prepara con una concentración de la muestra y efectuar la extracción de la misma forma que pa ra la muestra.

Procedimiento: Ajustar el Espectrofotómetro (UV-Vis) Beckman digital modelo 25 a 538 nm de longitud de onda; ajus-- tar acero con la solución de Tolueno usado como blanco. Determi nar la Absorbancia de la solución Standard y la muestra.

GRAFICA. ABSORBANCIA - CONCENTRACION
METODOS COLORIMETRICOS.
ABSORCION MOLECULAR.



GRAFICA No. 3

DETERMINACION DE ZINC EN TABLETAS POR METODO
DE ABSORCION ATOMICA

Solución Stock Standard: Disolver 1.0 gramo de Zinc grado reactivo analítico, en 40 ml. de Acido Clorhídrico (1:1) una vez que se disuelva adicionar Acido Clorhídrico (1:1) y llevar a volumen de 100 ml. cada mililitro de esta solución contiene 1000 mcg/ml.

Solución Standard: Tomar 0.5, 1.0, 2.0 ml. de la Solución Stock Standard e introducir a matraces volumétricos de 1000 ml. diluir y llevar a volumen con agua destilada. Cada mililitro de esta solución contiene 0.5, 1.0 y 2.0 mcg/ml.

Preparación de la Muestra: Pesar y pulverizar finamente 5 tabletas, se toma el equivalente al contenido de una tableta, transferir a un matraz volumétrico de 100 ml., adicionar 1 ml. de Acido Clorhídrico concentrado y 30 ml., de agua, agitar durante 30 minutos, diluir y llevar a volumen con agua destilada. Tomar 10 ml. y transferir a un matraz volumétrico de 100 ml., diluir y llevar a volumen con agua. Cada mililitro de esta solución contiene 1 mcg/ml.

Procedimiento: Ajustar el espectrofotómetro de absorción atómica varian modelo 1200 a 213.6 nm de longitud de onda, 0.2 nm de paso de banda espectral, 5 mA de intensidad -

de corriente, 20 Lbs. de presión de aire, 10 Lbs. de Acetileno. Ajustar a cero con agua destilada, determinar la concentración de la solución Standard y de la Muestra.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Conc. Muestra}}{\text{Conc. Standard}} \times 100 = \% \text{ Zinc} \frac{\% \text{ Zinc} \times 1.0 \text{ mg}}{100} = \text{mg/tableta Zinc}$$

GRAFICA ABSORBANCIA - CONCENTRACION
DETERMINACION DE ZINC.
ABSORCION ATOMICA.

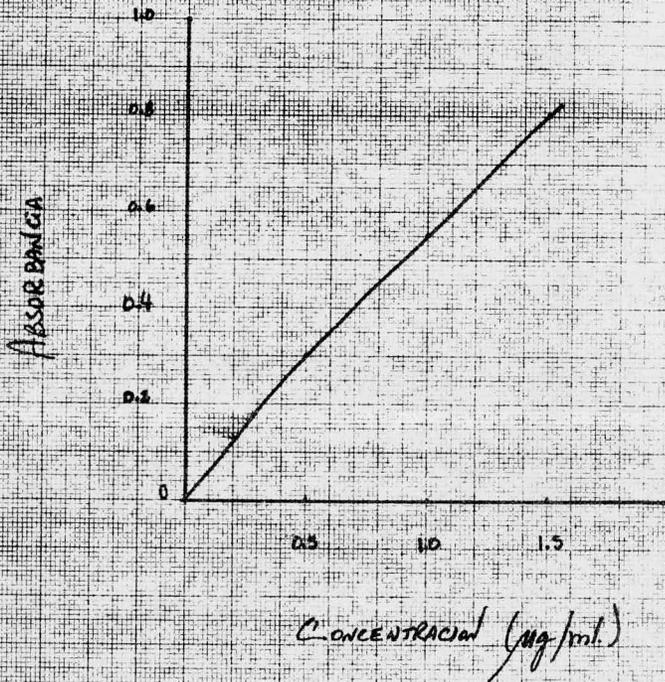


GRAFICO No. 10

RESULTADOS POR METODOS TRADICIONALES

DETERMINACION EN SOLUCIONES

Muestra No.	S O D I O		P O T A S I O	
	mcg/ml	%	mcg/ml	%
1	694.96	100.71	786.65	100.59
2	734.29	106.4	771.52	98.66
3	681.84	98.8	786.65	100.59
4	708.07	102.61	832.03	106.39
5	734.29	106.4	756.39	96.72
6	747.41	108.3	771.52	98.66
7	721.18	104.51	832.03	106.39
8	734.29	106.4	847.16	108.33
9	708.07	102.61	816.90	104.46
10	734.29	106.4	816.90	104.46
11	708.07	102.6	756.39	96.72
12	721.18	104.51	756.39	96.72
13	721.18	104.51	816.90	104.46
14	721.18	104.15	847.16	108.33
15	721.18	104.15	786.65	100.59
16	694.96	100.71	786.65	100.59
17	681.84	98.8	847.16	108.33
18	694.96	100.71	786.65	100.59
19	668.73	96.91	786.65	100.59
20	655.62	95.01	801.77	102.52
21	668.73	96.91	786.65	100.59
22	681.84	98.8	832.03	106.34
23	694.96	100.71	832.03	106.39
24	708.07	102.61	816.90	104.46
25	721.18	104.15	847.16	108.33

C A L C I O

M A G N E S I O

Muestra No.	mcg/ml	%	mcg/ml	%
1	79.39	99.87	48.60	100.20
2	80.20	100.88	49.08	101.20
3	81.80	102.89	50.05	103.21
4	79.39	99.87	48.60	100.2
5	81.84	102.89	48.60	100.2
6	80.20	100.88	52.97	109.22
7	79.39	99.87	51.51	106.21
8	82.60	103.90	50.54	104.21
9	81.00	101.88	51.03	105.21
10	81.00	101.88	49.08	101.20
11	81.80	102.89	49.57	102.21
12	85.01	106.93	50.54	104.21
13	81.00	101.88	51.51	106.21
14	79.39	99.87	49.08	101.20
15	81.00	101.88	52.48	108.22
16	79.39	99.87	49.08	101.20
17	82.60	103.90	48.11	99.20
18	78.59	98.86	49.57	102.20
19	78.59	98.86	48.11	99.20
20	86.61	108.95	52.97	109.22
21	81.00	101.88	48.60	100.20
22	81.80	102.89	47.62	98.20
23	81.00	101.88	50.54	104.21
24	81.00	101.88	51.54	106.21
25	83.40	104.91	50.54	104.21

RESULTADOS POR A. ATOMICA
 DETERMINACION EN SOLUCION

S O D I O

P O T A S I O

Muestra No.	mcg/ml	%	mcg/ml	%
1	705.00	102.17	799.48	102.23
2	695.00	100.72	789.49	100.95
3	710.00	102.89	779.50	99.68
4	675.00	97.82	764.51	97.76
5	695.00	100.72	799.48	102.23
6	700.00	101.44	799.48	102.23
7	700.00	101.44	789.49	100.95
8	685.00	99.27	784.49	100.31
9	700.00	101.44	794.49	101.59
10	700.00	101.44	774.50	99.04
11	710.00	102.89	784.49	100.31
12	700.00	101.44	784.49	100.31
13	695.00	100.72	789.49	100.95
14	690.00	100.00	759.51	97.12
15	680.00	98.55	769.50	98.40
16	695.00	100.92	779.50	99.68
17	685.00	99.27	774.50	99.04
18	680.00	98.55	809.48	103.51
19	695.00	100.72	814.47	104.15
20	700.00	101.44	799.48	102.23
21	710.00	102.84	814.47	104.15
22	710.00	102.84	799.48	102.23
23	695.00	100.72	784.49	100.31
24	695.00	100.72	774.50	99.04
25	700.00	101.44	769.50	98.40

C A L C I O

M A G N E S I O

Muestra No.	mcg/ml	%	mcg/ml	%
1	82.49	103.77	49.49	102.06
2	81.99	103.14	50.99	105.15
3	78.99	99.37	49.99	103.09
4	81.49	102.51	49.49	102.06
5	80.99	101.88	48.99	101.03
6	79.5	100.00	49.49	102.06
7	79.5	100.00	47.49	97.93
8	81.49	102.51	48.50	100.00
9	81.99	103.14	49.49	102.06
10	79.99	100.62	50.49	104.12
11	77.49	97.48	49.99	103.09
12	81.49	102.51	47.99	98.96
13	79.99	100.62	49.49	102.06
14	79.99	100.62	47.49	97.93
15	78.99	99.37	46.99	96.90
16	78.99	99.37	47.99	98.96
17	80.99	101.88	49.49	102.06
18	78.49	98.74	50.49	104.12
19	79.5	100.00	48.99	101.03
20	80.49	101.25	48.50	100.00
21	80.49	101.25	50.99	105.15
22	77.99	98.11	49.99	103.09
23	79.50	100.00	50.49	104.12
24	78.99	99.37	49.49	102.06
25	79.50	100.00	48.99	101.03

RESULTADOS POR METODOS TRADICIONALES

DETERMINACION EN GRANULOS

Muestra No.	S O D I O		P O T A S I O	
	mg/g	%	mg/g	%
1	13.57	99.20	15.71	101.38
2	13.42	98.16	15.50	100.00
3	13.42	98.16	15.81	102.00
4	13.13	96.03	14.64	94.50
5	13.57	99.20	15.19	98.00
6	12.85	93.94	16.16	104.31
7	13.13	96.03	15.77	101.80
8	12.85	93.94	14.37	92.75
9	12.85	93.94	15.42	99.50
10	13.42	98.16	14.51	93.63
11	13.68	100.00	14.99	96.75
12	12.56	91.85	16.04	103.50
13	12.85	93.94	14.61	94.30
14	13.13	96.03	14.44	93.20
15	13.42	98.16	16.50	106.50
16	13.57	99.20	16.16	104.31
17	12.85	93.94	15.81	102.00
18	12.85	93.94	15.71	101.38
19	13.13	96.03	15.19	98.00
20	12.56	91.85	15.42	99.50
21	13.42	98.16	14.99	96.75
22	12.85	93.94	16.04	103.50
23	13.57	99.20	15.42	99.50
24	13.13	96.03	16.66	107.50
25	13.42	98.16	16.35	105.50

C A L C I O

M A G N E S I O

Muestra No.	mg/g	%	mg/g	%
1	1.626	102.30	0.926	96.53
2	1.566	98.50	0.886	92.30
3	1.552	97.65	0.896	93.35
4	1.582	99.50	0.958	99.80
5	1.590	100.00	0.936	97.50
6	1.613	101.50	0.913	95.20
7	1.470	92.50	0.878	91.50
8	1.481	93.19	0.865	90.20
9	1.550	97.50	0.849	88.50
10	1.538	96.75	0.857	89.30
11	1.454	91.50	0.915	95.40
12	1.640	106.35	0.933	97.25
13	1.657	104.25	0.943	98.30
14	1.621	102.00	0.848	88.40
15	1.485	93.40	0.866	90.30
16	1.470	92.50	0.886	92.30
17	1.559	98.10	0.945	98.50
18	1.582	99.50	0.953	99.30
19	1.575	99.10	0.820	85.50
20	1.613	101.50	0.847	88.30
21	1.693	106.50	0.926	96.50
22	1.737	109.30	0.924	94.50
23	1.645	103.50	0.924	96.30
24	1.502	94.50	0.888	92.50
25	1.531	96.30	0.880	91.75

RESULTADOS POR ABSORCION ATOMICA

DETERMINACION EN GRANULOS

Muestra No.	S O D I O		P O T A S I O	
	mg/g	%	mg/g	%
1	14.02	102.50	15.73	101.50
2	13.88	101.50	15.85	102.30
3	13.65	99.80	15.50	100.00
4	13.85	101.30	15.42	99.50
5	14.02	102.50	15.73	101.50
6	13.68	100.00	15.26	98.50
7	13.88	101.50	15.85	102.30
8	14.15	103.50	16.04	103.50
9	13.65	99.80	15.42	99.50
10	13.61	99.50	15.26	98.50
11	13.50	98.70	15.72	101.50
12	13.88	101.50	15.85	102.30
13	14.15	103.50	16.04	103.50
14	14.26	104.30	15.73	101.50
15	13.98	102.20	15.50	100.00
16	13.88	101.50	15.73	101.50
17	13.68	100.00	15.26	98.50
18	13.68	100.00	15.42	99.50
19	14.02	102.50	15.11	97.50
20	13.65	99.80	15.73	101.50
21	13.61	99.50	16.02	103.40
22	13.44	98.30	15.88	102.50
23	13.33	97.50	15.73	101.50
24	13.59	99.30	15.50	100.00
25	13.61	99.50	15.50	100.00

C A L C I O

M A G N E S I O

Muestra No.	mg/g	%	mg/g	%
1	1.64	103.40	0.974	101.50
2	1.62	102.50	0.924	96.30
3	1.58	99.50	0.947	98.70
4	1.61	101.30	0.982	102.30
5	1.65	104.30	0.960	100.00
6	1.62	102.50	0.955	99.50
7	1.56	98.50	0.947	98.70
8	1.57	99.30	0.974	101.50
9	1.57	99.30	0.992	103.40
10	1.59	100.00	1.003	104.50
11	1.59	100.00	0.982	102.30
12	1.61	101.50	0.960	100.00
13	1.62	102.50	0.955	99.50
14	1.58	99.50	0.924	96.30
15	1.65	104.30	0.955	99.50
16	1.64	103.50	0.960	100.00
17	1.62	102.50	0.955	99.50
18	1.54	97.20	0.947	98.70
19	1.57	99.30	0.993	103.50
20	1.53	96.50	0.982	102.30
21	1.66	104.50	0.960	100.00
22	1.53	96.70	0.955	99.50
23	1.58	99.80	0.974	101.50
24	1.61	101.50	0.960	100.00
25	1.62	102.50	0.960	100.00

RESULTADOS POR METODOS TRADICIONALES

DETERMINACION EN GRAGEAS

Muestra No.	F I E R R O		C O B R E		Z I N C	
	mg/gragea	%	mg/gragea	%	mg/gragea	%
1	10.55	105.50	1.034	103.40	0.980	98.50
2	10.43	104.30	1.015	101.50	1.034	103.40
3	11.31	113.10	1.023	102.30	1.025	102.50
4	10.95	109.50	0.957	95.70	0.965	96.50
5	9.95	99.50	0.996	99.60	0.985	98.50
6	10.83	108.30	1.034	103.40	0.997	99.70
7	11.55	115.50	1.023	102.30	1.034	103.40
8	9.85	98.50	1.085	108.50	1.045	104.50
9	10.75	107.50	1.063	106.30	1.067	106.70
10	10.83	108.30	1.045	104.50	0.985	98.50
11	10.95	109.50	1.063	106.30	0.998	99.80
12	11.13	111.30	1.058	105.80	1.034	103.40
13	11.05	110.50	0.987	98.70	1.056	105.60
14	11.23	112.30	0.996	99.60	1.078	107.80
15	10.65	106.50	0.975	97.50	0.985	98.50
16	9.85	98.50	0.965	96.50	0.953	95.30
17	11.23	112.30	0.992	99.20	0.948	94.80
18	11.17	111.70	0.987	98.70	1.065	106.50
19	11.05	110.50	1.025	102.50	1.078	107.80
20	11.31	113.10	1.063	106.30	1.000	100.00
21	11.05	110.50	0.975	97.50	1.024	102.40
22	11.43	114.30	1.013	101.30	1.034	103.40
23	10.85	108.50	1.025	102.50	1.065	106.50
24	10.55	105.50	1.083	108.30	1.089	108.90
25	10.63	106.30	0.975	97.50	1.023	102.30

RESULTADOS POR ABSORCION ATOMICA

DETERMINACION EN GRAGEAS

Muestra No.	F I E R R O		C O B R E		Z I N C	
	mg/gragea	%	mg/gragea	%	mg/gragea	%
1	9.990	99.90	1.025	102.50	1.000	100.00
2	9.870	98.70	1.013	101.30	1.012	101.20
3	10.000	100.00	0.995	99.50	0.995	99.50
5	10.150	101.50	1.034	103.40	0.995	99.50
4	9.950	99.50	1.025	102.50	1.018	101.80
6	9.900	99.00	1.013	101.30	1.025	102.50
7	9.850	98.50	1.000	100.00	0.983	98.30
8	10.150	101.50	1.013	101.30	0.968	96.80
9	10.230	102.30	1.000	100.00	0.995	99.50
10	9.930	99.30	0.995	99.50	1.013	101.30
11	10.340	103.40	0.987	98.70	1.035	103.50
12	10.250	102.50	1.013	101.30	1.025	102.50
13	10.130	101.30	1.025	102.50	1.013	101.30
14	10.340	103.40	0.993	99.30	0.997	99.70
15	10.000	100.00	1.043	104.30	0.958	95.80
16	9.850	98.50	1.013	101.30	0.995	99.50
17	9.930	99.30	1.067	106.70	1.023	102.30
18	9.980	99.80	0.978	97.80	1.045	104.50
19	10.130	101.30	0.995	99.50	0.987	98.70
20	10.250	102.50	1.087	108.70	0.995	99.50
21	10.000	100.00	0.995	99.50	1.000	100.00
22	10.000	100.00	0.954	95.40	1.013	101.30
23	10.340	103.40	0.968	96.80	1.000	100.00
24	10.250	102.50	0.995	99.50	1.028	102.80
25	10.130	101.30	1.008	100.80	1.003	100.30

CONCLUSIONES

El objetivo de este trabajo fue determinar cuantitativamente los siguientes elementos: Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, que se encuentran como sales en diferentes formas farmacéuticas como tabletas, gránulos y soluciones, cuyas concentraciones son de miligramos. La metodología que se empleó fue la espectroscopía de absorción atómica, haciéndose comparación con métodos químicos convencionales.

Para efectuar los análisis por absorción atómica, -- únicamente una pequeña cantidad de muestra se disolvió y se llevó a un volumen determinado. Las lecturas dadas por el espectrofotómetro de absorción atómica, fueron en concentración directa (mcg/ml), y haciendo la transformación a miligramos se obtuvieron los resultados.

En los métodos convencionales sí fue necesario separar los elementos que interferían como Zn, Fe, y materia orgánica. Por volumetría se determinaron Cu, por gravimetría Ca, y Mg, por colorimetría Fe y Zn, por espectrofotometría de emisión de flama Na y K.

De las tablas de resultados y métodos analíticos se concluye que la Espectrofotometría de Absorción Atómica es una Técnica aplicable para cuantificar los elementos metálicos presentes en este tipo de formulación, además de presentar mayor sencillez en el procesamiento que los métodos convencionales --

por lo que disminuye el tiempo empleado para los análisis y por lo tanto aumenta la capacidad de trabajo, ya que se podría emplear no sólo para las determinaciones aquí presentadas, sino en todas las que impliquen determinación de metales, órgano-metales y en forma indirecta Fósforo, Azufre y Halógenos, haciendo que dicho equipo a la larga resulte más económico y se tengan resultados más precisos a niveles bajos de concentración (0.1 - mcg/ml).

BIBLIOGRAFIA

- 1.- B.K. Analytical Abstracts. 97, 3745 (1972).
- 2.- Burriel F., Lucernaf., y Arribas S., Química Analítica Cualitativa. Ed. Paraninfo, 1965, Pág. 245-249.
- 3.- Christian G.D. y Feldman J.F., Atomic Absorption Spectroscopy, Hohn Wiley & Sons Inc. 1970.
- 4.- Corwin A.H. y Jackson G.R., J. Am. Chem. Soc. 71, 3698 (1949).
- 5.- Forman N.H., Standard Methods of Chemical Analysis, D. Van -- Nostrand Company, Inc., 1962.
- 6.- Gilbert H.A., Quantitative Chemical Analysis, A. Herper International Edition, 1968.
- 7.- Hiskey C.F. y Meloche V.W., J. Am. Chem. Soc. 62, 1595 (1940).
- 8.- Khan L.H., Principles and Practice of Atomic Absorption, Advances Chemistry Series, 1968.
- 9.- Katsurai T. Chemical Abstracts. 33, 33 (1939).
- 10.- Kirkbright G.F. y Dagnall R.M. Atomic Absorption Spectroscopy, Butterworth & Co. 1969.
- 11.- Lange N.A., Handbook of Chemistry, Mc Grawhill Book Co. 1967.
- 12.- Manual and Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry, Varian Techtron 1200.
- 13.- Marple T.S., Matsuyama G'. y Burdett L.W. Anal. Chem. 30, 937- (1958).

- 14.- Math K.S., Quintus F. y Freiser H. Anal. Chem. 36, 1762 -- (1964).
- 15.- Mc Clellan B.E. y Freiser H., Anal. Chem. 36, 2262 (1964).
- 16.- Paul G.S. The Merck Index Merck & Co. Inc., 1968.
- 17.- Pecson L.R. y Shields L.D., Moderns Methos of Chemical Analysis John Wiley & Sons Inc. 1968. Pág. 123-129.
- 18.- Pinta M., Spectrométrie D'Absorption Atomique, Masson et - Cie. 1971.
- 19.- Rubiska I. y Bedrick M., Atomic Absorption Spectro Photo - Metry, Butterworth & Co. 1969.
- 20.- Snell F.D. y Snell C.T., Colorimetric Methods de Analysis- D. Van Nostrand Company INC. 1967.
21. Skoog D.A. y West D.M. Fundamentals of Analytical Chemistry, Holt Rinehart and Wiston, 1963.
- 22.- Willard H.H., Forman H.N. y Bricker E.C., Analisis Químico Cuantitativo, Ed. Marín, 1965. Pág. 61-68.
- 23.- Winerfordner J.A. y Vickers T.L., Anal. Chem. 36, 161, (1964).
- 24.- Zaugg, W. S. y Knox R.J., Anal. Chem. 38, 1959 (1966).