



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO  
FACULTAD DE QUIMICA

**DETERMINACION DE CALCIO POR ABSORCION ATOMICA  
EN DIFERENTES SALES DE USO FARMACEUTICO**

T E S I S  
QUE PARA OBTENER  
EL TITULO DE  
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO  
P R E S E N T A  
JOSEFINA GOMEZ MIRANDA

- 1975 -



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

AÑO 1975

FECHA

PROC. H.T. 134



QUINDÍO

**JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE**

**PRESIDENTE            PROFESORA:    MA.DELCONSUELO HIDALGO M.**  
**VOCAL                    PROFESOR:     RAMON ULACIA ESTEVE**  
**SECRETARIO            PROFESORA:    ETHELVINA MEDRANO DE JAIMES**  
**1er.SUPLENTE          PROFESOR :    MARIO MIRANDA CASTRO**  
**2do.SUPLENTE          PROFESOR :    ALFREDO GARZON SERRA**

**SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:**

**LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE LA  
COMPANIA MEDICINAL " LA CAMPANA,S.A. de C.V."**

**SUSTENTANTE:            JOSEFINA GOMEZ MIRANDA**

**ASESOR DE TEMA:        MA.DEL CONSUELO HIDALGO M.**

**A JESUCRISTO , MI REDENTOR CON PROFUNDO  
AGRADECIMIENTO POR SU GRANDE AMOR..**

CON AMOR Y GRATITUD

A MIS PADRES

CON CARINO

A MIS HERMANOS

CON AFECTO

A MI ABUELITA

**A MARY RUBIO**

**CON ADMIRACION Y GRATITUD**

**FOR SU DESINTERESADA AYUDA**

**AL H. JURADO PROFESIONAL**

## I N D I C E .

	Pág.
I.- OBJETO DE ESTE TRABAJO. - - - - -	1
II.- GENERALIDADES :	
Absorción Atómica - - - - -	2
III.- SALES A ENSAYAR	
Breve monografía y Métodos comunes para valorarlos- - - - -	7
IV.- EQUIPO USADO	
Partes de que consta un Espectrofotómetro de Absorción Atómica - - - - -	19
Funcionamiento de cada una de ellas - - - - -	20
V.- METODO EXPERIMENTAL - - - - -	27
VI.- RESULTADOS OBTENIDOS - - - - -	34
VII.- CONCLUSIONES - - - - -	44
VIII.-BIBLIOGRAFIA - - - - -	46



**I.- O B J E T O :**

El objeto de ésta tésis es establecer una técnica analítica cuantitativa , - segura, específica y rápida para la - determinación de calcio en diferentes sales.

## II.- GENERALIDADES .

Absorción Atómica.

## ABSORCION ATOMICA.

**HISTORIA.-** Los principios básicos de Absorción Atómica, fueron establecidos por KIRCHOFF en 1860; el descubrimiento de absorción Atómica y Emisión de Flama se debe a TWXAMA en 1951 y las aplicaciones analíticas a ALAN WALSH, físico australiano en -- 1955. Los instrumentos Comerciales aparecieron a principios de los años sesenta; por lo cual podemos decir que prácticamente-Absorción Atómica es una técnica relativamente nueva, que está en su segunda década.

**DEFINICION.-** Absorción Atómica, es el estudio de energía de -- radiación absorbida por átomos. El proceso analítico incluye - la Conversión de elementos combinados a átomos.

**PRINCIPIOS BASICOS.-** Se puede decir que Absorción Atómica es - lo opuesto a los métodos de emisión para determinación de elementos metálicos.

En todas las técnicas de emisión (flama, rayos X, fluorescencia, etc.,) la muestra es excitada para que emita radiaciones de interés al analista. La intensidad de la radiación es medida y por Comparación con estándares se obtiene la Concentración - del elemento buscado.

En Absorción Atómica, sucede exactamente lo Contrario, el elemento de interés en la muestra no es excitado, sino diso -- ciado o separado de sus ligaduras químicas, con lo cuál pasa a un estado no excitado, no ionizado en el que es capaz de absorber radiaciones de líneas discretas de longitud de onda angosta. A éstas se les llama " Líneas de Resonancia " y sus longitudes de onda corresponden a la transición de un nivel de - --

energía a otro nivel superior.

La Teoría Cuántica predice que cada átomo o ión tiene estados definidos de energía, en los cuales pueden existir los electrones. En el estado normal, los electrones se encuentran en su más bajo estado de energía; una adición de suficiente energía - puede hacer que uno o más electrones sean llevados a un estado de energía más alto y más lejano del núcleo, o sea pueden ir de un nivel en su estado no excitado a otros distintos y por lo tanto las Líneas de Resonancia de un elemento son varias, unas más intensas que las otras; lo cual resulta útil cuando se desea obtener mayor o menor respuesta en el medidor.

Los electrones excitados tienden a regresar a su estado normal y al hacerlo, emiten energía extra en forma de fotón.

ABSORCION  
 ATOMICA    .- ATOMO NO EXCITADO + ENERGIA —————> ATOMO EXCITADO

EMISION  
 DE FLAMA    .- ATOMO EXCITADO —> ATOMO NO EXCITADO + ENERGIA RADIANTE FOTON

La forma de disociar los elementos de interés y separarlos de sus ligaduras químicas es por medio de la flama, aunque existen otros métodos de hacerlo. Las líneas de emisión que serán absorbidas por los átomos, provienen de una Lámpara de Cátodo Hueco, que emite el espectro del elemento deseado.

El siguiente es un bosquejo del proceso de Absorción Atómica.

Figura No. 1.

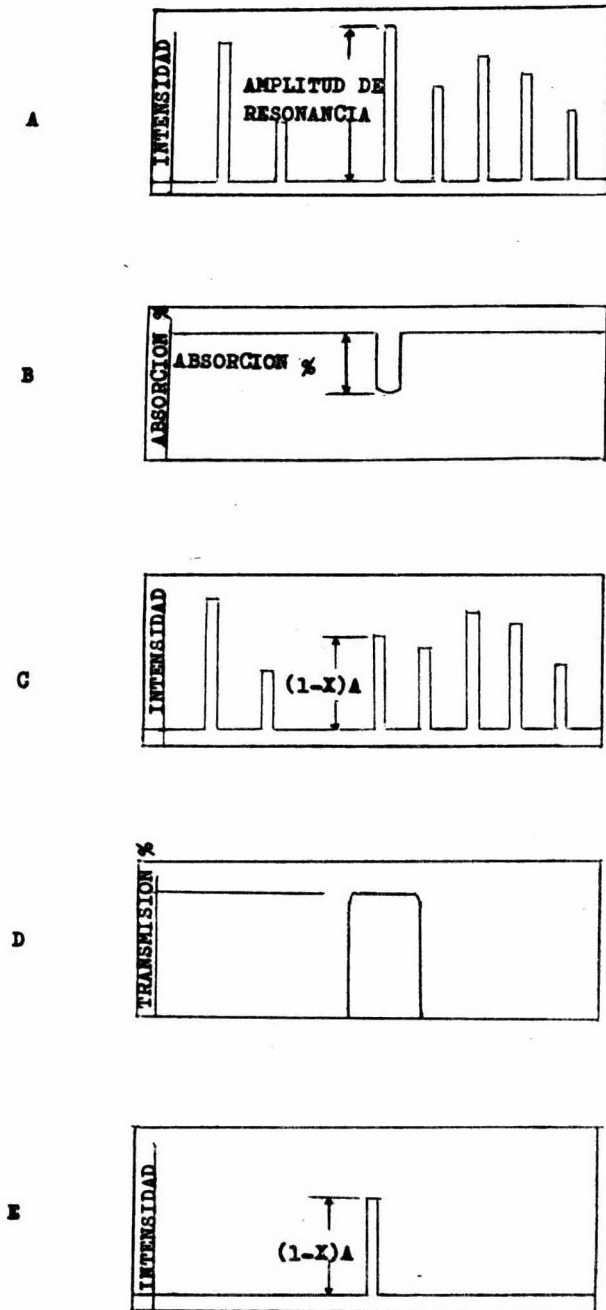


FIGURA NO. 1.-

En (A) se muestra el espectro de una lámpara de cátodo hueco, con líneas de emisión cuya anchura media es de  $0.02 \text{ \AA}$ .

Prácticamente puede considerarse que el elemento absorbe solamente la línea de resonancia cuyas longitudes de onda corresponden a los estados de transición del más bajo al más alto nivel de energía.

En (B) la muestra absorbe una cantidad  $X$  de energía, la cuál es proporcional a la concentración del elemento.

(C) Es el espectro resultante después de la absorción de la muestra; la línea de resonancia aparece disminuida mientras que las otras no se afectan.

Para eliminar la emisión indeseable, la radiación se pasa por un filtro o monocromador (D), el cuál solo deja pasar la línea de interés y rechaza las otras.

El Fotodetector (E) por lo tanto, solo vé la línea de resonancia disminuida.

#### DEFINICIONES :

Los términos comunmente usados en la absorción atómica son:

p.p.m. =  $\text{mcg/g}$  ó

$\text{mcg/ml.}$  - - - dependiente de la densidad del disolvente.

Sensibilidad.- Es la concentración o peso de substancia que dá una señal de 1% de absorción (0.0044 absorbancia) y se da como  $\text{mcg/g}$  ó  $\text{ppm/1\%}$  de absorción.

Límite de Detección.- Es la cantidad de substancia que dá una lectura del doble del ruido electrónico o que puede leerse arriba del blanco 19 de 20 veces. Esto se aprecia claramente cuando se cuenta con un registrador.

**III.- SALES A ENSAYAR**

**BREVE MONOGRAFIA Y METODOS COMUNES**

**PARA VALORARLAS.**

En las diferentes sales que se usaron como material de ensayo se tomaron como referencia el Formulario Nacional (N.F. XIII), y la Farmacopea Norteamericana (U.S.P. XVIII), de ellos se sacó una breve monografía, el análisis farmacéutico que se hace y el ensayo que dichos libros recomiendan para estas sales.

En todos los casos se compararon las ventajas del método ensayado.

A).- SULFATO DE CALCIO.

$\text{CaSO}_4$

P.M. 136.14

Es anhidro o puede contener dos moléculas de agua de hidratación. Cuando se seca a  $250^\circ\text{C}$  a peso constante, contiene no menos de 99.0 % y no más de 101.0 % de  $\text{CaSO}_4$ .

DESCRIPCION.- El sulfato de calcio se presenta como un polvo fino blanco o ligeramente blanco amarillento.

SOLUBILIDAD.- El sulfato de calcio es soluble en ácido clorhídrico diluido, es ligeramente soluble en agua.

IDENTIFICACION.- Disolver cerca de 200 mg. de sulfato de calcio en una mezcla de 4ml. de ácido clorhídrico y 16 ml. de agua, calentar si es necesario; ésta solución responde a las pruebas para calcio y para sulfato.

PERDIDA al SECADO.- El sulfato de calcio secado a  $250^\circ\text{C}$  a peso constante, la forma anhidra pierde no más del 1.5 % de su peso; la forma dihidratada pierde no menos del 17 % y no más del 21 % de su peso.

CARBONATO.- 1g. de sulfato de calcio con 5 ml. de agua más unas gotas de ácido clorhídrico diluido, no debe producir efervescencia.



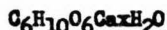
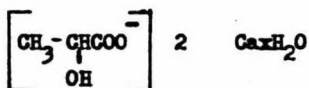
**FIERRO.-** Máximo 20 p.p.m.

**METALES PESADOS.-** Máximo 10 p.p.m.

**ENSAYO.-** Disolver cerca de 300 mg. de sulfato de calcio, previamente secado a 250°C a peso constante, en 100 ml. de agua y 4 ml. de ácido clorhídrico diluido. Agitar con una barra magnética y titular como sigue: Agregar de una bureta de 50 ml. -- cerca de 30 ml. de EDTA disódico 0.05 M 15 ml. de NaOH T.S. y - 300 mg. de azul de hidroxinaftol y continuar la titulación a -- una coloración azul. Cada ml. de EDTA disódico 0.05 M. equivale a 6.807 mg. de  $\text{CaSO}_4$ .

**USOS.-** Diluyente de tabletas.

## B).- LACTATO DE CALCIO.



P.M. anhidro 218.22

El lactato de calcio, contiene no menos de 98.0 % y no más de 101.0% de  $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_6\text{Ca}$  calculado sobre la base seca.

DESCRIPCION.- Se presenta como gránulos o polvo blanco casi inodoro.

SOLUBILIDAD.- El lactato de calcio pentahidratado es soluble en agua y es prácticamente insoluble en alcohol .

IDENTIFICACION.- Una solución de lactato de calcio (1 en 20), responde a las pruebas para calcio y para lactato.

PERDIDA POR SECADO.- Secado a  $120^\circ\text{C}$  por cuatro horas, el pentahidratado pierde no menos de 24 % y no más de 30 % de su peso el trihidratado pierde no menos del 15 % y no más del 20 % de su peso y el monohidratado pierde no menos del 5 % y no más del 8 % de su peso; y la forma seca pierde no más del 3 % de su peso.

ACIDEZ.- Titular 20 ml. de una solución de lactato de calcio ( 1 en 20 ) con hidróxido de sodio 0.1 N. usando S.R. fenolftaleína como indicador; se requiere no más de 0.5 ml. para su neutralización (0.45 % como ácido láctico ).

METALES PESADOS .- El límite de metales pesados para ésta sal es de 20 p.p.m.

ENSAYO.- Pesar cuidadosamente una cantidad de lactato de calcio, equivalente a 350 mg. de  $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_6\text{Ca}$  , transferir a un matrás - Erlenmeyer de 250 ml. y disolver en 150 ml. de agua destilada conteniendo 2 ml. de ácido clorhídrico diluido. Mientras se agita con

una barra magnética, agregar de una bureta cerca de 30 ml. de --  
EDTA disódico 0.05 M., adicionar 15 ml. de NaOH T.S. y 300 mg. -  
de azul de hidroxinaftol y continuar la titulación a un punto fi-  
nal azul. Cada mililitro de EDTA disódico 0.05 M. equivale a - -  
10.91 mg. de  $C_6H_{10}O_6Ca$ .

USOS.- Suplemento de calcio.

RANGO.- Dosis usual de 1 a 5 g. tres veces al día.

**C).- FOSFATO DE CALCIO TRIBASICO N. F.**

Consiste de una mezcla variable de fosfato de calcio, teniendo una composición aproximada de  $10 \text{ Ca } 0.3\text{P}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Contiene una cantidad de fosfato ( $\text{PO}_4$ ) equivalente a no menos de 90.0 % de fosfato de calcio tribásico  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ , calculado sobre base seca.

**DESCRIPCION.-** Se presenta como un polvo blanco, inodoro, e insabore el cuál es estable al aire.

**SOLUBILIDAD.-** Fácilmente soluble en ácido nítrico y ácido clorhídrico diluídos. Es insoluble en alcohol, es ligeramente soluble en agua.

**IDENTIFICACION.-**

a).- A una solución caliente de fosfato de calcio tribásico en un ligero exceso de ácido nítrico, agregar S.R. de malibdato de amonio; se produce un precipitado amarillo.

b).- Disolver cerca de 100 mg. de la sal con 5 ml. de ácido clorhídrico diluído y 5 ml. de agua; agregar gota a gota y con agitación 1 ml. de S.R. de amoniaco, adicionar 5 ml. de S.R. de oxalato de amonio; se forma un precipitado blanco.

c).- El fosfato de calcio tribásico, responde a la prueba de la flama para calcio.

**PERDIDA A LA IGNICION.-** A  $800^\circ \text{C}$  por treinta minutos, pierde no más del 8 % de su peso.

**SUBSTANCIAS SOLUBLES EN AGUA.-** Máximo 0.5 %

**SUBSTANCIAS INSOLUBLES EN ACIDO.-** Máximo 0.2 %

**CARBONATO.-** Ausente

**CLORUROS.-** Máximo 0.14 %

**SULFATOS .-** Máximo 0.8 %

**ARSENICO.-** Máximo 8 p.p.m.

**BARIO.-** Ausente.

**METALES PESADOS.-** Límite 30 p.p.m.

**ENSAYO.-** Pesar aproximadamente 200 mg. de fosfato de calcio tribásico y disolver en una mezcla de 25 ml. de agua 10 ml. de ácido nítrico diluido. Filtrar si es necesario, lavar el precipitado, adicionar suficiente S.R. de amoníaco al filtrado, para producir un ligero precipitado, entonces disolver el precipitado por la adición de 1 ml. de ácido nítrico diluido, ajustar la temperatura a cerca de  $50^{\circ}$  C, agregar 75 ml. de S.R. de molibdato de amonio y mantener la temperatura a  $+50^{\circ}$  C por 30 minutos, agitando ocasionalmente. Lavar el precipitado, una o dos veces con agua, por decantación, usando de 30 a 40 ml. cada vez. Transferir el precipitado a un filtro y lavar con solución de nitrato de potasio ( 1 en 100) hasta que los últimos lavados no sean ácidos al papel indicador. Transferir el precipitado y el filtro a un vaso de precipitado con 50 ml. de agua, agregar 40 ml. de Na OH IN, agitar hasta disolver el precipitado, adicionar tres gotas de solución reactivo de fenolftaleína y titular el exceso de alcali con  $H_2SO_4$  IN. Cada mililitro de NaOH IN. equivale a 6. 743 mg. de  $Ca_3(PO_4)_2$ .

**USOS.-** Suplemento de calcio

**DOSIS USUAL.-** De 1 a 5 g. tres veces al día.

## D).- FOSFATO DE CALCIO DIBÁSICO

CaHPO<sub>4</sub>

P.M. anhidro 136.06

El fosfato de calcio dibásico es anhidro, o contiene dos moléculas de agua de hidratación. Contiene una cantidad de pirofosfato de calcio (Ca<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) equivalente a no menos de 98.0 % y no más de 100.5 % de CaHPO<sub>4</sub> calculado sobre la base calcinada.

DESCRIPCION.- Se presenta como polvo blanco, inodoro, insaboro y estable al aire.

SOLUBILIDAD.- Es prácticamente insoluble en agua, soluble en ácidos clorhídrico y nítrico diluidos, es insoluble en alcohol.

## IDENTIFICACION.-

a).- Disolver por calentamiento 100 mg. de la sal con una mezcla de 5 ml. de ácido clorhídrico diluido y 5 ml. de agua; agregar gota a gota y con agitación 2.5 ml. de S.R. de amoníaco, agregar 5 ml. de S.R. de oxalato de amonio, se formará un precipitado blanco.

b).- A 10 ml. de una solución caliente (1 en 100) en un liquido exeso de ácido nítrico, agregar 10 ml. de S.R. de molibdato de amonio; se produce un precipitado amarillo de fosfo-molibdato de amonio.

PERDIDA DE LA IGNICION.- Calcinada en la mufla de 800 a 825°C a peso constante, la forma anhidra pierde no menos de 6.6 % y no más de 8.5 % de su peso y la hidratada pierde no menos de 24.5 % y no más de 26.5 % de su peso.

CARBONATOS.- Ausentes.

CLORUROS.- Límite de 0.25 %

SULFATOS.- Máximo 0.5 %

ARSENICO.- Límite 10 p.p.m.

BARIO.- Ausente.

**METALES PESADOS.- Límite 30 p.p.m.**

**ENSAYO.-** Disolver aproximadamente 300 mg. de muestra, previamente calcinada de 800 a 825 °C a peso constante, en 10 ml. de ácido clorhídrico diluido, agregar cerca de 120 ml. de agua y tres gotas de S.R. de naranja de metilo, hervir por 30 minutos en un recipiente tapado, manteniendo el volumen de la solución constante y ácido durante el período de ebullición, por adición de ácido clorhídrico diluido o agua si es necesario. Agregar 30 ml. de S.R. de oxalato de amonio y dos gotas de S.R. de rojo de metilo - entonces agregar gota a gota y con agitación constante una mezcla de volúmenes iguales de S.R. de amoníaco y agua, hasta que desaparezca el color rosa del indicador. Digerir en baño de vapor por treinta minutos. Enfriar a temperatura ambiente, dejar sedimentar el precipitado y filtrar el líquido sobrenadante a través de un Gooch de asbesto usando vacío. Lavar el precipitado en el vaso con aproximadamente 30 ml. de una solución lavadora fría (abajo de 20 °C) preparada por dilución de 10 ml. de S.R. de oxalato de amonio a un litro. Dejar sedimentar el precipitado y verter el líquido sobrenadante a través del filtro. Repetir los lavados por decantación tres veces más. Usando la solución lavadora, transferir el precipitado, tanto como sea posible al filtro.

Finalmente lavar el vaso y el filtro con dos porciones de 10 ml. cada una de agua fría (abajo de 20 °C). Poner el Gooch en un vaso de precipitado, agregar 100 ml. de agua y 50 ml. de ácido sulfúrico diluido (1 en 6) frío. Agregar de una bureta 35 ml. de permanganato de potasio 0.1N y agitar hasta que el color desaparezca. Calentar a cerca de 70° C y completar la titulación con permanganato de potasio 0.1 N. Cada ml. de permanganato de potasio 0.1 N equivale a 6.352 mg. de  $\text{CaHPO}_4$ .

USOS.- Fuente de calcio

DOSIS USUAL.- 1g. tres veces al día .

RANGO DE DOSIS USUAL .- De 1 a 5 g. diariamente.



## E).- CARBONATO DE CALCIO PRECIPITADO.

CaCO<sub>3</sub>

P.M. 100.09

Secado a 200° C por cuatro horas, contiene no menos de 98.0 % y no más de 100.5 % de CaCO<sub>3</sub> .

DESCRIPCION.- Polvo microcristalino, fino, blanco, inodoro, - - insaboro y es estable en el aire.

SOLUBILIDAD.- Prácticamente insoluble en agua, su solubilidad en agua se incrementa por la presencia de alguna sal de amonio o de dióxido de carbono. La presencia de algún hidróxido alcalino, - reduce su solubilidad, es insoluble en alcohol. Se disuelve con - efervescencia en acético y en ácidos clorhídrico y nítrico diluídos.

IDENTIFICACION.- La adición de ácido acético produce efervescencia y la solución resultante, después de hervir, reponde a las pruebas para calcio.

PERDIDA AL SECADO.- Secado a 200° C por cuatro horas pierde - no más de el 2% de su peso.

SUBSTANCIAS INSOLUBLES EN ACIDO.- Máximo 0.2 %

ARSENICO.- El límite es de 3 p.p.m.

PLOMO .- Límite de 10 p.p.m.

METALES PESADOS .- Límite 30 p.p.m.

ENSAYO .- Pesar aproximadamente 1 g. de carbonato de calcio precipitado previamente secado a 200° C por cuatro horas y transferir a un vaso de precipitado de 250 ml. Mezclar completamente con unos mililitros de agua y agregar gota a gota suficiente ácido - - clorhídrico diluído a completar la solución. Transferir la solución a un matraz volumétrico de 250 ml., aforar con agua y mezclar. - - Pasar con una pipeta 50 ml. de la solución, a un matr az Erlenmeyer

de 250 ml. agregar 100 ml. de agua, 15 ml. de S. R. de NaOH y -  
300 mg. de azul de hidroxinaftol y titular con EDTA disódico -  
0.05 M. hasta alcanzar una coloración azul. Cada mililitro de -  
EDTA 0.05 M. equivale a 5.004 mg. de  $\text{CaCO}_3$ .

USOS.- Antiácido.

DOSIS USUAL.- 1 g. de cuatro a seis veces al día.

RANGO DE DOSIS USUAL.- De 1 a 10 g. diariamente.

#### IV .- EQUIPO USADO .

- 1.- Partes de que consta un Espectrofotómetro de Absorción Atómica.
- 2.- Funcionamiento de cada una de ellas.

PARTES DE QUE CONSTA UN ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA.

- 1.- UNA FUENTE DE ENERGIA DE RESONANCIA QUE PUEDE SER UNA LAMPARA DE CATODO HUECO O UNA LAMPARA DE DESCARGA SIN ELECTRODO.
- 2.- MEDIDOR DE FLUJO PARA LOS GASES DE LA FLAMA
- 3.- QUEMADOR
- 4.- MONOCROMADOR
- 5.- DETECTOR Y
- 6.- REGISTRADOR.

1.- FUENTE DE ENERGIA DE RESONANCIA .

A).- Lámparas de Cátodo hueco.

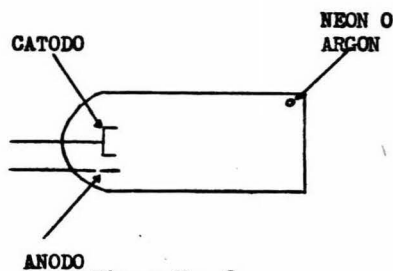


Figura No. 2

Están hechas de un tubo de vidrio de unos cinco centímetros - de diámetro, cerrado por un extremo por una tapa de vidrio o cuarzo, y el otro extremo contiene el cátodo generalmente en forma de copa, hecho de el elemento por analizar, y el ánodo que es una simple varilla metálica. Dicho tubo se llena al vacío con neón, argón, o Xenón a baja temperatura. El gas dentro de la lámpara impide que los gases metálicos se depositen en las paredes de ésta.

El gas usado dentro de cada lámpara varía de acuerdo al elemento del cátodo, escogiéndose aquél cuyas líneas de resonancia estén muy alejadas de las de el elemento.

**FUNCIÓNAMIENTO.**- Cuando se aplica un potencial de 600 a 1000 - volts. a los electrodos, se crea una descarga que llena el cráter del cátodo. Los iones del gas inerte formados por ésta descarga - son acelerados hacia el cátodo y como resultado de la colisión - con el elemento en la cavidad del cátodo, lo chisporrotean dentro de la zona de descarga. Los iones del gas transportador altamente energéticos, excitan entonces a los átomos chisporroteados a la - emisión a través de colisiones.

B).- Lámparas de Descarga sin Electrodo.- Constan de una bobina, el elemento está en un tubo y es excitado por radio fresuen cia. Estas lámparas se controlan desde el exterior con una fuente de poder.

2.- **MEDIDORES DE FLUJO.**- Son unas bolas de plástico, las uni dades son arbitrarias, para ajustar las presiones del oxidante y del combustible, seguir las instrucciones del manual.

3.- **QUEMADOR.**- El quemador es una de las partes más importan tes en un aparato de Absorción Atómica. Tiene dos funciones principales que llevar a cabo: (1) debe introducir la muestra dentro de la flama, (2) debe reducir el metal al estado atómico, para - cumplir con ellas cuenta con un atomizador y un mechero.

**ATOMIZADOR.**- El atomizador debe introducir la muestra en la flama, a una velocidad estable y reproducible. No debe ser ataca\_ do por las soluciones corrosivas y debe limpiarse fácilmente. En forma experimental, se buscará el grado de atomización que forme pequeñas partículas y no gotas grandes.

**MECHEROS.**- Hay dos tipos de mecheros:

A).- De consumo total.

B).- Laminares o de Pre-mesclado.- Figura No. 3

En el primero, el combustible, el oxidante y la muestra, llegan por canales separados al orificio por el cual emerge la flama. Ésta es turbulenta y se concentra en un lugar muy reducido, de tal manera que la porción más caliente, es una sección de no más de un centímetro cuadrado. Produce un atomizado bastante irregular - y debido al tránsito rápido de las gotas a través de la región caliente, solo las gotas más pequeñas alcanzan a secarse y a quemarse.

Por todo lo anterior, se ha considerado ventajoso en Emisión de Flama, pero no para Absorción Atómica.

El segundo (Mechero Laminar o de Pre - mezclado), es el más comúnmente usado en Absorción Atómica, produce un atomizado bastante homogéneo, ya que debido a las aspás que tiene elimina las gotas grandes, además de ofrecer un paso de luz muchísimo mayor - que el de consumo total. La abertura de los mecheros laminares, es una ranura de unos diez centímetros de largo por uno o dos mm. de ancho aproximadamente y produce una flama bastante estable y - poco ruidosa.

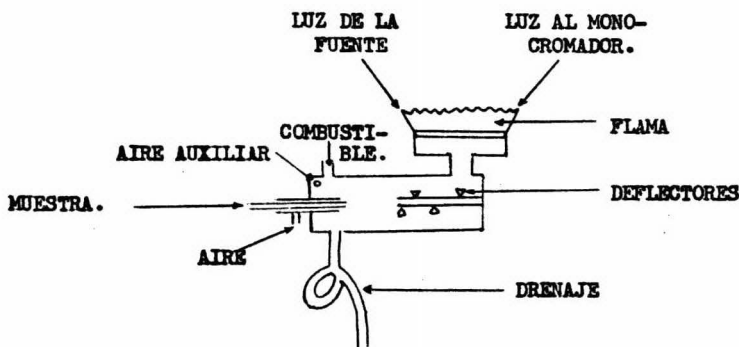


Figura No. 3

MECHERO LAMINAR O DE PRE MEZCLADO.

Respecto a la flama, se emplea para la transformación de la muestra de un estado sólido ó líquido a un estado gaseoso y para la descomposición del compuesto molecular del elemento investigado hacia moléculas más simples ó átomos.

Los dos requisitos principales de una flama satisfactoria son :  
Que tengan la temperatura adecuada y que su espectro no interfiera con el espectro del elemento por analizar.

La flama debe tener un largo trayecto de longitud, pero una anchura angosta, de tal manera que la energía de radiación de la fuente, atraviese una gran cantidad de átomos capaces de contribuir a la señal de absorción.

En la flama se notan tres zonas que son :

- a).- Corno interno
- b).- Zona de reacción
- c).- Zona exterior.

Siempre se debe buscar, que la radiación de la lámpara pase por la zona media, para lo cual se ajusta la altura del mechero.

4.- Monocromador.- El monocromador tiene por objeto dejar pasar únicamente la energía de resonancia que es aquella a la que absorbe el elemento que se está analizando. Los instrumentos tienen una abertura "SLIT" que se puede abrir y cerrar para aumentar ó disminuir el paso de luz. En general se dice que la resolución es la habilidad del monocromador para distinguir entre dos líneas de longitud de onda cercanas.

El siguiente esquema nos muestra una resolución inadecuada -  
Figura No. 4

En A el monocromador no resuelve 2 líneas cercanas a la línea de resonancia.

En B la muestra concentrada, absorbe la línea de resonancia.

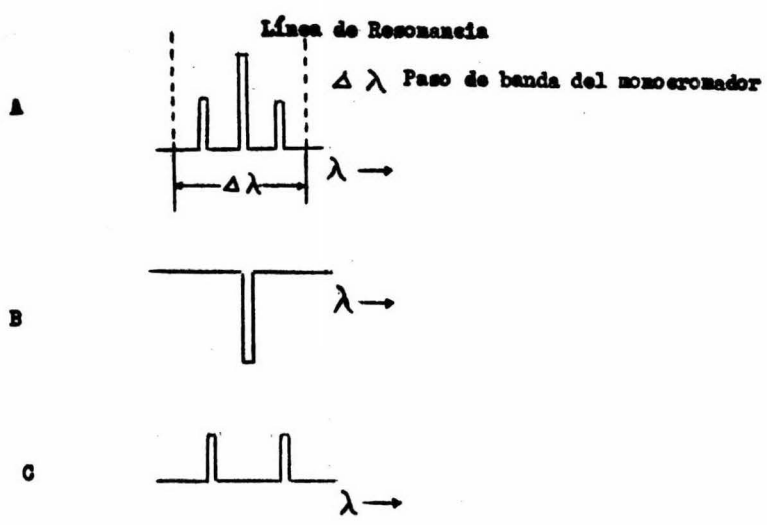


Figura No. 4.

completa.

En C el detector continúa viendo la radiación sin absorber.

Del ejemplo mencionado, vemos que entre más angosta sea la -  
abertura, mayor será la exactitud de las mediciones y mayor seguri-  
dad habrá de haber eliminado líneas de absorción que están muy - -  
cerca de la línea de interés.

5.- DETECTOR.- El detector es un fotomultiplicador que reci-  
be la energía y la pasa a través de amplificadores hasta el ánodo-  
positivo y este a su vez a un medidor, a un totalizador electróni-  
co con calculador de lecturas promedio o un integrador electrónico.

El medidor puede tener dos escalas, una de absorción en % que  
es una función lineal y otra de absorbancia que es una función lo -  
garítmica, por lo tanto la concentración es directamente proporcio-  
nal a la absorbancia.

6.- REGISTRADOR.- Nos dá la lectura observada en forma de pico  
con lo cuál se tiene mayor exactitud, ya que elimina los errores -  
de paralaje del operario.



## ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA.

Perkin Elmer.

Modelo No. 303

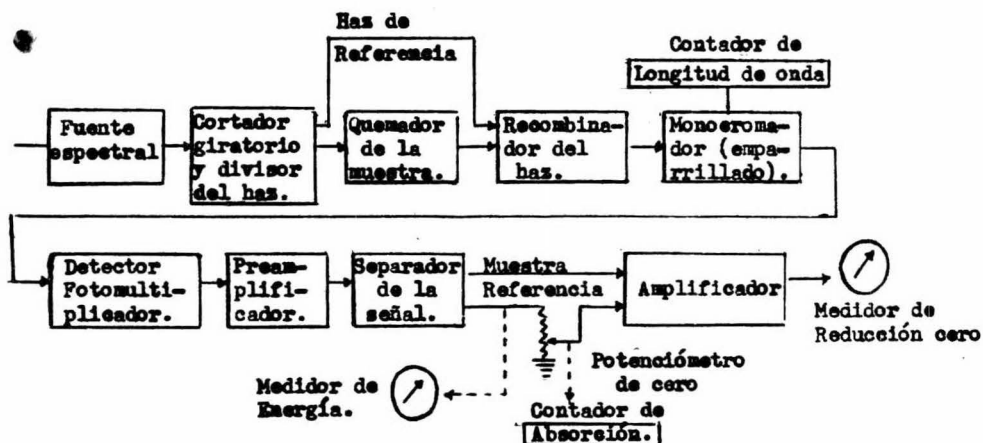


Figura No. 5

El modelo Perkin Elmer 303, es un espectrofotómetro de doble haz. La emisión de la fuente, se divide en dos haces por medio de un espejo giratorio de sector que tiene sectores reflectantes y transparentes alternados, separados por porciones opacas. El sector gira a una velocidad sincronizada de 1800 r.p.m. que es la frecuencia cortante de 60 cps. Un haz es dirigido a través de la flama en el quemador de muestreo, en tanto que el otro se desvía de él, los dos haces, después de ser recombinados por un espejo semi transparente, pasan a través de un emparrillado monocromador a un detector y pre-amplificador después de lo cual, la señal se separa hacia los canales de la muestra y de referencia, por medio de un cortador de lámina vibrante. En seguida el voltaje de referencia, es atenuado por medio de una resistencia del cursor, o sea el potenciómetro de reducción cero y recombinado con el voltaje de la muestra de tal manera que solo permanece la diferencia entre ellos. Esta diferencia de voltaje es amplificada, rectificada y ali

mentada a un micro-amperímetro. El operador gira la resistencia del cursor hasta que en el medidor se lea cero.

La cantidad de atenuación requerida es equivalente al porcentaje de absorción en el haz de la muestra. La conversión manual a la absorbancia por medio de tablas logarítmicas, es decir ( $\log. 100 - \%$  de absorción) completa las operaciones que se necesitan para preparar las curvas de calibración de la absorbancia contra concentración

#### V.- METODO EXPERIMENTAL.

METODO EXPERIMENTAL.

APARATO: Espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer, - -  
Modelo 303.

CONDICIONES DE OPERACION: Se fijaron las condiciones estándar para  
calcio.

REACTIVOS : HCL concentrado.

Solución de lantato al 5% en 25% de HCL.- En un matríz volumé-  
trico de 1000 ml. poner 58.65 g. de trióxido de lantano, adi-  
cionar 250 ml. de agua destilada y 250 ml. de ácido clorhídri-  
co concentrado muy lentamente hasta que el material esté di-  
suelto; aforar al volúmen con agua destilada. Tomar una alí-  
cuota de 20 ml. y llevar a 1000 ml. con agua destilada. Esta-  
solución contiene 1000 mcg. de lantano por ml.

PREPARACION DEL ESTANDAR: Solución Patrón.- Espectrográficamente -  
se debe usar una sal pura. Pesar exactamente 1.2486 g. de - -  
 $\text{CaCO}_3$  (previamente secado a  $200^\circ \text{C}$  por 5 horas ) agregar 50ml.  
de agua destilada, adicionar gota a gota un volúmen mínimo de  
HCL (aproximadamente 10 ml.) para efectuar la disolución com-  
pleta de la sal. Diluir a 1000 ml. con agua destilada. Esta -  
solución contiene 500 mcg. de calcio por ml. Tomar una alícu-  
ta de 10 ml. y llevar a 100 ml. con agua destilada, la concen-  
tración final es de 50 mcg. de calcio por ml.

ESTANDARES DE TRABAJO: Para determinar las concentraciones de - -  
calcio adecuadas para leerse en el espectrofotómetro, se - -  
hizo una curva estándar de calcio, graficando absorbancia - -  
contra concentración, con estándares de calcio de 1 a 14 mcg.  
por ml. y se encontró que las concentraciones debieran de - -  
estar dentro de los límites de 3 a 5 mcg. por ml.

La curva antes mencionada, se incluye en la sección de resultados.

**PREPARACION DE LOS ESTANDARES;** En matraces volumétricos de 50 ml. - pipetear 3.0, 3.5, 4.0, 4.5 y 5.0 ml. de la solución de calcio (50 mcg.por ml.) a cada uno agregar 10 ml. de la solución de - lantano (1000 mcg.por ml.) diluir al volúmen con agua. Estas so - luciones contienen respectivamente 3.0,3.5,4.0,4.5 y 5.0 mcg.- por ml. de calcio.

**PREPARACION DE LAS SALES:** Este procedimiento es general para todas - las sales. Pesar de la sal una cantidad equivalente a 100mg. de calcio, poner en un matraz volumétrico de 100 ml., adicionar - 30 ml. de agua destilada, agregar gota a gota HCL concentrado - hasta disolución de la muestra, aforar con agua destilada. Lle - var una alícuota de 5 ml. a 100 ml. con agua destilada. En un - matrás volumétrico de 50 ml. pipetear 4 ml. de la última dilu - sión, adicionar 10 ml. de la solución de lantano y aforar con - agua destilada. Esta última dilución se repitió 10 veces para - cada sal.

Dilución: 25,000

Los cálculos efectuados para conocer la cantidad a pesar y el - factor de conversión de calcio a la sal correspondiente, se es - criben a continuación:

**PESOS MOLECULARES:**

P.M. de Sulfato de Calcio-	136.14
P.M. de Lactato de Calcio-	218.22
P.M. de Fosfato de Calcio Tribásico-	310.18
P.M. de Fosfato de Calcio Dibásico Anhidro	136.06
P.M. de Carbonato de Calcio-	100.09
P.M. de Calcio	40.08

**CANTIDAD A PESAR:**

P.M. de Sal : P.M. de Calcio presente en la molécula.

X : 100 mg.

**FACTOR DE CONVERSION :**

P.M. Sal : P.M. de Calcio :: X : 1

Aplicando las fórmulas anteriores se obtuvieron los siguientes resultados.

S A L .	CANTIDAD A PESAR (mg.)		FACTOR DE CONVERSION
	TEORICA	REAL.	
Sulfato de Calcio	339.67	350.00	3.3967
Lactato de Calcio	544.45	545.00	5.4446
Fosfato de Calcio Tribásico	257.96	255.00	2.5796
Fosfato de Calcio Dibásico Anhidro	339.47	340.00	3.3947
Carbonato de Calcio	249.72	250.00	2.4972

**PROCEDIMIENTO:**

Una vez preparadas las soluciones, se fijaron las condiciones para calcio. En el espectrofotómetro se encendió la flama y se optimizaron todos los parámetros, enseguida se aspiraron una por una, las soluciones estándar y las muestras y se registró la absorción por 100 correspondiente.

Todas las lecturas (absorción %) se convirtieron a absorbancia por medio de la tabla No. 1 En aquellas lecturas de absorción % con dos cifras decimales, se procedió a interpolar para encontrar el valor exacto de absorbancia.

## CONDICIONES ESTANDAR PARA CALCIO.

Rango Optimo de Trabajo : de 1 a 10 mcg/ml. (en solución acuosa)

## CONDICIONES DE OPERACION:

	Espectrofotómetro Mod. 303
Longitud de Onda 44227 A	Rango - - - - - Visible
	Longitud de Onda - - - - - 211
Abertura	4 ( 1 mm. 13 A)
Fuente ( Lámpara de Cátodo Hueco )	Usar la corriente indicada en la fuente.
Combustible - - Acetileno	Flujo - - - - - 9.0
Oxidante - - - Aire	Flujo - - - - - 7.5

TABLA No. 1

## VALORES DE ABSORBANCIA PARA ABSORCION %

% A	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
0.0	.0000	.0004	.0009	.0013	.0017	.0022	.0026	.0031	.0035	.0039
1.0	.0044	.0048	.0052	.0057	.0061	.0066	.0070	.0074	.0079	.0083
2.0	.0088	.0092	.0097	.0101	.0106	.0110	.0114	.0119	.0123	.0128
3.0	.0132	.0137	.0141	.0146	.0150	.0155	.0159	.0164	.0168	.0173
4.0	.0177	.0182	.0186	.0191	.0195	.0200	.0205	.0209	.0214	.0218
5.0	.0223	.0227	.0232	.0236	.0241	.0246	.0250	.0255	.0259	.0264
6.0	.0269	.0273	.0278	.0283	.0287	.0292	.0297	.0301	.0306	.0311
7.0	.0315	.0320	.0325	.0329	.0334	.0339	.0343	.0348	.0353	.0357
8.0	.0362	.0367	.0372	.0376	.0381	.0386	.0391	.0395	.0400	.0405
9.0	.0410	.0414	.0419	.0424	.0429	.0434	.0438	.0443	.0448	.0453
10.0	.0458	.0462	.0467	.0472	.0477	.0482	.0487	.0491	.0496	.0501
11.0	.0506	.0511	.0516	.0521	.0526	.0531	.0535	.0540	.0545	.0550
12.0	.0555	.0560	.0565	.0570	.0575	.0580	.0585	.0590	.0595	.0600
13.0	.0605	.0610	.0615	.0620	.0625	.0630	.0635	.0640	.0645	.0650
14.0	.0655	.0660	.0665	.0670	.0675	.0680	.0685	.0691	.0696	.0701
15.0	.0706	.0711	.0716	.0721	.0726	.0731	.0737	.0742	.0747	.0752
16.0	.0757	.0762	.0768	.0773	.0778	.0783	.0788	.0794	.0799	.0804
17.0	.0809	.0814	.0820	.0825	.0830	.0835	.0841	.0846	.0851	.0857
18.0	.0862	.0867	.0872	.0878	.0883	.0888	.0894	.0899	.0904	.0910
19.0	.0915	.0921	.0926	.0931	.0937	.0942	.0947	.0953	.0958	.0964
20.0	.0969	.0975	.0980	.0985	.0991	.0996	.1002	.1007	.1013	.1018
21.0	.1024	.1029	.1035	.1040	.1046	.1051	.1057	.1062	.1068	.1073
22.0	.1079	.1085	.1090	.1096	.1101	.1107	.1113	.1118	.1121	.1129
23.0	.1135	.1141	.1146	.1152	.1158	.1163	.1169	.1175	.1180	.1186
24.0	.1192	.1198	.1203	.1209	.1215	.1221	.1226	.1232	.1238	.1244
25.0	.1249	.1255	.1261	.1267	.1273	.1278	.1284	.1290	.1296	.1302
26.0	.1308	.1314	.1319	.1325	.1331	.1337	.1343	.1349	.1355	.1361
27.0	.1367	.1373	.1379	.1385	.1391	.1397	.1403	.1409	.1415	.1421
28.0	.1427	.1433	.1439	.1445	.1451	.1457	.1463	.1469	.1475	.1481
29.0	.1487	.1494	.1500	.1506	.1512	.1518	.1524	.1530	.1537	.1543
30.0	.1549	.1555	.1561	.1568	.1574	.1580	.1586	.1593	.1599	.1605
31.0	.1612	.1618	.1624	.1630	.1637	.1643	.1649	.1656	.1662	.1669
32.0	.1675	.1681	.1688	.1694	.1701	.1707	.1713	.1720	.1726	.1733
33.0	.1739	.1746	.1752	.1759	.1765	.1772	.1778	.1785	.1791	.1798
34.0	.1805	.1811	.1818	.1824	.1831	.1838	.1844	.1851	.1858	.1864
35.0	.1871	.1878	.1884	.1891	.1898	.1904	.1911	.1918	.1925	.1931
36.0	.1938	.1945	.1952	.1959	.1965	.1972	.1979	.1986	.1993	.2000
37.0	.2007	.2013	.2020	.2027	.2034	.2041	.2048	.2055	.2062	.2069
38.0	.2076	.2083	.2090	.2097	.2104	.2111	.2118	.2125	.2132	.2140
39.0	.2147	.2154	.2161	.2168	.2175	.2182	.2190	.2197	.2204	.2211
40.0	.2218	.2226	.2233	.2240	.2248	.2255	.2262	.2269	.2277	.2284
41.0	.2291	.2299	.2306	.2314	.2321	.2328	.2336	.2343	.2351	.2358
42.0	.2366	.2373	.2381	.2388	.2396	.2408	.2411	.2418	.2426	.2434
43.0	.2441	.2449	.2457	.2464	.2472	.2480	.2487	.2495	.2503	.2510
44.0	.2518	.2526	.2534	.2541	.2549	.2557	.2565	.2573	.2581	.2588
45.0	.2596	.2604	.2612	.2620	.2628	.2636	.2644	.2652	.2660	.2668
46.0	.2676	.2684	.2692	.2700	.2708	.2716	.2725	.2733	.2741	.2749
47.0	.2757	.2765	.2774	.2782	.2790	.2798	.2807	.2815	.2823	.2832



TABLA No. 1 . Continuación.

48.0	.2840	.2848	.2857	.2865	.2874	.2882	.2890	.2899	.2907	.2916
49.0	.2924	.2933	.2941	.2950	.2958	.2967	.2976	.2984	.2993	.3002
50.0	.3010	.3019	.3028	.3036	.3045	.3054	.3063	.3072	.3080	.3089
51.0	.3098	.3107	.3116	.3125	.3134	.3143	.3152	.3161	.3170	.3179
52.0	.3188	.3197	.3206	.3215	.3224	.3233	.3242	.3251	.3261	.3270
53.0	.3279	.3288	.3298	.3307	.3316	.3325	.3335	.3344	.3354	.3363
54.0	.3372	.3382	.3391	.3401	.3410	.3420	.3429	.3439	.3449	.3458
55.0	.3468	.3478	.3487	.3497	.3507	.3516	.3526	.3536	.3546	.3556
56.0	.3565	.3575	.3585	.3595	.3605	.3615	.3625	.3635	.3645	.3655
57.0	.3665	.3675	.3686	.3696	.3706	.3716	.3726	.3737	.3747	.3757
58.0	.3768	.3778	.3788	.3799	.3809	.3820	.3830	.3840	.3851	.3862
59.0	.3872	.3883	.3893	.3904	.3915	.3925	.3936	.3947	.3958	.3969
60.0	.3979	.3990	.4001	.4013	.4023	.4034	.4045	.4056	.4067	.4078
61.0	.4089	.4101	.4112	.4123	.4134	.4145	.4157	.4168	.4179	.4191
62.0	.4202	.4214	.4225	.4237	.4248	.4260	.4271	.4283	.4295	.4306
63.0	.4318	.4330	.4342	.4353	.4365	.4377	.4389	.4401	.4413	.4425
64.0	.4437	.4449	.4461	.4473	.4485	.4498	.4510	.4522	.4535	.4547
65.0	.4559	.4572	.4584	.4597	.4609	.4622	.4634	.4647	.4660	.4672
66.0	.4685	.4698	.4711	.4724	.4737	.4750	.4763	.4776	.4789	.4802
67.0	.4815	.4828	.4841	.4855	.4868	.4881	.4895	.4908	.4921	.4935
68.0	.4948	.4962	.4976	.4989	.5003	.5017	.5031	.5045	.5058	.5072
69.0	.5086	.5100	.5114	.5129	.5143	.5157	.5171	.5186	.5200	.5214
70.0	.5229	.5243	.5258	.5272	.5287	.5302	.5317	.5331	.5346	.5361
71.0	.5376	.5391	.5406	.5421	.5436	.5452	.5467	.5482	.5498	.5513
72.0	.5523	.5544	.5560	.5575	.5591	.5607	.5622	.5638	.5654	.5670
73.0	.5686	.5702	.5719	.5735	.5751	.5768	.5784	.5800	.5817	.5834
74.0	.5850	.5867	.5884	.5901	.5918	.5935	.5952	.5969	.5986	.6003
75.0	.6021	.6038	.6055	.6073	.6091	.6108	.6126	.6144	.6162	.6180
76.0	.6198	.6216	.6234	.6253	.6271	.6289	.6308	.6326	.6345	.6364
77.0	.6383	.6402	.6421	.6440	.6459	.6478	.6498	.6517	.6536	.6556
78.0	.6576	.6596	.6615	.6635	.6655	.6676	.6696	.6716	.6737	.6757
79.0	.6778	.6799	.6819	.6840	.6861	.6882	.6904	.6925	.6949	.6968
80.0	.6990	.7011	.7033	.7055	.7077	.7100	.7122	.7144	.7167	.7190
81.0	.7212	.7235	.7258	.7282	.7305	.7328	.7352	.7375	.7399	.7423
82.0	.7447	.7471	.7496	.7520	.7545	.7570	.7595	.7620	.7645	.7670
83.0	.7696	.7721	.7747	.7773	.7799	.7825	.7852	.7878	.7905	.7932
84.0	.7959	.7986	.8013	.8041	.8069	.8097	.8125	.8153	.8182	.8210
85.0	.8239	.8263	.8297	.8327	.8356	.8386	.8416	.8447	.8477	.8508
86.0	.8539	.8570	.8601	.8633	.8665	.8697	.8729	.8761	.8794	.8827
87.0	.8861	.8894	.8928	.8962	.8996	.9031	.9066	.9101	.9136	.9172
88.0	.9208	.9245	.9281	.9318	.9355	.9393	.9431	.9469	.9508	.9547
89.0	.9586	.9626	.9666	.9706	.9747	.9786	.9830	.9872	.9914	.9957

VI.- RESULTADOS OBTENIDOS Y CALCULOS.

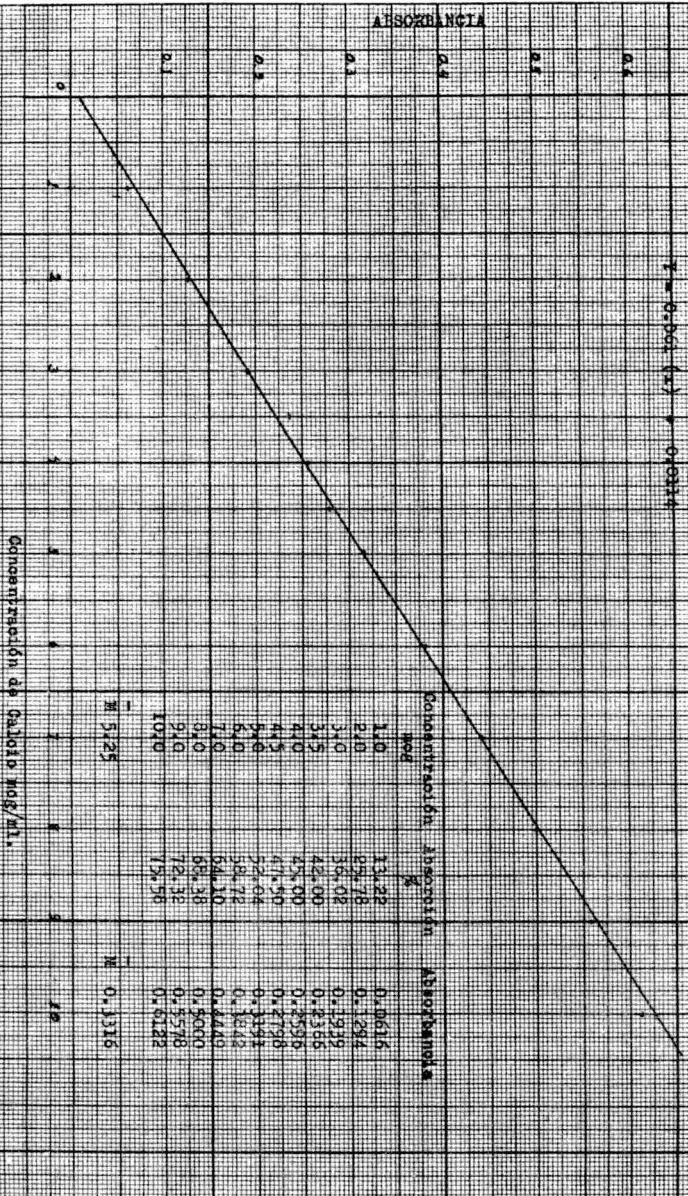
CURVA ESTADÍSTICA DE CALIDAD

ECUACION DE LA RECTA:

$$Y = m \cdot x + b$$

$$Y = 0,001 (x) + 0,0014$$

ABSORBIANCIA



Concentración Absorción  
% %

Mod	Concentración Absorción %	Absorbiencia %
1,0	13,22	0,0016
2,0	29,78	0,1284
3,0	35,02	0,1919
3,5	42,00	0,2305
4,0	45,00	0,2595
4,5	47,50	0,2750
5,0	52,04	0,3284
5,0	59,72	0,3812
6,0	64,10	0,4440
6,0	65,38	0,5000
7,0	72,32	0,5578
10,0	75,58	0,6222

$\bar{x}$  5,225

$\bar{y}$  0,1316

Concentración de Calcio Hidr./ml.

Los resultados obtenidos se presentan en tablas, una para cada sal.

Cada tabla consta de 6 columnas en el siguiente orden:

- 1o. Número de muestra
- 2a. Absorbancia por 100
- 3a. Absorbancia
- 4a. Calcio mcg.
- 5a. Calcio por 100
- 6a. Sal correspondiente por 100

La 2a. columna la forman las lecturas directas obtenidas del aparato para cada muestra.

La 3a. columna es de absorbancia y ya se explicó como obtenerla.

La 4a. y la 5a. columna, son las de calcio mcg. y calcio por 100 para cada muestra. Para obtener estos valores hay dos formas de hacerlo:

- 1.- Haciendo una gráfica estándar de absorbancia contra concentración de esta gráfica determinar la concentración (mcg.) de calcio en la muestra.

Para calcio por 100 se aplica la siguiente fórmula

$$\text{Calcio por 100} = \frac{\text{Lectura de la gráfica} \times \text{Dil.} \times 100.}{\text{peso de la muestra (g)} \times 1,000,000}$$

- 2.- Se toman los valores de absorbancia y concentración correspondientes a los dos estándares de absorbancia mayor y menor al problema y se calculan los resultados deseados aplicando las siguientes fórmulas:

$$\text{a).- } C_M = \text{mcg. Ca} = \frac{(A_M - A_I) (C_S - C_I)}{(A_S - A_I)} + C_I$$

Donde:

$C_M$ ,  $C_S$ ,  $C_I$  y  $A_M$ ,  $A_S$ ,  $A_I$  son las concentraciones y absorbancias para la solución de la muestra, del estándar superior y del - -

estándar inferior respectivamente.

$$b).- \text{ Calcio } \% = \frac{\text{mcg. de Calcio } \times \text{ Dil. } \times 100}{\text{peso de la muestra (g) } \times 1,000,000}$$

con el objeto de obtener una mayor exactitud se trabajó por ésta— última forma.

La 6a. columna es la proporción por 100 de la sal correspondien- te es igual a calcio por 100 multiplicado por el factor de conver- sión.

#### S U L F A T O D E C A L C I O .

	ABSORBANCIA %	ABSORBANCIA	CALCIO mcg.	CALCIO %	SULFATO DE CALCIO %
1	45.70	0.2652	4.162	29.728	100.977
2	45.32	0.26216	4.091	29.226	99.273
3	45.64	0.26472	4.150	29.646	100.699
4	45.58	0.2642	4.138	29.563	100.418
5	45.84	0.26632	4.187	29.910	101.597
6	45.82	0.26616	4.182	29.877	101.485
7	45.56	0.26408	4.134	29.530	100.306
8	45.95	0.2672	4.208	30.059	102.102
9	45.78	0.26584	4.175	29.827	101.316
10	45.40	0.2628	4.106	29.332	99.632

TABLA No. 2

#### SOLUCIONES ESTANDAR

CONCENTRACION mcg.	ABSORCION %	ABSORBANCIA
3.0	36.02	0.1939
3.5	42.00	0.2366
4.0	45.00	0.2596
4.5	47.50	0.2793

## LACTATO DE CALCIO

	ABSORBANCIA %	ABSORBANCIA	CALCIO mcg.	CALCIO %	LACTATO DE CALCIO %
1	22.34	0.1098	3.9419	18.089	98.449
2	22.24	0.10924	3.9183	17.974	97.861
3	22.38	0.1100	3.9503	18.120	98.659
4	22.26	0.10936	3.9234	17.997	97.986
5	22.26	0.10936	3.9234	17.997	97.986
6	22.30	0.1096	3.9335	18.043	98.236
7	22.32	0.1097	3.9377	18.062	98.340
8	22.28	0.10948	3.9284	18.020	98.112
9	22.28	0.10948	3.9284	18.020	98.112
10	22.38	0.1100	3.9503	18.120	98.659

Tabla No. 3

## SOLUCIONES ESTANDAR.

CONCENTRACION mcg.	ABSORCION %	ABSORBANCIA
2.0	12.52	0.0581
3.0	18.28	0.08768
3.5	20.44	0.0993
4.0	22.58	0.11118
4.5	26.00	0.1308

## FOSFATO DE CALCIO TRIBASICO.

	ABSORBANCIA %	ABSORBANCIA	CALCIO mcg.	CALCIO %	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ %
1	26.10	0.1314	3.7542	36.805	94.942
2	26.20	0.1319	3.7710	36.970	95.367
3	26.12	0.1315	3.7575	36.838	95.027
4	26.14	0.1316	3.7609	36.871	95.112
5	26.10	0.1314	3.7542	36.805	94.942
6	25.88	0.13008	3.7097	36.369	93.817
7	25.92	0.13032	3.7178	36.449	94.024
8	26.14	0.1316	3.7609	36.871	95.112
9	26.10	0.1314	3.7542	36.805	94.942
10	26.00	0.1308	3.734	36.607	94.431

Tabla No. 4

## SOLUCIONES ESTANDAR.

CONCENTRACION mcg.	ABSORCION %	ABSORBANCIA
3.0	22.20	0.1090
4.0	27.34	0.1387
5.0	33.40	0.1765

POSFATO DE CALCIO DIBASICO ANHIDRO.

	ABSORBANCIA %	ABSORBANCIA	CALCIO mcg.	CALCIO %	CaHPO <sub>4</sub> %
1	22.70	0.1118	4.0081	29.4705	100.043
2	22.56	0.11106	3.9830	29.286	99.418
3	22.64	0.1115	3.9979	29.396	99.791
4	22.52	0.11082	3.9747	29.226	99.213
5	22.40	0.1101	3.9502	29.045	98.599
6	22.60	0.1113	3.9911	29.346	99.621
7	22.52	0.11082	3.9747	29.226	99.213
8	22.58	0.11118	3.987	29.316	99.519
9	22.56	0.11106	3.9830	29.286	99.413
10	22.60	0.1113	3.9911	29.346	99.621

Tabla No. 5

SOLUCIONES ESTANDAR.

CONCENTRACION mcg.	ABSORCION %	ABSORBANCIA
2.0	12.52	0.0581
3.0	18.28	0.08768
3.5	20.00	0.0969
4.0	22.58	0.11118
4.5	25.22	0.12622



## CARBONATO DE CALCIO.

	ABSORBANCIA %	ABSORBANCIA	CALCIO mcg.	CALCIO %	CARBONATO DE CALCIO %
1	44.55	0.2561	3.9513	39.513	98.671
2	44.53	0.25594	3.9476	39.476	98.579
3	44.56	0.25618	3.9964	39.964	99.798
4	44.60	0.2565	4.0038	40.038	99.982
5	44.58	0.25634	3.9569	39.569	98.811
6	44.54	0.25602	3.9495	39.495	98.626
7	44.53	0.25594	3.9476	39.476	98.579
8	44.54	0.25602	3.9495	39.495	98.626
9	44.56	0.25618	3.9964	39.964	99.798
10	44.56	0.25618	3.9964	39.964	99.798

Tabla No. 6

## SOLUCIONES ESTANDAR.

CONCENTRACION mcg.	ABSORCION %	ABSORBANCIA.
3.0	36.02	0.1939
3.5	42.00	0.2366
4.0	45.00	0.2596
4.5	47.50	0.2798

CALCULOS DE PRECISION.

Estos se hicieron con los resultados de Calcio %.

FORMULAS USADAS :

$$\text{Desviación Estándar} = \sigma = \sqrt{\frac{\sum di^2}{(n-1)}}$$

Donde :

$$\sum di^2 = \sum (M - X_1)^2$$

M = Valor medio.

X<sub>1</sub> = Valor individual.

n = Número de determinaciones.

$$\text{Coeficiente de Variación} = C_v = \frac{\sigma \times 100}{M}$$

$$\text{Error Estándar} = E = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum di^2}{n(n-1)}}$$

$$\text{Valor Real} = V_R = M \pm Et$$

Valor de t para 9 grados de libertad y un 5 %  
de probabilidad de influencia del azar = 2.262

$$\text{Límites Fiduciales} = M \pm E ( 2.262 )$$

## R E S U L T A D O S .

	SULFATO DE CALCIO	LACTATO DE CALCIO	POSFATO DE CALCIO TRIBASICO	POSFATO DE CALCIO DI- BASICO AN- HIDRO .	CARBONATO DE CALCIO.
DESVIACION ESTANDAR	0.263	0.0512	0.197	0.1281	0.2492
COEFICIENTE DE VARIACION	0.8864 %	0.2837 %	0.5362 %	0.4372 %	0.6279 %
ERROR ESTANDAR	0.0831	0.0162	0.0622	0.0405	0.0788
VALOR REAL	29.6698 $\pm 0.0831(t)$	18.0435 $\pm 0.0162(t)$	36.739 $\pm 0.0622(t)$	29.2943 $\pm 0.0405(t)$	39.6954 $\pm 0.0788(t)$
LIMITES FI- DUCIALES a un nivel de probabilidad del 95 % .	29.4817 29.8579	18.0069 18.0801	36.5981 36.8799	29.2027 29.3859	39.5171 39.8737

Tabla No. 7

**VII.- CONCLUSIONES .**

Al graficar absorbancia contra concentración de las soluciones estándares de calcio, se obtuvo una línea recta, lo que indica que siguen la Ley de Lambert y Beer que dice que la absorbancia es directamente proporcional a la concentración.

De acuerdo a los resultados obtenidos (Tabla No.7), se concluye que la técnica propuesta es precisa, confiable y presenta un error mínimo.

Se encontraron diferencias de una a otra sal en los resultados de precisión, debido a que no se trabajó con materias 100 % puras y a que cada una de ellas tiene diferentes especificaciones.

El método es fácil, exacto y específico, ya que en las determinaciones según la Farmacopea Norteamericana (U.S.P. XVIII) y el Formulario Nacional (N.F. XIII), se encontraron algunas dificultades y debía tenerse especial cuidado en factores tales como pH adecuado, punto final de la titulación, velocidad de la misma y temperatura.

Una de las grandes ventajas de esta técnica es la rapidez con que se efectúan las determinaciones, lo cual se refleja en la proporción de análisis realizados por esta técnica y las ya establecidas, la cual aproximadamente es de 7 a 1.

Por otro lado cuando se quieren comprobar resultados, se pueden repetir las lecturas, no siendo esto posible en las otras técnicas, en las que se tendría que repetir el ensayo completo, reduciéndonos una pérdida de tiempo considerable cuando se trata de un gran número de muestras por analizar.

Por todo lo anterior, se puede afirmar que el método ensayado es aceptable por su rapidez y precisión.

**VIII.- BIBLIOGRAFIA .**

- 1.- Fisher, R. A. - Statistical Methods for Research Workers.  
Oliver and Boyd Edition. E.U.A. 1941.
- 2.- Kahn, Herbert L.- Principles and Practice of Absorption Advances  
in Chemistry. Series No. 73 Am. Chem. Soc. 1968.
- 3.- National Formulary XIII.- American Pharmaceutical Associa-  
tion. E.U.A. p.p. 123-4; 127-8; 130-1. 1970.
- 4.- Perkin Elmer Analytical Methods for Atomic Absorption Spec-  
trophotometry E.U.A. 1968.
- 5.- The Pharmacopeia of the United States of America XVIII.-  
E.U.A. p.p. 88-9;98-9. 1970.
- 6.- Willard, H.H., Merritt, L.L. y Dean A.J. .- Métodos Ins-  
trumentales de Análisis.- Cía. Editorial Continental, S.A.-  
Traducción de la cuarta Ed. en Inglés.- México. p.p. 434-9.  
1967.