

50524
79



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
ZARAGOZA

PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACION DE
Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR
ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO

P R E S E N T A :

JULIANA CAROLINA PEREZ REYES

DIRECTOR: M. EN C. A. LOURDES CASTILLO GRANADA.



MEXICO, D. F.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

ENERO 2003



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.

DEDICO EL PRESENTE TRABAJO

*A MIS PADRES
Y
HERMANAS*

A mis padres Jesús y María Soledad por apoyarme siempre, por desvelarse junto conmigo , por alentarme a seguir cuando me siento cansada, por guiarme, por comprenderme, por soportarme, por darme su amor, por ser mi ejemplo a seguir, por todo.

A Lily por ser la persona que me regresa a la realidad, por su ayuda y tolerancia.

A Naty por ser la que soporta mis malos momentos, por contagiarme de su alegría y sobre todo por estar con nosotros.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

AGRADECIMIENTOS

A mi Directora de Tesis M en C. Lourdes Castillo Granada por no solo ser una buena gufa en la realizaci3n del presente trabajo sino porque es un excelente ser humano que en todo monto esta dispuesta a apoyar a sus alumnos.

A mis sinodales por sus consejos y observaciones.

Al QFB. J. Leonel Zamudio Vald3z por su apoyo, ayuda y presi3n ejercida.

TESIS CON
FALLA DE CARGEN

C



ABREVIATURAS

Cd	Cadmio
Pb	Plomo
FEUM	Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos
FHEUM	Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos
USP	United States Pharmacopeia
OMS	Organización Mundial de la Salud
cm	Centímetros
msnm	Metros sobre el nivel del mar
PNO	Procedimiento Normalizado de Operaciones
ppm	Partes por millón
g	Gramos
mg	Miligramos
µg	Microgramos
mL	Mililitros
nm	Nanómetros
CV	Coefficiente de variación
m	Pendiente
b	Ordenada al origen
r	Coefficiente de correlación
r ²	Coefficiente de determinación
L.D.	Límite de Detección
L.C.	Límite de Cuantificación
≥	Mayor o igual a
≤	Menor o igual a

**ÍNDICE**

ÍNDICE	1
INTRODUCCIÓN	4
MARCO TEÓRICO	6
1. PLANTAS MEDICINALES	6
1.1. ANTECEDENTES HISTÓRICOS	6
1.2. DEFINICIÓN	8
1.3. PREPARADOS BOTÁNICOS	8
1.4. PLANTAS MEDICINALES EMPLEADAS EN EL ESTUDIO	11
1.4.1. ÁRNICA MEXICANA, FLOR, <i>Heterotheca inuloides Cass</i>	
1.4.2. GORDOLOBO MEXICANO, FLOR, <i>Gnaphalium semiamplexicaule D C</i>	
1.4.3. TORONJIL MORADO MEXICANO, HOJAS Y FLOR, <i>Agastache Mexican</i> (Kunth) Lint et Epling	
1.4.4. VALERIANA MEXICANA, RAÍZ, <i>Valeriana edulis ssp.</i> Procera Meyer	
2. PRESENCIA DE METALES PESADOS EN PLANTAS	20
2.1. DEPÓSITOS ATMOSFÉRICOS	21
2.2. CONTAMINACIÓN DEL SUELO	21
2.3. CONTAMINACIÓN ACUÁTICA	22
2.4. METALES PESADOS EN PLANTAS	22
2.4.1. ABSORCIÓN	
2.4.2. TRANSLOCACIÓN	
2.4.3. METABOLISMO	
3. METALES PESADOS	25
3.1. CADMIO	26
3.1.1. PROPIEDADES	
3.1.2. USOS	
3.1.3. TOXICIDAD	
3.1.4. FARMACOCINÉTICA	
3.1.5. FARMACODINÁMICA	



3.2. PLOMO	28
3.2.1. PROPIEDADES	
3.2.2. USOS	
3.2.3. TOXICIDAD	
3.2.4. FARMACOCINÉTICA	
3.2.5. FARMACODINÁMICA	
4. MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA CUANTIFICACIÓN DE METALES	30
4.1. ESPECTROFOTOMETRÍA VISIBLE	31
4.2. MÉTODO NESSLER PARA METALES PESADOS	31
4.3. POLAROGRAFÍA	31
4.4. ACTIVACIÓN DE NEUTRONES	32
4.5. ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA	32
5. ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA	33
5.1. ABSORCIÓN ATÓMICA	33
5.2. LEY DE LAMBERT-BEER	34
5.3. INSTRUMENTACIÓN	35
5.3.1. FUENTE DE RADIACIÓN	
5.3.2. INTRODUCCIÓN DE LA MUESTRA	
5.3.3. MONOCROMADOR	
5.3.4. DETECTOR	
6. VALIDACIÓN Y PRUEBAS DE DESEMPEÑO	40
6.1. DEFINICIÓN	40
6.2. TIPOS DE VALIDACIÓN	41
6.2.1. VALIDACIÓN PROSPECTIVA	
6.2.2. VALIDACIÓN RETROSPECTIVA	
6.2.3. VALIDACIÓN CONCURRENTE	
6.3. VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS	42
6.3.1. VALIDACIÓN DEL SISTEMA	
6.3.2. VALIDACIÓN DEL MÉTODO	
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	45
OBJETIVOS	46



HIPÓTESIS	47
MATERIAL	48
MÉTODO	50
RESULTADOS	57
ANÁLISIS DE RESULTADOS	95
CONCLUSIONES	99
SUGERENCIAS	101
ANEXO 1	102
ANEXO 2	129
ANEXO 3	131
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	141



INTRODUCCIÓN

En nuestro país la información acerca de que algunas plantas pueden ser utilizadas para recuperar o mantener la salud ha pasado de generación en generación hasta nuestros días; e incluso en ciertas regiones es la única forma en que las personas curan sus enfermedades o padecimientos (Estrada, E. 1995).

Sin embargo, debido al acelerado progreso en la tecnología, se han desencadenado al igual que grandes beneficios para el hombre enormes desventajas para su salud. Debido a la contaminación del aire y agua, las plantas entre ellas las medicinales pueden llegar a tener contaminantes como los metales pesados. Los metales son considerados de alto riesgo para la salud debido a su tendencia a acumularse y producir intoxicaciones crónicas y agudas.

Esta tendencia puede ser muy peligrosa ya que las plantas forman el primer eslabón de las cadenas tróficas en los ecosistemas, lo cuál atentaría finalmente contra la salud humana por acumulación de metales tóxicos en los seres vivos (Barceló, J. y Poschenrieder, Ch. 1989).

Para los laboratorios farmacéuticos son de gran relevancia los datos provenientes de los Procedimientos de Aseguramiento de Calidad en donde se desarrollan Sistemas de Calidad. Dichos Sistemas dan respuesta a la gran demanda de calidad en las actividades y productos desarrollados por cada compañía e incluyen la validación de los métodos analíticos.

Existe un gran número de laboratorios (Schwabe, Promeco, Medix, Galderma, Dermaclin y Allen principalmente) que preparan productos a base de extractos

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



vegetales (*Ginkgo Biloba*, *Kava-Kava*, *Aloe Vera*, *Belladonna* *Atropa* y *Cynara scolymys* entre otros) .

Actualmente la Secretaría de Salud a través de la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (FEUM) han hecho posible la publicación de la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos 2001 (FHEUM) en donde se establecen los métodos generales de análisis y requisitos sobre la identidad, pureza y calidad que garanticen que las plantas son seguras, para lo cual, es necesario que los métodos analíticos se encuentren validados.

En el presente trabajo, de acuerdo al Método modificado del MGA - FH 0160 Arsénico y Metales pesados establecido en la FHEUM, se realizaron las Pruebas de Desempeño para la Cuantificación de Cd y Pb en plantas medicinales así como la cuantificación de dichos metales en Valeriana, Gordolobo, Toronjil y Arnica (debido a que éstas son las de alto consumo entre la población) para finalmente presentar los resultados obtenidos a la Comisión Permanente de la FEUM para su consideración en forma de Procedimiento Normalizado de Operación (PNO), es decir en un documento que contiene las instrucciones necesarias para llevar acabo de manera reproducible una operación (NOM-059-SSA1-1993).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



MARCO TEÓRICO

1. PLANTAS MEDICINALES

1.1. ANTECEDENTES HISTÓRICOS

El hombre ha hecho uso de los productos de la naturaleza desde tiempos inmemoriales, no solo para satisfacer su hambre, sino también con el fin de sanar sus enfermedades. En Irak se han encontrado restos arqueológicos que evidencian que el hombre de Neanderthal ya utilizaba plantas medicinales. En América, los hallazgos son más recientes pero también indican que su uso es tan antiguo como el propio ser humano. En Coahuila se han encontrado restos de plantas utilizadas con fines médicos en lugares donde el hombre vivió hace 8000 años mientras que en Perú se hallaron sacos para coca de hace 5000 años.

Los primeros documentos escritos en la historia de la humanidad que datan de hace 6000 años incluyen descripciones de plantas medicinales. A través del código de Hammurabi, valioso documento histórico de 4000 años de antigüedad, se tiene conocimiento de las plantas utilizadas por los babilónicos para sanar sus enfermedades. El interés de las viejas civilizaciones de los Valles del Tigris y Eufrates por transmitir las virtudes curativas del mundo vegetal, cristalizaron en la civilización egipcia. El papiro de Ebers, escrito 2400 años A. de C, por la cultura egipcia, describe una larga lista de remedios a base de plantas y es considerado como el primer documento sobre fitoterapia (Enciclopedia de Plantas Medicinales de México, 1995).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



En México, esta historia es milenaria y se remonta a los tiempos en que dominaban los grupos humanos, que organizados en bandas nómadas o seminómadas recorrían el territorio buscando cobijo temporal en cuevas y sustento en la práctica de la caza, la pesca y la recolección de plantas silvestres.

Estos grupos, grandes conocedores de las posibilidades alimenticias y propiedades curativas de la flora silvestre, heredaron toda su sabiduría a los pueblos agrícolas, origen de las diversas culturas del México antiguo. Las sociedades prehispánicas creadoras de grandes ciudades, centros ceremoniales, una organización social y una religión complejas desarrollaron una tecnología capaz de lograr la supervivencia y el crecimiento de la población. El aprovechamiento de los recursos naturales - vegetales, animales y minerales -, para la salud incluía, además de tratamientos curativos, prácticas de higiene, cuidados y embellecimiento del cuerpo humano.

Por otra parte, la medicina prehispánica estuvo íntimamente vinculada a la religión y a la magia, de manera que los pueblos mesoamericanos asociaron e identificaron cualidades y poderes de plantas, animales y elementos de la naturaleza a los de sus divinidades.

A mediados del siglo XVII comenzaron a escribirse, en la península de Yucatán, los manuscritos mayas que contenían gran cantidad de recetarios sobre las plantas medicinales en donde se incluía nombre, acción terapéutica, forma de preparación y dosis. La primera investigación sobre medicina indígena la hizo el también médico indígena Martín de la Cruz, en el Colegio de Santa Cruz de Tlaltelolco. Su obra fue publicada en 1552 y es conocida como el Códice de la Cruz-Badiano debido a que Juan Badiano realizó la traducción del documento al latín (De la Cruz, J. 1991).



A la Nueva España vino Francisco Hernández, médico personal de Felipe II, con el cargo real de estudiar la medicina indígena y entre 1550 y 1587 se publicó el resultado de su trabajo bajo el título Historia General de las Cosas de la Nueva España. Dicha información contiene las características de la planta desde el lugar donde nace, clima y forma de cultivo, hasta la indicación de la dosis terapéutica, forma de empleo y vías de administración.

Para satisfacer las necesidades básicas de salud, las comunidades de todo el mundo han utilizado tradicionalmente las plantas medicinales, acumulando conocimientos y prácticas ancestrales de selección, manejo y conservación que se han transmitido de una generación a otra. Esta información etnobotánica y etnomédica ha sido valiosa para el descubrimiento de algunos principios activos que han sido utilizados en la fabricación de medicamentos (Schauenberg, P. y Paris, F. 1980).

1.2. DEFINICIÓN

La Organización Mundial de la Salud (OMS) considera como planta medicinal todo vegetal que contiene, en uno o más de sus órganos, sustancias que pueden ser usadas con finalidades terapéuticas o que son precursores en la síntesis química farmacéutica.

1.3. PREPARADOS BOTÁNICOS

En el campo se recogen las plantas cuando el contenido de principio activo está en su punto óptimo. Se elige un día soleado para facilitar el secado, pues debe realizarse a una temperatura de 40-60°C.



Para no tener dificultad en la conservación de las plantas, solo se cosecha la cantidad tratada inmediatamente, y se conservan los principios activos en forma de tintura, extracto fluido o seco (Schauenberg, P. y Paris, F. 1980).

Dependiendo del tipo de planta así como de la parte que se utilizará será el momento de la recolección y el tipo de secado que sea necesario.

Las flores deben recogerse recién abiertas, antes de que los insectos las hayan invadido y secarlas rápidamente sobre un papel limpio. Las hojas se recogen antes y durante la floración; luego para secarlas, se cuelgan las mayores (tabaco y nogal) y se extienden las pequeñas sobre papel. Las plantas enteras deben limpiarse de tierra y despojarlas de hojas marchitas. Los frutos requieren de un secado con horno. La corteza y la raíz debe ser limpiada de tierra y después troceadas.

Para utilizar las plantas medicinales deben emplearse diferentes técnicas de preparación como tisanas, extracto e incluso en algunos casos se tritura en un mortero y el polvo se toma directamente (Schauenberg, P. y Paris, F. 1980).

- **TINTURAS Y EXTRACTOS.** Se obtienen por la acción de un disolvente normalmente etanol en diferentes concentraciones sobre el material vegetal seco. Dependiendo de la concentración de material activo y su contenido alcohólico, se administran generalmente diluidos en agua u otros vehículos.
Extractos fluidos. Preparaciones líquidas de drogas vegetales que contienen alcohol como disolvente o como conservador o ambos. Cada mililitro contiene las sustancias extraíbles de 1,0 g de la droga estándar utilizada.
Extractos blandos. Preparaciones de consistencia viscosa con contenido de agua que fluctúa entre 20 por ciento y 40 por ciento.



Extractos secos. Preparaciones que generalmente contienen no más de 8 por ciento de agua.

- **TISANAS.** Preparaciones acuosas de drogas vegetales, enteras o en partes, convenientemente divididas o trituradas para que el agua las penetre más fácilmente. Las tisanas se obtienen más fácilmente por maceración, decocción o infusión.

Maceración: Es una extracción acuosa realizada a temperatura ambiente.

Decocción: Consiste en hacer hervir las plantas con agua durante 20 minutos.

Infusión: Se vierte el agua hirviendo sobre las plantas y se deja en reposo de 5 a 15 minutos y luego se filtra.

- **TRITURADOS.** Se obtienen por fragmentación o troceado de plantas y se utilizan para tisanas, para encapsulación y para compresión (Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos, 2001).
- **CATAPLASMAS.** Las plantas o raíces secas son trituradas con un mortero y se mezclan con agua y una cantidad suficiente de harina para que todo el preparado pueda cubrir la superficie del cuerpo afectada. El preparado debe calentarse a fuego lento sin dejar de mover, hasta que se espese. La pasta obtenida se envuelve en un paño que se aplica sobre el paciente.
- **MACERACIÓN.** Es adecuada para las plantas cuyas esencias sean sensibles al calor o contengan gran cantidad de aceites esenciales volátiles. Consiste en sumergir un puñado de hierbas secas en agua fría durante doce horas y



finalmente se calienta ligeramente (Enciclopedia de Plantas Medicinales de México.1995).

1.4. PLANTAS MEDICINALES EMPLEADAS EN EL ESTUDIO

1.4.1. ÁRNICA MEXICANA, FLOR *Heterotheca inuloides* Cass. Familia *Asteraceae*.

Principalmente se utilizan las flores, aunque también en menor proporción las hojas y el tallo de *Heterotheca inuloides* Cass. La planta crece hasta 1 m de altura con tallos erectos, estriados; hojas ligeramente alargadas; flores amarillas sin pétalos y los frutos ataviados de pelos duros. El árnica mexicana posee olor débil y sabor amargo (Argueta, A., et al. 1994)

1.4.1.1. ETNOBOTÁNICA

Son diversos los padecimientos sobre los que se aplican, por ejemplo para reumatismo y mareos. Se prepara la planta en cocción y se bebe como agua de uso. Para eliminar granos se lava la parte afectada con esta cocción. Cuando se utiliza como analgésico se macera y se aplica localmente en el lugar del dolor.

El uso prolongado sobre piel dañada por ejemplo en caso de heridas abiertas o úlceras de piernas, produce con frecuencia dermatitis edematosa. La flor de árnica en pomadas, infusiones o fomentos es utilizada por su acción antiinflamatoria, analgésica y antiséptica (García, R. 1995; Cañigual, S., et al. 1998).



1.4.1.2. QUÍMICA

Tanto en las ramas como en la raíz se han identificado los principios activos constituidos fundamentalmente por los ésteres de la helenalina y dihidrohelenalina, de los cuales se ha demostrado acción antimicrobiana, antiinflamatoria y antirreumática (Argueta, A., et al. 1994).



FIGURA 1. *Arnica mexicana*, flor.

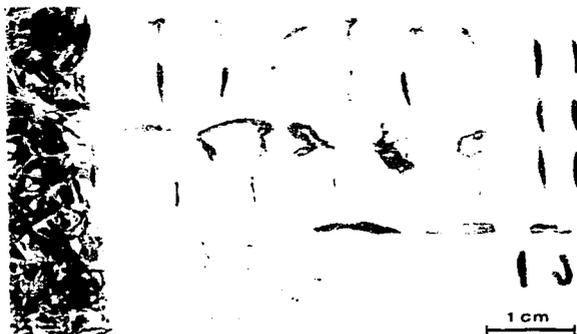


FIGURA 2 . Hojas de la flor de árnica

1.4.2. GORDOLOBO MEXICANO, FLOR
Gnaphalium semiamplexicaule DC.
Familia Asteraceae.

Consiste de las flores de varias especies del género *Gnaphalium* familia *Asteraceae*. Entre algunas de las especies están *G. semiamplexicaule* DC, *G. oxyphyllum* DC, *G. Conoideum* HBK y *G. viscosum* HBK. La planta mide de 40 cm a 1.5 m de altura con tallos aterciopelados, de color blanquecino. Las hojas son más largas que anchas pero pequeñas, un poco velludas. Las flores son amarillentas o blanquecinas y están reunidas en cabezuelas que se ven plateadas (Argueta, A., et al. 1994).

El gordolobo es originario de México, habita en clima templado entre los 2000 y 3000 msnm (metros sobre el nivel del mar). Asociada a vegetación de pastizal,



bosque de encino, de pino y mixto de pino-encino (Argueta, A., et al . 1994; García, R. 1995).

1.4.2.1. ETNOBOTÁNICA

El uso medicinal del gordolobo abarca diversas afecciones respiratorias como resfriado, tosferina, bronquitis y tuberculosis debido a su efecto expectorante que probablemente se deba a la irritación que provocan las saponinas en las terminaciones nerviosas del aparato digestivo; la estimulación de estos nervios de la pared intestinal ocasiona el reflejo de la tos.

Se ocupa como remedio el cocimiento de las hojas, administrando por vía oral o en baños para quitar la tos, o las hojas soasadas y colocadas a manera de cataplasma en caso de bronquitis. En desórdenes ginecológicos como hemorragia vaginal, se emplea la planta en cocción, administrada por vía oral y para las mujeres después del parto se aconseja la infusión de gordolobo con mirto.

Se le emplea también en trastornos del aparato digestivo como disentería, dolor de estómago, úlceras y afecciones del hígado. Externamente baja las erupciones de piel, disminuye el dolor en caso de hemorroides, úlceras y llagas.

1.4.2.2. QUÍMICA

De las hojas se han aislado los alcaloides de isoquinolina, columbamina, mucílagos, saponinas y flavonoides (Argueta, A., et al. 1994).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

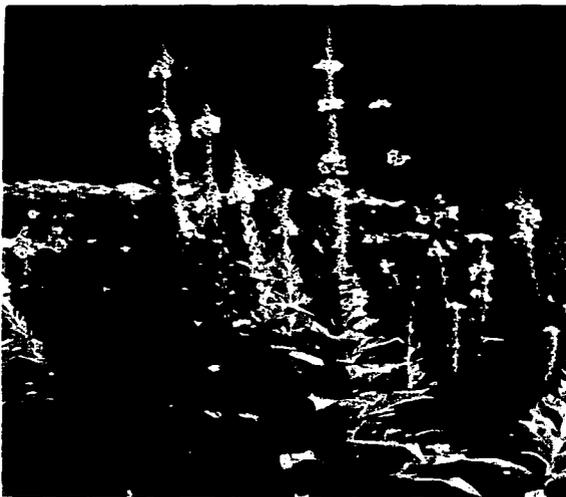


FIGURA 3. Gordolobo mexicano, flor.

1.4.3. TORONJIL MORADO MEXICANO, HOJAS Y FLOR
Agastache mexicana (Kunth) Lint et Epling.
Familia *Lamiaceae*.

Planta de 40 a 60 cm, aunque en algunos casos se describe hasta de 1,5 m de altura. Sus tallos son cuadrados, las hojas tienen forma de lanza y en su parte inferior son más anchas que en la superior, los bordes de las hojas son dentados y con pelos en el envés. Tienen flores con forma tubular, de color rojo vivo o rojo morado y sus frutos son color café. Posee un aroma débil a limón y su sabor es



agradable. El toronjil es utilizado como antiespasmódico y sedante (Argueta, A., et al. 1994; García, R. 1995).

1.4.3.1. ETNOBOTÁNICA

En la medicina tradicional, el uso más frecuente de esta planta es para el "espanto". El "espanto" se caracteriza por pérdida del apetito, sueño, cansancio y miedo. Para su tratamiento se emplea el cocimiento de esta planta junto con flores de cempasuchil maceradas en agua o alcohol. Dicha solución se utiliza para bañar al enfermo o basta con tomarla en forma de té por las mañanas.

En el tratamiento de enfermedades de los nervios y el susto que se adquiere por recibir impresiones fuertes; la planta se prepara combinada con canela (*Cinnamomum zeylanicum*) y tila (*Tila mexicana*).

El cocimiento administrado por vía oral, se recomienda en diversos padecimientos principalmente en problemas gástricos como dolor de estómago, cólico, dolor intestinal y para la digestión. También se usa en alteraciones cardiovasculares como dolor de corazón y cuando se tapan las venas (Argueta, A., et al. 1994).

1.4.3.2. QUÍMICA.

El toronjil contiene del 0,02 al 0,2 % de aceites esenciales cuyos principales componentes son aldehídos monoterpénicos entre los que se encuentran: citronelal, citrales a y b, germacreno D y β - cariofileno.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



FIGURA 4. Toronjil morado.

1.4.4. VALERIANA MEXICANA, RAIZ
Valeriana edulis ssp. *Procera* Meyer.
Familia *Valerianaceae*.

La raíz de valeriana mexicana proviene de la planta llamada *Valeriana edulis* ssp. *Procera* Meyer conocida también como Valeriana del país o hierba de gato. La planta puede medir de 40 cm a 1 m de altura; está formada de hojas sin división o divididas por una punta más alta, ramas delgadas, corola de flor en forma de trompeta y los frutos son muy pequeños (Argueta, A., et al. 1994).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



1.4.4.1. ETNOBOTÁNICA

Para utilizar la valeriana contra el dolor de pecho o espalda, las hojas, la raíz o ambas partes de la planta se curten en alcohol durante ocho días, al término de ese tiempo se frota con el alcohol la parte afectada.

Tiene efectos tranquilizantes sobre el sistema nervioso central, es antiespasmódica y a bajas dosis disminuye la presión arterial. A altas dosis la sube y es tónico en casos de cansancio extremo pudiendo anular el sueño (Pérez, A. 1990).

Generalmente es utilizada como sedante en casos de epilepsia y alteraciones nerviosas (García, R.1995; Cañigual, S., et al. 1998).

1.4.4.2. QUÍMICA.

De la raíz de *Valeriana edulis* se extrae un aceite esencial en el que se han identificado los monoterpenos butirato e isobutirato de geraniol y el compuesto fenílico ácido anísico. Otros componentes que se han identificado en la raíz incluyen los monoterpenos acetil valtrato, dihidro-valtrato, valeranona, valepotriatridinas 3,7 y 8, valtrato, isovaltrato y sus derivados clorhídricos y valerol-oxihidrínicos (Argueta, A., et al.1994).

1.4.4.3. FARMACOLOGÍA.

Se ha demostrado su actividad hipoglicémica, en ratón, con el extracto acuoso de la raíz cuando se administró por intubación gástrica, y por vía intraperitoneal, en animales a los que se les indujo hiperglicemia con aloxan (Argueta, A., et al. 1994).



FIGURA 5. *Valeriana mexicana.*

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



FIGURA 6. Raíz de valeriana.

2. PRESENCIA DE METALES PESADOS EN PLANTAS

En ciertos medios del ecosistema, la concentración de algunos metales se puede elevar tanto que llega a constituir un riesgo para la salud. El origen natural de estos metales puede ser de acuerdo a un ciclo biogeoquímico, o bien puede ser una contaminación causada por alguna actividad humana. La contaminación natural por metales se produce a partir de la actividad volcánica, procesos de erosión, escapes de depósitos profundos y superficiales.

Las plantas en general y en particular las medicinales pueden llegar a contaminarse mediante su exposición con depósitos atmosféricos, suelo y agua contaminados (Vargas, S. y Reynaga, J. 1990).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



2.1. DEPÓSITOS ATMOSFÉRICOS

Los metales se encuentran dispersos en la atmósfera en forma de partículas o disueltos en el agua. Los metales se transportan, movilizan y finalmente se depositan sobre el agua, los suelos y la biota terrestre (Vargas, S. y Reynaga, J.1990).

El 90% del plomo que se acumula en las plantas medicinales se debe a depósitos atmosféricos. Las condiciones climáticas afectan la cantidad de metales pesados en las plantas ya que en invierno se incrementa la presencia de ellos debido a que se eleva su estabilidad (Hoffman, D., et al. 1995).

2.2. CONTAMINACIÓN DE SUELOS

En el suelo la concentración de metales varía con la región de tal forma que al acidificarse el suelo aumenta la movilización de algunos metales y consecuentemente aumenta su absorción por las plantas.

Los metales que tienen gran movilidad en suelo son: aluminio, cadmio, magnesio y fierro, cobre y níquel tienen una movilidad media, en tanto que cobalto y plomo tienen una movilidad baja.

La toxicidad vegetal de los metales dependerá de su solubilidad y de su facilidad para ser absorbidos; estas características están favorecidas por la acidez del agua de interfase de las raíces y del suelo (Vargas, S. y Reynaga, J. 1990).



2.3. CONTAMINACIÓN ACUÁTICA

Los cultivos necesitan agua en cantidades adecuadas para poder sobrevivir y producir. El agua disponible por la planta puede aumentar o disminuir por factores tales como; infiltración de agua de lluvia, escurrimiento, infiltración hacia el subsuelo, evaporación del agua presente en el suelo y transpiración de la planta. Por lo anterior es indispensable contar con sistemas de riego y de drenaje.

Sin embargo la expansión extremadamente rápida de las áreas urbanas, así como la multiplicación y crecimiento desmedido de los establecimientos industriales a lo largo de las riberas de los ríos y de las costas, que vierten sus aguas de desechos a las redes fluviales ha contribuido en gran medida a la presencia de metales pesados en las plantas (Gaucher, G. 1971).

2.4. METALES PESADOS EN PLANTAS

En el suelo los factores que favorecen la disponibilidad de los metales para las plantas son el descenso de pH, actividad de los microorganismos, condiciones de oxido-reducción, presencia de sustancias orgánicas con capacidad complejante y condiciones climáticas (Barceló, J. y Poschenrieder, Ch. 1989).

Una vez que los metales pesados entran en contacto con las plantas mediante depósitos atmosféricos, suelo y agua contaminados, se presenta absorción, translocación y metabolismo de estas sustancias tóxicas:



2.4.1. ABSORCIÓN

Los dos centros más probables de absorción son las raíces y las hojas. Las raíces absorben principalmente soluciones contenidas en el suelo, dicha absorción implica iones y compuestos solubles en agua. Las sustancias tóxicas absorbidas por las raíces tienden a persistir allí mucho más tiempo que en los tallos y las hojas.

La absorción realizada por las hojas puede ser de sustancias procedentes de la atmósfera disueltas en la lluvia o plaguicidas rociados directamente sobre las plantas.

2.4.2. TRANSLOCACIÓN

Una vez que han sido absorbidos, los metales, pueden pasar de una célula a otra por medio de plasmodesmos o pueden llegar a la solución acuosa existente junto a las paredes celulares y difundirse a toda la planta a través de ella.

2.4.3. METABOLISMO

El metabolismo de las sustancias tóxicas parece ser semejante al que se produce en las células animales, mediante transformaciones que implican hidrólisis y conjugación. El principal medio de excreción de las sustancias tóxicas es mediante el desprendimiento de tejidos muertos (Duffus, J. 1983).

La cantidad de elementos contaminantes presentes en las plantas medicinales es directamente proporcional a la posibilidad de causar toxicidad en el ser humano,



por lo que es de gran importancia contar con métodos analíticos que determinen la concentración de los metales antes de ser utilizadas en la preparación de medicamentos herbolarios.

En la tabla 1 se muestra una lista de concentraciones consideradas como aceptables descritas en la literatura para plantas mientras que en la tabla 2 se encuentran los niveles máximos permisibles para plomo y metales pesados en algunas plantas medicinales que establece la Farmacopea de los Estados Unidos (USP). La tabla 3 muestra límites de aceptación para Pb y Cd en plantas medicinales establecidos en la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos.

ELEMENTO	CONCENTRACIÓN	REFERENCIA
Calcio	0,1 – 2,5 %	Wild, 1992
Cadmio	0,5 – 5,0 ppm	Geiger, 1993
Cobre	2 – 20 ppm	Loué, 1988
Cromo	10 – 190 ppm	Alloway, 1990
Hierro	25 – 1200 ppm	Pravél, et al. , 1987
Magnesio	0,05 – 2,0 %	Mondragón, 1989
Niquel	0,1 – 100 ppm	Kabata Pendias, 1992
Plomo	0,02 – 20 ppm	Adriano, 1992
Potasio	0,2 – 10 %	Mondragón, 1989
Sodio	0,05 – 5,0 %	Mondragón, 1989
Zinc	20 – 400 ppm	Geiger, 1993

Tabla 1. Concentración de elementos metálicos en plantas



<i>PLANTA MEDICINAL</i>	<i>PARÁMETRO</i>	<i>LÍMITES DE ACEPTACIÓN</i>	<i>REFERENCIA</i>
Acacia senegal	Plomo	10 ppm	USP, 2002
Astragalus gummifer	Metales pesados	40 ppm	USP, 2002
	Plomo	10 ppm	USP, 2002
Cyamopsis tetragonolobus	Metales pesados	20 ppm	USP, 2002
	Plomo	10 ppm	USP, 2002
Tanacetum parthenium	Metales pesados	20 ppm	USP, 2002
	Plomo	10 ppm	USP, 2002

Tabla 2. Límites de aceptación para Pb y metales pesados en plantas medicinales.

<i>PLANTA MEDICINAL</i>	<i>PARÁMETRO</i>	<i>LÍMITES DE ACEPTACIÓN</i>	<i>REFERENCIA</i>
Hippocratea excelsa HBK	Plomo	10 ppm	FHEUM, 2001
Smilax spp.	Cadmio	10 ppm	FHEUM, 2001
	Plomo	0,3 ppm	FHEUM, 2001
Echinacea purpurea (L)	Cadmio	10 ppm	FHEUM, 2001
	Plomo	0,3 ppm	FHEUM, 2001
Tanacetum parthenium L.	Cadmio	0,3 ppm	FHEUM, 2001
	Plomo	10 ppm	FHEUM, 2001

Tabla 3. Límites de aceptación para Pb y Cd en plantas medicinales.

2. METALES PESADOS

Un centenar de elementos químicos, aproximadamente, son los componentes naturales de la tierra. De ellos, sólo la cuarta parte interviene en la constitución



normal de los seres vivos. En razón de sus propiedades químicas y físicas, los elementos ocupan lugares diferentes en la tabla periódica. Los metales, un conjunto muy destacado entre los elementos son la base de muchos materiales y procesos industriales. Metales pesados son aquellos cuyo peso específico supera los cinco gramos por centímetro cúbico (Barceló, J. y Poschenrieder, Ch. 1989).

Desde el punto de vista biológico, los metales pesados están recibiendo gran atención debido a su potencial toxicidad y al incremento de su uso en forma alarmante, lo cual está asociado con el crecimiento explosivo de la población y el desarrollo tecnológico (Albert, L. 1995).

Ante esta situación, las plantas constituyen un material idóneo para el estudio de las acciones de los metales pesados sobre los seres vivos debido a que son ellas las que forman el primer eslabón de las cadenas tróficas en los ecosistemas (Barceló, J. y Poschenrieder, Ch. 1989).

3.1. CADMIO

3.1.1. PROPIEDADES

El cadmio (Cd) es un elemento químico de peso atómico 112,41 g/mol que forma parte de los metales de transición, se funde a 321°C. Es un metal de color blanco plateado cuyo número de oxidación es de +2, número atómico 48 y densidad de 8,6 g/cm³ (Willard, H., et al. 1991; Friberg, L., et al. 1990).

3.1.2. USOS

El elemento fue descubierto en 1817 y rara vez se utilizó, hasta hace unos 50 años se le encontraron aplicaciones metalúrgicas en galvanoplastia y en galvanización,



así como su empleo en plásticos, pigmentos para pinturas y baterías de níquel y cadmio, fundadas en su gran resistencia a la corrosión.

También es utilizado en fungicidas, como el cloruro de cadmio, sulfato de cadmio y succinato de cadmio, para el tratamiento de enfermedades que afectan el pasto y la corteza de los árboles (Emsley, J. 1991).

3.1.3. TOXICIDAD

Los alimentos no contaminados contienen menos de 0,05 μ g de cadmio por gramo de peso húmedo. El humo de cigarro influye de manera directa en la ingesta, el cigarrillo contiene de 1 a 2 μ g. Los mariscos, hígado y riñones de animales, son alimentos que contienen concentraciones mayores de 0,05 μ g/g (Friberg, L., et al. 1990).

3.1.4. FARMACOCINÉTICA

El cadmio casi no se absorbe por el sistema gastrointestinal pero si por vía respiratoria. Una vez absorbido, se transporta por la sangre, ligado principalmente, a células hemáticas y albúmina. Llega primero al hígado, para ser redistribuido lentamente a los riñones, en forma de complejo de cadmio y metalotioneína. La metalotioneína es una proteína de bajo peso molecular con gran afinidad por metales como cadmio y zinc.

La vida media de este mineral en el cuerpo es de 10 a 30 años y en forma general, la eliminación por heces es más importante que la excreción del metal por orina (Hardman, J., et al. 1999).

3.1.5. FARMACODINÁMICA

Los efectos tóxicos de la exposición prolongada al cadmio difiere según la vía por la que ésta se produzca.



En los riñones se lesionan las células renales produciendo daño glomerular, disminución en la filtración, aminoaciduria y proteinuria.

La inhalación excesiva de vapores y polvos de cadmio disminuyen la capacidad ventilatoria produciendo disnea.

El cadmio puede aumentar el efecto cancerígeno del tabaco y la exposición a este metal es uno de los factores de riesgo para adquirir cáncer pulmonar y en la próstata.

Uno de los signos más característicos de intoxicación por cadmio es la pérdida de la fuerza en los huesos debido a que el metal reemplaza el calcio de los huesos y los vuelve quebradizos (Hardman, J., et al. 1999).

3.2. PLOMO

3.2.1. PROPIEDADES

El plomo (Pb) no abunda en la naturaleza por lo que generalmente se encuentra en el mineral llamado galena o sulfuro de plomo. El tratamiento preliminar del mineral implica su concentración por el método llamado flotación el cual consiste en pulverizar el mineral y mezclarlo con ciertos aceites y agua, las impurezas son más hidrofílicas que la galena, así que ésta flota en el aceite, de donde se recupera.

Este metal se encuentra en el grupo IV de los elementos de transición con peso atómico de 207,19 g/mol; número atómico 82; densidad 11,34 g/cm³; punto de fusión 327,5°C y punto de ebullición de 1749°C. Sus estados de oxidación son 0, +2, +4. Su número de valencia es +2, pero también reacciona con valencia de +4 (Friberg, L., et al. 1990).



3.2.2. USOS

Las aplicaciones más importantes se observan en: baterías, tuberías, soldaduras, cerámica, en la fabricación de tetraetil de plomo para la gasolina, recubrimiento de recipientes, pinturas e incluso forma parte del plaguicida arseniato de plomo. (Friberg, L., et al. 1990).

3.2.3. TOXICIDAD

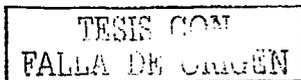
El plomo se distribuye ampliamente en el aire, alimentos y agua, de modo que es difícil lograr un ambiente libre de él. La ingestión es nociva cuando supera 0,5 mg/día (Clark, W., et al. 1993).

3.2.4. FARMACOCINÉTICA.

Se absorbe por inhalación y absorción gastrointestinal. La absorción por vía respiratoria es la causa más común de intoxicación. Una vez absorbido, el 99% del plomo que fluye en la corriente sanguínea se fija a los eritrocitos. Sólo del 1% al 3% del que circula en el suero es activo o queda disponible para ligarse a los tejidos. Inicialmente se distribuye en medula ósea, cerebro y testículos; su vida media en estos tejidos es de aproximadamente 30 días. La mayor parte del metal que entra en el organismo finalmente se fija a los huesos en donde la vida media de eliminación es mayor de 20 años. El plomo ingerido se excreta por heces, orina, sudor (Pravel, M., et al. 1987) e incluso puede detectarse en pelo pero también representa un riesgo potencial para el feto debido a que cruza la barrera placentaria (Bruhn, C., et al. 1999).

3.2.5. FARMACODINÁMICA

Este metal afecta de forma más directa al sistema hematopoyético siendo una consecuencia común la anemia microcítica hipocrómica pero también se ven





afectados el sistema nervioso central y periférico, los riñones, órganos reproductores y el aparato digestivo.

Algunos individuos no tienen manifestaciones neurológicas sin embargo el síntoma más común de neuropatía periférica es la debilidad indolora de músculos extensores de la mano. La encefalopatía por plomo se manifiesta como convulsiones, hipertensión intracraneal y edema cerebral.

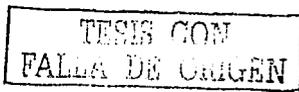
El plomo puede causar lesión renal afectando el metabolismo del ácido úrico y nefropatía gotosa pero también afecta la función reproductora. En las mujeres se disminuye la fertilidad y aumenta la probabilidad de tener partos con producto muerto. En el caso de los hombres se ha observado esterilidad y atrofia testicular.

La intoxicación por plomo provoca pérdida del apetito, dolores abdominales y estreñimiento (Katzung, B. 1993).

4. MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA CUANTIFICACIÓN DE METALES

Para que las plantas medicinales o los principios activos puedan ser utilizados en cualquier producto farmacéutico es necesario realizar análisis previos a su uso.

Hace treinta años, las técnicas analíticas colorimétricas, espectroscópicas de emisión y polarográficas fueron las más utilizadas. A mediados de 1960 se comenzó a emplear la absorción atómica como técnica alternativa que poco a poco fue introducida en la mayoría de los laboratorios como técnica rutinaria para la cuantificación de metales pesados. A continuación se mencionan algunas de las técnicas analíticas para la cuantificación de metales en plantas medicinales (Friberg, L., et al. 1990).





4.1. ESPECTROFOTOMETRÍA VISIBLE

Fue el primer método moderno para cuantificar metales. La técnica se basa en la formación de compuestos coloridos formados por los metales y moléculas orgánicas que darán una lectura en el espectro visible.

La prueba límite de plomo se basa en la determinación espectrofotométrica del complejo colorido obtenido al hacer reaccionar con ditizona el plomo presente en la muestra (Friberg, L., et al. 1990).

Sin embargo los métodos colorimétricos no pueden ser utilizados para todos los metales, el procedimiento es largo debido a la separación del metal y formación del compuesto colorido (Wild, A. 1992).

4.2. MÉTODO NESSLER PARA METALES PESADOS

Esta prueba se utiliza para determinar que el contenido de impurezas metálicas que son coloreadas por el ion sulfuro no excede el límite de metales pesados, determinado mediante comparación visual con un control preparado a partir de una solución estándar de plomo. Las sustancias que generalmente responden a esta prueba son plomo, mercurio, bismuto, arsénico, antimonio, estaño, cadmio, plata, cobre y molibdeno. Sin embargo este método presenta menor sensibilidad que la absorción atómica (FEUM.,2000).

4.3. POLAROGRAFÍA

Es una forma de electrólisis en la que el electrodo de trabajo es un microelectrodo de gota de mercurio (EGM) y en la cual se registra una curva de corriente-energía. Los metales se cuantifican mediante su reducción debido a que existe un cambio de voltaje. Una de las desventajas es que si se oxida el mercurio resulta la



aparición de una enorme corriente y ya no se puede observar la oxidación de otra especie. Otra gran desventaja es que detecta concentraciones de 10^{-2} a 10^{-5} molar.

4.4. ACTIVACIÓN DE NEUTRONES

El análisis de activación de neutrones (NAA) se basa en la formación de isótopos radioactivos cuando la muestra es irradiada con neutrones. El metal de interés es identificado por el tipo y energía de radiación emitida. Entre las desventajas que presenta este método analítico es que con el plomo no se produce la activación de productos radioactivos y se trata de un método sumamente caro debido a que es necesario un reactor nuclear (Friberg, L., et al.1990).

4.5. ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

Tiene amplias aplicaciones en análisis cuantitativo. Esta técnica se basa en que el metal en estado basal puede absorber energía a determinada longitud de onda.

A pesar de que actualmente se han desarrollado nuevas técnicas para la cuantificación de metales pesados, la absorción atómica se considera la más adecuada (Wild, A. 1992). Constituye una técnica muy sensible para determinar más de sesenta elementos cuyo límite de detección puede llegar a ser de 0,002 ppm (Skoog, D. y West, D. 1996).



5. ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

5.1. ABSORCIÓN ATÓMICA

Los átomos están formados por un núcleo compuesto de neutrones sin carga y protones cargados positivamente, alrededor del núcleo se encuentran los electrones.

La energía del electrón está cuantizada, es decir, que el electrón está limitado sólo a ciertas energías permitidas. Estos niveles de energía se representan con la letra n . Los electrones se encuentran en orbitales (s, p, d, f). Un orbital es una región del espacio alrededor del núcleo donde la probabilidad de encontrar determinado electrón es máxima (Hein, M. y Arena, S. 1997; Whittaker, R. 1981).

Cuando los electrones de un átomo se encuentran en niveles energéticos determinados por su configuración electrónica se dice que se encuentran en estado basal y pueden absorber cantidades discretas de energía luminosa (fotones). Como consecuencia de esta absorción, los electrones se mueven a niveles energéticos superiores y se dice que el átomo está excitado, figura 7. La cuantificación de la absorción de energía radiante por los átomos es un medio analítico para el análisis cuantitativo que se utiliza en los procedimientos espectroscópicos de absorción atómica (Whittaker, R. 1981).

Una vez en el estado excitado, las especies pueden eliminar el exceso de energía mediante varios procesos: en primer lugar, la partícula energética puede chocar con moléculas de disolvente o con otras moléculas y transferir la energía a su entorno; en segundo, las especies pueden desactivarse emitiendo un fotón equivalente a la diferencia energética entre el nivel del estado energético



fundamental y el del estado energético excitado. En ambos casos, la molécula o átomo retornan a su estado electrónico fundamental (Pietrzyk, D. 1983).

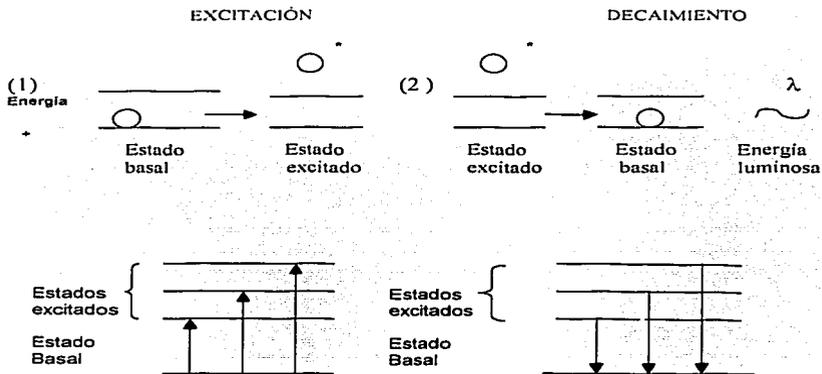


FIGURA 7. Proceso de absorción y emisión atómica.

5.2. LEY DE LAMBERT-BEER

Esta ley involucra la cantidad de energía del haz luminoso antes y después de pasar a través de la nube de átomos en estado basal conocida como absorbancia (A) la cual se expresa de la siguiente forma



$$A = -\log T$$

En el proceso de absorción atómica la intensidad inicial de luz (I_0) se alinea sobre la llama que contiene átomos en estado fundamental. La intensidad de la luz inicial es disminuida en una cantidad determinada por la concentración de los átomos en la llama. Luego la luz es dirigida al detector en donde se mide la intensidad disminuida.

La transmitancia (T) se define como la razón de la intensidad final (I) de la intensidad inicial (I_0).

$$T = I / I_0$$

$$\% T = 100 \times (I / I_0)$$

La absorbancia es proporcional a la cantidad total de material que absorbe luz incidente.

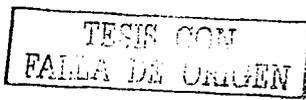
Bajo ciertas condiciones de operación la absorbancia (A) puede ser expresada por el producto de la absorptividad molar (ϵ), la longitud de la celda (b) y la concentración (C) concluyendo que:

$$A = \epsilon b C$$

La ecuación anterior corresponde a la ley de Lambert-Beer.

5.3. INSTRUMENTACIÓN

Los componentes básicos de los instrumentos para absorción atómica deben liberar el analito, inducir las transiciones espectrales de absorción que se necesitan para la determinación del analito, aislar las líneas espectrales que se necesitan para el análisis, detectar el incremento o decremento de la intensidad de la radiación en las líneas aisladas y registrar estos datos (Willard, H., et al. 1991).





5.3.1. FUENTE DE RADIACIÓN

Proporciona la energía luminosa que contiene la longitud de onda característica a la cual cada elemento puede ser analizado. Generalmente se emplean lámparas de cátodo hueco y de descarga sin electrodos (Willard, H., et al. 1991; Skoog, D. y West, D. 1996).

La lámpara de cátodo hueco está fabricada con un cátodo hueco del metal a cuantificar situado en un tubo de vidrio que también contiene un ánodo metálico.

El extremo final del tubo está cubierto por una ventana de cuarzo, habiéndose realizado el vacío en el interior del tubo. Una pequeña cantidad de neón o argón se introduce dentro del tubo el cual se cierra herméticamente.

Cuando la lámpara de cátodo hueco se conecta a una fuente de alimentación apropiada emite radiación de longitud de onda específica para el elemento del que está fabricado el cátodo.



FIGURA 8. Lámpara de cátodo hueco.



La lámpara de descarga sin electrodos es utilizada para elementos volátiles. Este tipo de lámparas están constituidas de un tubo de cuarzo sellado que contiene un gas inerte a baja presión (0,1 a 5,0 Torr) y una pequeña cantidad del elemento para el cuál está fabricada la lámpara. No contiene electrodos, pero en su lugar está energizada por un intenso campo de radiofrecuencia o radiación de microondas. El argón se ioniza en este campo y los iones son acelerados por el componente de alta frecuencia del campo hasta que ganen energía suficiente para excitar los átomos del metal.

5.3.2. INTRODUCCIÓN DE MUESTRA: SISTEMA NEBULIZADOR-QUEMADOR.

Este sistema de introducción de muestra consta de tres componentes: un nebulizador que dispersa el líquido en gotas pequeñas, un modificador de aerosol que elimina las gotas más grandes y la flama convierte el analito en átomos libres.

La muestra asciende por el capilar hasta el mechero por la disminución de presión que se produce en el flujo de gas oxidante a través del nebulizador. Debido a este hecho la corriente de la solución de la muestra llega a la región de presión reducida y se transforma rápidamente en gotas. La solución que no sea lo suficientemente fina como para ser transportada por la corriente de gas, cae a la parte inferior de la cámara de mezcla y es drenada por el desagüe (Bender, G. 1992).

La nebulización neumática es la técnica utilizada en la mayoría de las determinaciones de espectroscopía atómica. La muestra de la solución se introduce a través de un orificio en un surtidor a base de gas de alta velocidad, generalmente oxidante.



En la actualidad se cuenta con cuatro diferentes sistemas de atomización: llama, horno de grafito, generación de hidruros y vapor de mercurio (Willard, H., et al. 1991).

5.3.3. MONOCROMADOR

Tiene la función de aislar una determinada línea analítica proveniente del haz de radiación y que ha pasado a través de la muestra. Este se compone principalmente de una ranura de entrada, una rejilla de dispersión o grating y una ranura de salida o slit (Lajunen, L. 1992).

La ranura de entrada permite el paso de la radiación y la de salida permite la entrada de la longitud de onda al detector (Robinson, J. 1996).

La rejilla de dispersión es una placa de vidrio que cuenta con una superficie ranurada recubierta de aluminio, su función es separar las diferentes longitudes de onda provenientes de la fuente de radiación, para seleccionar la longitud de onda deseada (Adriano, C. 1992). Para la región ultravioleta y visible la rejilla de dispersión puede llegar a tener de 300 a 2000 ranuras/mm. Dependiendo del ángulo con el que es colocada, solo una determinada longitud de onda será enviada a la ranura salida y finalmente hacia el detector (Schlemmer, G. y Radziuk, B. 1999).

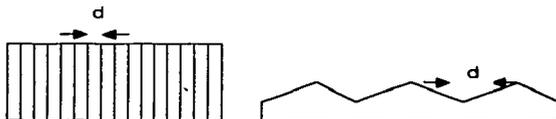


FIGURA 9. Vista superior y vista lateral de una rejilla.



5.3.4. DETECTOR

Los detectores transforman la señal luminosa en señal eléctrica y la amplifican para su interpretación por un sistema de procesamiento de datos (Hardman, J., et al. 1999).

Existen diferentes tipos de detectores entre los que se encuentran celdas fotovoltaicas, fototubos, fotomultiplicadores, detectores de fotoconductividad y fotodiodos de silicio. Sin embargo el más utilizado es el fotomultiplicador que consta de una serie de electrodos (dinodos), cuando un fotón choca con la primera superficie del detector, un electrón es liberado y atraído hacia el próximo dinodo, este proceso se repite continuamente hasta obtener una gran cantidad de electrones los cuales generan una señal eléctrica.

Los detectores para multielementos constan de un recubrimiento de silicio que contiene una región rectangular fotosensible (fotodiodo). La señal eléctrica es generada por el impacto del fotón con la interfase entre el silicio (SiO_2) y una hilera de boro (Schlemmer, G. y Radziuk, B. 1999).

Actualmente se utilizan detectores en estado sólido que contienen un chip desarrollado por Hamamatsu Photonics K.K. Este tipo de detectores amplifican la señal que llega directamente al chip de tal forma que el resultado final es la maximización de la señal provocando una disminución del ruido. La superficie foto activa de este tipo de detectores optimiza la eficiencia en la región ultra violeta (U.V).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



6. VALIDACIÓN Y PRUEBAS DE DESEMPEÑO

La calidad de un resultado analítico es un factor muy importante en el proceso de preparación de productos herbolarios. Por lo que la validación se ve directamente afectada por la calidad de los datos.

Los métodos analíticos son realizados de forma diferente por cada laboratorio e incluso existen variaciones en los resultados dependiendo del analista que los lleve a cabo. La mejor forma de minimizar problemas es mediante la validación de dichos métodos permitiendo obtener datos lineales, reproducibles, precisos y exactos (Green, M. 1996).

6.1. DEFINICIÓN

La F.D.A define a la validación como el proceso que establece evidencia documentada la cual provee un alto grado de seguridad de que un proceso específico producirá consistentemente un producto o resultado con las especificaciones y atributos de calidad predeterminados (Carleton, F. y Agalloco, J. 1999).

Los elementos susceptibles de validación son:

- Equipos
- Sistemas críticos
- Instalaciones
- Métodos analíticos
- Sistemas computarizados
- Procesos de limpieza



Las pruebas de desempeño son una serie de repeticiones de análisis de muestras control, ciegos, duplicados, blancos, o controles internos preparados por el analista para evaluar el desarrollo de la metodología durante un periodo de tiempo hasta acumular un grupo de resultados, los cuales sirven para la evaluación del trabajo realizado por el analista.

6.2. TIPOS DE VALIDACIÓN

6.2.1. Validación prospectiva.

Se realiza antes de la distribución ya sea de un nuevo producto, o de uno fabricado conforme a un proceso actualizado de manufactura.

Para llevar a cabo este tipo de validación se requiere de documentación extensa generada desde el desarrollo del producto hasta la producción industrial.

6.2.2. Validación retrospectiva.

Es la validación de un proceso para un producto que se está distribuyendo en base a la producción acumulada, las pruebas y en los datos de control obtenidos. Es decir se basa en la revisión y análisis de información histórica.

6.2.3. Validación concurrente.

Se basa en información acerca de validaciones anteriores por lo que sólo es aplicable a procesos en que puede decirse que están bajo control y son suficientes análisis de muestras representativas en diferentes etapas del proceso (Seminario de validación. 1990).



6.3. VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS.

Todo método analítico tiene como propósito el determinar al analito en una muestra involucrando un proceso de medición que da como resultado una respuesta analítica. El atributo principal que debe cumplir la respuesta es la confiabilidad y los modelos que permiten demostrar que el atributo está presente o ausente, son los modelos estadísticos. La validación de métodos analíticos tiene como propósito asegurar su calidad y validez (Lual, 1993). En una validación los criterios de confiabilidad son:

6.3.1. VALIDACIÓN DEL SISTEMA

6.3.1.1. LINEALIDAD DEL SISTEMA

Es la habilidad para asegurar que los resultados analíticos son proporcionales a la concentración de la sustancia dentro de un intervalo determinado (Lual, 1993).

6.3.1.2. PRECISIÓN DEL SISTEMA.

Se refiere al grado de concordancia entre los resultados de cada prueba obtenidos por repetición aplicando el método analítico a múltiples muestras de una muestra homogénea (Keith, L., et al .1983).

6.3.2. VALIDACIÓN DEL MÉTODO

6.3.2.1. ESPECIFICIDAD.

Establece si el método mide exacta y específicamente la respuesta del analito en presencia de impurezas, excipientes, productos de degradación que pudieran estar presentes en la muestra y dar una respuesta de detección (Lual, 1993).



6.3.2.2. LINEALIDAD DEL MÉTODO.

La linealidad de un método analítico puede ser definida como la habilidad del método para producir resultados que sean proporcionales (de forma directa o mediante una transformación matemática) a la concentración del analito presente en una muestra (Larry, P. 1991).

6.3.2.3. EXACTITUD.

Es la proximidad del resultado de una prueba individual al valor verdadero de la prueba (Keith, L., et al. 1983).

6.3.2.4. PRECISIÓN.

La precisión de un método analítico se determina mediante la repetibilidad y la reproducibilidad (Lual. 1993).

REPETIBILIDAD.

Determina la concordancia relativa entre determinaciones independientes del analito, bajo las mismas condiciones de análisis, provenientes del muestreo de un material, en el cual el analito está distribuido de manera homogénea (Lual. 1993).

REPRODUCIBILIDAD.

En este caso se determina la concordancia ente determinaciones independientes del analito, bajo diferentes condiciones (días, analista, laboratorio, etc) provenientes del muestreo de un material, en el cual el analito está distribuido de manera homogénea (Lual. 1993).



6.3.2.5. ESTABILIDAD DE LA MUESTRA.

Es la propiedad de una muestra, preparada para su cuantificación, de conservar su integridad fisicoquímica y la concentración de la sustancia de interés, después de almacenarse durante un tiempo determinado bajo condiciones específicas .

6.3.2.6. LÍMITE DE DETECCIÓN.

La habilidad para cuantificar elementos traza en muestras químicas o biológicas empleando un método analítico específico se expresa en términos de límite de detección. El límite de detección es un número en unidades de concentración que expresa la concentración más baja a la que una muestra puede ser detectada (Long, G. and Winefordner, J. 1983).

6.3.2.7. LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN.

Es la más baja concentración del analito en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud (Keith, L., et al. 1983).



PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En los últimos años el desarrollo científico y tecnológico ha producido una intensa contaminación en el medio ambiente que está incidiendo negativamente sobre la calidad de vida de los seres vivos. Entre los contaminantes tóxicos se encuentran los metales pesados como Cd y Pb que afectan de forma general la salud. Por ello durante el siglo XXI temas relacionados con la salud y la seguridad continuarán experimentando un gran auge.

La medicina tradicional como parte de la cultura de los pueblos, ha sido durante siglos el único sistema utilizado en la restauración de la salud de las personas, en donde las plantas medicinales han y siguen cumpliendo un rol fundamental como medio terapéutico. Actualmente existe la necesidad de que en las plantas medicinales no se sobrepase el nivel máximo permisible de concentración de algunos tóxicos entre los que se encuentran Cd y Pb.

Por lo anterior se hace indispensable contar con Métodos Validados para la cuantificación de Cd y Pb que garanticen que las plantas son seguras para ser utilizadas en la formulación de medicamentos y así garantizar la calidad del producto final sin afectar la salud del consumidor. Es por ello que en el presente trabajo se realizaron las Pruebas de Desempeño al Procedimiento de Prueba Límite para Cd y Pb en Plantas Medicinales y los resultados que son la evidencia documentada de que dicho procedimiento es lineal, preciso, exacto, repetible y reproducible se presentarán a la Comisión Permanente de la FEUM.



OBJETIVOS

OBJETIVOS GENERALES

Realizar las Pruebas de Desempeño a través de la Validación del Método para cuantificar Cd y Pb en plantas medicinales mexicanas.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Realizar la validación del sistema mediante la linealidad y precisión del mismo para la cuantificación de Cd y Pb en plantas medicinales mexicanas (*Valeriana Valeriana edulis ssp. Procera Meyer*, Gordolobo *Gnaphalium semiamplexiacaule* DC, Toronjil, *Agastache mexicana* (Kunth) Lint et Epling y Arnica *Heterotheca inuloides*).
- Llevar a cabo la validación del método mediante la linealidad, precisión, exactitud, estabilidad de la muestra, límite de detección y límite de cuantificación para Cd y Pb en cuatro especies de plantas mexicanas (*Valeriana*, *Valeriana edulis ssp. Procera Meyer*, Gordolobo, *Gnaphalium semiamplexiacaule* DC, Toronjil, *Agastache mexicana* (Kunth) Lint et Epling y Arnica, *Heterotheca inuloides*).
- Presentar los resultados obtenidos a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos para que sean considerados en la próxima edición de la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos.



HIPÓTESIS

Mediante la realización de las pruebas de Desempeño al Procedimiento de Prueba Límite para Cd y Pb en Plantas Medicinales se tiene la seguridad de que al aplicar el método a diversas Plantas Medicinales los resultados serán confiables cada vez que el procedimiento sea utilizado bajo las mismas condiciones.



MATERIAL

1. MATERIAL

- Material vegetal secado al aire, finamente picado, molido y homogéneamente mezclado.
- Matraces Kjeldahl de 100 mL Pyrex.
- Matraces volumétricos de 50 y 100 mL Pyrex.
- Pipetas volumétricas de 1, 2, 5, 10 mL Pyrex.
- Vaso de precipitados de 250 y 500 mL Pyrex.

2. INSTRUMENTOS

- Balanza analítica. AINSWORTH. MODEL 100 A.
- Espectrofotómetro de Absorción Atómica VARIAN AA - 1475.

3. EQUIPO

- Digestor LABCONCO.
- Lámpara de cátodo hueco Pye Unicam para Pb.
- Lámpara de cátodo hueco Pye Unicam para Cd.

4. REACTIVOS

- Agua desionizada.
 - Ácido Nítrico J.T.Baker.
 - Ácido Perclórico J.T.Baker.
 - Aire comprimido(presión de 2,8 kg/cm) AGA.
 - Acetileno(presión de 0,8 kg/cm) AGA.
- * Reactivos grado analítico.



5. SOLUCIONES

- Solución patrón de 1000 ppm para Pb Merck Titrisol.
- Solución patrón de 1000 ppm para Cd Merck Titrisol.
- Mezcla ácida; ácido nítrico: ácido perclórico (2:1).

6. POBLACIÓN DE ESTUDIO

- VALERIANA MEXICANA, RAÍZ.
Valeriana edulis ssp. Procera Meyer
- GORDOLOBO MEXICANO, FLOR.
Gnaphalium semiamplexicaule DC.
- TORONJIL MEXICANO, HOJAS Y FLOR.
Agastache mexicana (Kunth) Lint et Epling
- ÁRNICA MEXICANA, FLOR.



MÉTODO

La Comisión Permanente de la F.E.U.M proporcionó para el estudio:

1. VALERIANA MEXICANA, RAÍZ
Valeriana edulis ssp. Procera Meyer.
2. GORDOLOBO MEXICANO, FLOR
Gnaphalium semiamplexicaule DC.
3. TORONJIL MEXICANO, HOJAS Y FLOR
Agastache mexicana (Kunth) Lint et Epling.
4. ÁRNICA MEXICANA, FLOR
Heterotheca inuloides Cass.

Las plantas medicinales se hicieron llegar al laboratorio en forma individual, dentro de bolsas de polietileno, debidamente etiquetadas y previamente secas. Las plantas fueron molidas para realizar el análisis.

LAVADO DE MATERIAL

Todo el material de vidrio usado para el análisis debe remojarse en ácido nítrico al 30% durante 24 hrs y posteriormente ser enjuagado con agua desionizada.



1. DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd

1.1. LINEALIDAD DEL SISTEMA

Se determinó construyendo una curva de calibración (concentración Vs absorbancia) utilizando las siguientes concentraciones: 0,02; 0,05; 0,1; 0,2 y 0,4 $\mu\text{g/mL}$ de Cd a partir de una misma solución patrón.

1.2. PRECISIÓN DEL SISTEMA

Se preparó una solución con una concentración de 0,1 $\mu\text{g/mL}$ de Cd correspondiente al 100 % y el análisis se realizó por sextuplicado.

1.3. LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN

Se preparó una solución equivalente a 0,01 $\mu\text{g/mL}$ y otra a 0,02 $\mu\text{g/mL}$ partiendo de la solución patrón de Cd. Posteriormente de cada una de las soluciones se realizaron 20 lecturas de absorbancia.

1.4. LINEALIDAD DEL MÉTODO

Se determinó adicionando por separado cantidades conocidas de Cd (correspondientes a 0,05; 0,1 y 0,2 $\mu\text{g/mL}$) a 250 mg de cada una de las cuatro plantas. Una vez que la planta medicinal y el patrón de Cd se encontraban dentro del matraz Kjeldahl fueron agregados 5 mL de mezcla ácida y se procedió a digerir hasta que la solución se observó clara y sin presencia de material orgánico. La muestra digerida se colocó en un matraz aforado de 100 mL y se llevó al aforo.



con agua desionizada, para finalmente filtrarla y leer su absorbancia. El análisis se llevó a cabo de forma independiente y por triplicado.

NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad. (Gutiérrez, E. 1991).

1.5. EXACTITUD Y REPETIBILIDAD

Se determinó a partir de seis muestras adicionadas con 0,1 $\mu\text{g/mL}$ de Cd correspondiente al 100 %.

Cada una de las muestras están constituidas por 250 mg de planta medicinal, el estándar y la mezcla ácida que juntas fueron digeridas. La muestra digerida se colocó en un matraz aforado de 100 mL y se llevó al aforo con agua desionizada. Por último se filtró la muestra y se determinaron las absorbancias. El análisis se realizó con cada una de las cuatro especies de plantas medicinales.

NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad. (Gutiérrez, E. 1991).

1.6. PRECISIÓN (REPRODUCIBILIDAD)

Se realizó partiendo de una muestra con 250 mg de planta medicinal y 5 mL de mezcla ácida a la cual se le adicionó 0,1 $\mu\text{g/mL}$ de Cd correspondiente al 100 %. Después de la digestión, la solución, se aforó a 100 mL con agua desionizada, se filtró para ser guardada en frascos de plástico. El análisis fue realizado por dos analistas en dos días diferentes por triplicado y con las cuatro especies de plantas medicinales.



1.7. ESTABILIDAD

Se determinó mediante el análisis de las muestras almacenadas a temperatura ambiente/48 hrs, temperatura ambiente/96 hrs, refrigeración/48 hrs y refrigeración/96 hrs.

Una vez que el análisis de linealidad del método fue realizado se colocaron seis muestras a temperatura ambiente y las seis restantes en refrigeración de tal forma que se tuvieran las siguientes concentraciones a las condiciones preestablecidas.

TEMPERATURA AMBIENTE		REFRIGERACIÓN	
Cd($\mu\text{g/mL}$)	Pb($\mu\text{g/mL}$)	Cd($\mu\text{g/mL}$)	Pb($\mu\text{g/mL}$)
0,05	0,1	0,05	0,1
0,1	0,2	0,1	0,2
0,2	0,4	0,2	0,4

Los cálculos para determinar los parámetros de pruebas de desempeño para la cuantificación de Cd y Pb se realizaron de acuerdo al anexo 3.

2. DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Pb

2.1. LINEALIDAD DEL SISTEMA

Se determinó construyendo una curva de calibración (concentración vs absorbancia) utilizando las siguientes concentraciones: 0,05; 0,1; 0,2; 0,4 y 0,8 $\mu\text{g/mL}$ de Pb a partir de una misma solución patrón.



2.2. PRECISIÓN DEL SISTEMA

Se preparó una solución con una concentración de $0,2 \mu\text{g/mL}$ de Pb correspondiente al 100 % y el análisis se realizó por sextuplicado .

2.3. LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN

Se preparó una solución de concentración $0,1 \mu\text{g/mL}$ y otra de $0,2 \mu\text{g/mL}$ partiendo de la solución estándar de Pb. Posteriormente de cada una de las soluciones se realizaron 20 lecturas de absorbancia.

2.4. LINEALIDAD DEL MÉTODO

Se determinó adicionando por separado cantidades conocidas de Pb (correspondientes a 0,1; 0,2 y $0,4 \mu\text{g/mL}$) a 250 mg de cada una de las cuatro plantas. Una vez que la planta medicinal y el patrón de Pb se encontraban dentro de matraces Kjeldahl fueron agregados 5 mL de mezcla ácida y se procedió a digerir hasta que la solución se observó clara y sin presencia de material orgánico. La muestra digerida se colocó en un matraz aforado de 100 mL y se llevó al aforo con agua desionizada. Por último se filtró la muestra y se determinó su absorbancia. El análisis se llevó a cabo de forma independiente y por triplicado.

NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad. (Gutiérrez, E. 1991).

2.5. EXACTITUD Y REPETIBILIDAD

Se determinó a partir de seis muestras adicionadas con $0,2 \mu\text{g/mL}$ de Pb correspondiente al 100 %

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Cada una de las muestras correspondía a 250 mg de planta medicinal que junto con el estándar y la mezcla ácida fueron digeridas. La muestra digerida se colocó en un matraz aforado de 100 mL y se llevó al aforo con agua desionizada. Por último se filtró la muestra y se determinaron las absorbancias.

NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad. (Gutiérrez, E. 1991).

2.6. PRECISIÓN (REPRODUCIBILIDAD)

Se realizó partiendo de una muestra con 250 mg de planta medicinal y 5 mL de mezcla ácida a la cual se le adicionó 0,2 $\mu\text{g/mL}$ de Pb correspondiente al 100 %. Después de la digestión, la solución, se aforó a 100 mL con agua desionizada para finalmente filtrarla y leer su absorbancia. El análisis fue realizado por dos analistas en dos días diferentes, por triplicado y con las cuatro especies de plantas medicinales.

NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad. (Gutiérrez, E. 1991).

2.7. ESTABILIDAD

Se determinó mediante el análisis de las muestras almacenadas a temperatura ambiente/48 hrs, temperatura ambiente/96 hrs, refrigeración/48 hrs y refrigeración/96 hrs.

Una vez que el análisis de linealidad del método fue realizado se colocaron seis muestras a temperatura ambiente y las seis restantes en refrigeración de tal forma que se tuvieran las siguientes concentraciones a las condiciones preestablecidas.



TEMPERATURA AMBIENTE		REFRIGERACIÓN	
Cd (µg/mL)	Pb(µg/mL)	Cd(µg/mL)	Pb(µg/mL)
0,05	0,1	0,05	0,1
0,1	0,2	0,1	0,2
0,2	0,4	0,2	0,4

Los cálculos para determinar los parámetros de pruebas de desempeño para la cuantificación de Cd y Pb se realizaron de acuerdo al anexo 3.

3. DETERMINACIÓN DE Cd y Pb EN VALERIANA, GORDOLOBO, TORONJIL MORADO Y ÁRNICA.

MÉTODO MODIFICADO DEL MGA - FH 0160 ARSÉNICO Y METALES PESADOS ESTABLECIDO EN LA FHEUM .

- 3.1. Se pesan por triplicado 250 mg de cada una de las plantas medicinales previamente molidas. Posteriormente se colocan, de forma individual, dentro de matraces Kjeldahl junto con 5 mL de mezcla ácida.
- 3.2. Los matraces se colocan en el digestor que debe encontrarse dentro de una campana de extracción. La digestión se mantiene a temperatura constante hasta que la solución se observe clara o no se detecte la presencia de material orgánico. Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad.
- 3.3. Una vez concluida la digestión, la solución resultante se deposita en matraces aforados de 10 mL y se lleva al aforo con agua desionizada. Después se filtra la solución y se guarda en frascos de plástico.
- 3.4. De forma paralela se prepara un blanco de reactivos.
- 3.5. Se prepara una curva estándar para Cd y Pb.
- 3.6. A cada una de las muestras se determina la absorbancia contra el blanco de referencia.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

**RESULTADOS****PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE CADMIO Y PLOMO EN PLANTAS MEDICINALES**

LINEALIDAD DEL SISTEMA: Cd

Tabla 4. Linealidad del sistema para Cd

x ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	y (Absorbancia)
0,02	0,0020
0,02	0,0025
0,05	0,0050
0,05	0,0050
0,1	0,0095
0,1	0,0100
0,2	0,0200
0,2	0,0200
0,4	0,0400
0,4	0,0400

Gráfico 1. Linealidad del sistema para Cd

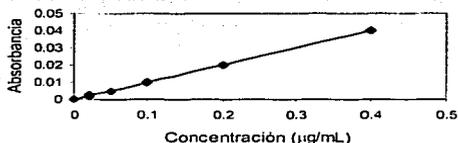


Tabla 5. Resultados de linealidad del sistema para Cd.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$\text{CV} \leq 1,5\%$	$\text{C.V} = 1,4392$	El sistema es lineal
$r \geq 0,99$	$r = 0,9998$	
$r^2 \geq 0,98$	$r^2 = 0,9997$	

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



LINEALIDAD DEL SISTEMA: Pb

Tabla 6. Linealidad del sistema para Pb

x ($\mu\text{g/mL}$)	y (Absorbancia)
0,05	0,0010
0,05	0,0010
0,1	0,0020
0,1	0,0020
0,2	0,0040
0,2	0,0040
0,4	0,0080
0,4	0,0085
0,8	0,0160
0,8	0,0160

Gráfico 2. Linealidad del sistema para Pb.

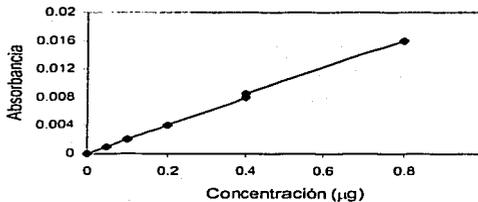


Tabla 7. Resultados de linealidad del sistema para Pb

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 1,5 \%$	$C.V = 1,9637$	El sistema es lineal
$r \geq 0,99$	$r = 0,9996$	
$r^2 \geq 0,98$	$r^2 = 0,9992$	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



PRECISIÓN DEL SISTEMA: Cd

Tabla 8. Precisión del sistema para Cd

x ($\mu\text{g} / \text{mL}$)	y (Absorbancia)
0,1	0,007
0,1	0,007
0,1	0,007
0,1	0,007
0,1	0,007
0,1	0,007

Tabla 9. Resultados de precisión del sistema para Cd

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$\text{CV} \leq 1,5 \%$	$\text{CV} \leq 0,0 \%$	El sistema es preciso



PRECISIÓN DEL SISTEMA: Pb

Tabla 10. Precisión del sistema para Pb

x ($\mu\text{g} / \text{mL}$)	y (Absorbancia)
0,2	0,004
0,2	0,004
0,2	0,004
0,2	0,004
0,2	0,004
0,2	0,004

Tabla 11. Resultados de precisión del sistema para Pb

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 1,5 \%$	$CV \leq 0,0 \%$	El sistema es preciso



ÁRNICA MEXICANA, FLOR
Heterotheca inuloides Cass.

LINEALIDAD DEL MÉTODO: Cd

Tabla 12. Linealidad del método Cd. Árnica.

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,05	0,05
0,05	0,05
0,05	0,05
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,2	0,2
0,2	0,18
0,2	0,2

Gráfico 3. Linealidad del método Cd. Árnica.

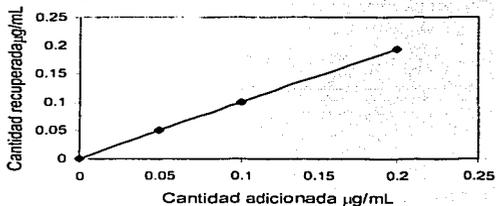


Tabla 13. Resultados de linealidad del método Cd. Árnica.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	$C.V = 2,8030$	El método es lineal
$m \neq 1,0$	$m = 0,9600$	
$b \neq 0,0$	$b = 0,0028$	
$r^2 \geq 0,98$	$r^2 = 0,9941$	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



LINEALIDAD DEL MÉTODO: Pb

Tabla 14. Linealidad del método Pb. Ámrica

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2
0,4	0,4
0,4	0,37
0,4	0,37

Gráfico 4. Linealidad del método Pb. Ámrica.

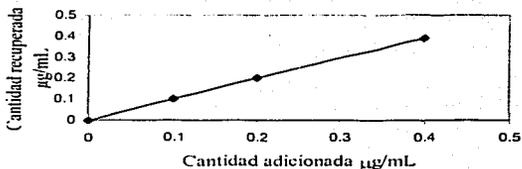


Tabla 15. Resultados de Linealidad del método Pb. Ámrica

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 2,7948	El método es lineal
m \approx 1,0	m = 0,9404	
b \approx 0,0	b = 0,0083	
r^2 \approx 0,98	r^2 = 0,9961	



EXACTITUD Y REPETIBILIDAD: Cd

Tabla 16. Exactitud y repetibilidad Cd. Árnica

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,094

Tabla 17. Resultados de exactitud y repetibilidad Cd. Árnica.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 2,578 %	Método repetible y exacto



EXACTITUD Y REPETIBILIDAD: Pb

Tabla 18. Exactitud y repetibilidad Pb. Árnica

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,194
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2

Tabla 19. Resultados de exactitud y repetibilidad Pb. Árnica

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0\%$	$C.V = 1,0541\%$	Método repetible y exacto



REPRODUCIBILIDAD: Cd

DÍA	ANALISTA			
		1	2	
		Por recuperado	ciento recuperado	Por recuperado
1		100		98
		100		103
		100		100
2		107		100
		100		104
		100		100

Cuadro 1. Por ciento recuperado de muestra por analista 1 y 2 en dos días diferentes

Tabla 20. Resultados de reproducibilidad Cd. Árnica

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	C.V = 2,5153%	Método reproducible



REPRODUCIBILIDAD: Pb

DÍA	ANALISTA	
	1	2
	Por ciento recuperado	Por ciento recuperado
1	100	100
	100	103
	100	100
2	108	100
	100	100
	100	100

Cuadro 2. Por ciento recuperado de muestra por analista 1 y 2 en dos días diferentes.

Tabla 21. Resultados de reproducibilidad Pb. Ámrica

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	$C.V = 2,425\%$	Método reproducible



ESTABILIDAD DE LA MUESTRA ANALÍTICA: Cd

Inicial	24 Hrs		48 Hrs
	% recuperado	Tem.ambiente % recuperado	Refrigeración % recuperado
100	100	100	50
100	100	100	83
100	100	105	83

Tabla 22 . Por ciento recuperado de las muestras sometidas a estabilidad 24 y 48 hrs.

Criterios de aceptación	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente	Refrigeración	Tem.ambiente % recuperado
I.C Incluye 0,0	0,0 a 0,0	-2,2252 a 5,5586	-1,8315 a -53,7280
T 97 – 103%	100%	102%	72%

Tabla 23 . Resultados de estabilidad de las muestras analíticas.



ESTABILIDAD DE LA MUESTRA ANALÍTICA: Pb

Inicial	24 Hrs		48 Hrs
	Tem. ambiente % recuperado	Refrigeración % recuperado	Tem. ambiente % recuperado
100	100	100	25
100	100	100	25
100	106	100	25

Tabla 24 . Por ciento recuperado de las muestras sometidas a estabilidad 24 y 48 hrs.

Criterios de aceptación	24 Hrs		48 Hrs
	Tem. ambiente	Refrigeración	Tem. ambiente % recuperado
I.C Incluye 0,0	-2,7816 a 6,9482	0,0 a 0,0	-75 a -75
T 97 – 103%	102%	100%	275%

Tabla 25 . Resultados de estabilidad de las muestras analíticas.



GORDOLOBO MEXICANO, FLOR
Gnaphalium semiamplexicaule DC.

LINEALIDAD DEL MÉTODO: Cd

Tabla 26. Linealidad del método Cd. Gordolobo.

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,05	0,05
0,05	0,05
0,05	0,05
0,1	0,1
0,1	0,10
0,1	0,1
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2

Gráfico 5. Linealidad del método Cd.
Gordolobo

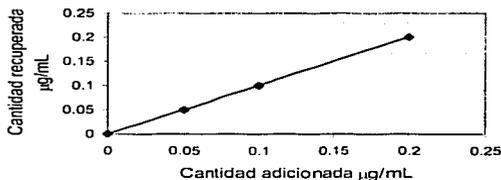


Tabla 27. Resultados de linealidad del método Cd. Gordolobo.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 2,3622	El método
m \approx 1,0	m = 0,9965	es
b \approx 0,0	b = 0,0012	lineal
r ² \geq 0,98	r ² = 0,9987	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



LINEALIDAD DEL MÉTODO Pb

Tabla 28. Linealidad del método Pb. Gordolobo.

<i>x</i> Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	<i>y</i> Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2
0,4	0,37
0,4	0,37
0,4	0,4

Gráfico 6. Linealidad del método Pb. Gordolobo

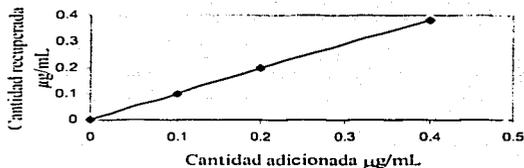


Tabla 29. Resultados de Linealidad del método. Pb. Gordolobo

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 2,7948	El método es lineal
m \approx 1,0	m = 0,9405	
b \approx 0,0	b = 0,0083	
$r^2 \approx$ 0,98	$r^2 = 0,9962$	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



EXACTITUD Y REPETIBILIDAD: Cd

Tabla 30. Exactitud y repetibilidad Cd. Gordolobo.

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,10

Tabla 31. Resultados de exactitud y repetibilidad Cd. Gordolobo.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 2,5252 %	Método repetible y exacto



EXACTITUD Y REPETIBILIDAD: Pb

Tabla 32. Exactitud y repetibilidad Pb. Gordolobo.

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,18

Tabla 33. Resultados de exactitud y repetibilidad Pb. Gordolobo.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0\%$	$C.V = 2,3552\%$	Método repetible y exacto



REPRODUCIBILIDAD: Cd

DÍA	ANALISTA	
	1	2
	Por ciento recuperado	Por ciento recuperado
1	100	100
	100	96
	100	100
2	100	100
	110	100
	106	100

Cuadro 3. Por ciento recuperado de muestra por analista 1 y 2 en dos días diferentes.

Tabla 34. Resultados de reproducibilidad. Cd. Gordolobo.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0\%$	C.V = 2.2748%	Método reproducible



REPRODUCIBILIDAD: Pb

DÍA	ANALISTA	
	1	2
	Por ciento recuperado	Por ciento recuperado
1	100	100
	100	100
	100	100
2	100	100
	100	100
	100	100

Cuadro 4. Por ciento recuperado de muestra por analista 1 y 2 en dos días diferentes.

Tabla 35. Resultados de reproducibilidad Pb. Gordolobo.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	$C.V = 2.6045\%$	Método reproducible



ESTABILIDAD DE LA MUESTRA ANALÍTICA: Cd

Inicial	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente % recuperado	Refrigeración % recuperado	Tem.ambiente % recuperado
100	100	100	150
100	100	100	150
91.6666	94	94	188

Tabla 36 . Por ciento recuperado de las muestras sometidas a estabilidad 24 y 48 hrs.

Criterios de aceptación	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente	Refrigeración	Tem.ambiente % recuperado
I.C Incluye 0,0	-7,4137 a 8,8027	-7,4137 a 8,8027	35,3761 a 95,1794
T 97 – 103%	101%	101%	168%

Tabla 37 . Resultados de estabilidad de las muestras analíticas.



ESTABILIDAD DE LA MUESTRA ANALÍTICA: Pb

Inicial % recuperado	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente % recuperado	Refrigeración % recuperado	Tem.ambiente % recuperado
100	100	100	33
100	100	100	50
92	88	88	42

Tabla 38 . Por ciento recuperado de las muestras sometidas a estabilidad 24 y 48 hrs.

Criterios de aceptación	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente	Refrigeración	Tem.ambiente % recuperado
i.C Incluye 0,0	-13,0827 a 10,3050	-13,0827 a 10,3050	-68,5287a -42,5836
T 97 – 103%	98%	98%	43%

Tabla 39 . Resultados de estabilidad de las muestras analíticas.



TORONJIL MORADO MEXICANO, HOJAS Y FLOR
Agastache mexicana (Kunth) Lint et Epling.

LINEALIDAD DEL MÉTODO: Cd

Tabla 40. Linealidad del método Cd. Toronjil.

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,05	0,05
0,05	0,05
0,05	0,05
0,1	0,10
0,1	0,10
0,1	0,10
0,2	0,20
0,2	0,18
0,2	0,18

Gráfico 7. Linealidad del método Cd.
Toronjil.

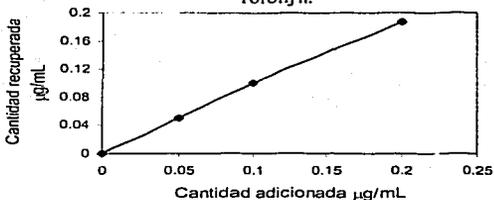


Tabla 41. Resultados de linealidad del método Cd. Tonjil.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 2,7948	El método
m = 1,0	m = 0,9404	es
b = 0,0	b = 0,0041	lineal
$r^2 = 0,98$	$r^2 = 0,9961$	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



LINEALIDAD DEL MÉTODO: Pb

Tabla 42. Linealidad del método Pb. Toronjil.

<i>x</i> Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	<i>y</i> Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,2	0,19
0,2	0,2
0,2	0,2
0,4	0,4
0,4	0,39
0,4	0,4

Gráfico 8. Linealidad del método Pb. Toronjil.

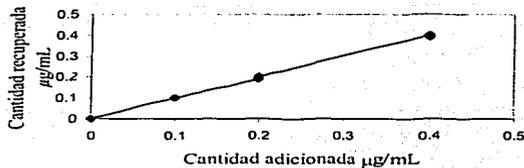


Tabla 43. Resultados de Linealidad del método Pb. Toronjil.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	$C.V = 1,3113$	El método es lineal
$m \approx 1,0$	$m = 0,9896$	
$b \approx 0,0$	$b = 0,0005$	
$r^2 \approx 0,98$	$r^2 = 0,9992$	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



EXACTITUD Y REPETIBILIDAD: Cd

Tabla 44. Exactitud y repetibilidad Cd. Toronjil.

<i>x</i> Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	<i>y</i> Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,1	0,096
0,1	0,10
0,1	0,10
0,1	0,10
0,1	0,10
0,1	0,104

Tabla 45. Resultados de exactitud y repetibilidad Cd. Toronjil.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$\text{CV} \leq 3,0 \%$	$\text{C.V} = 2,5298\%$	Método repetible y exacto



EXACTITUD Y REPETIBILIDAD: Pb

Tabla 46. Exactitud y repetibilidad Pb. Toronjil.

<i>x</i> Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	<i>y</i> Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,19

Tabla 47. Resultados de exactitud y repetibilidad Pb. Toronjil.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	C.V = 2,0583%	Método repetible y exacto



REPRODUCIBILIDAD: Cd

DÍA	ANALISTA	
	1	2
	Por ciento recuperado	Por ciento recuperado
1	100	94
	100	100
	100	100
2	104	100
	100	100
	100	100

Cuadro 5. Por ciento recuperado de muestra por analista 1 y 2 en dos días diferentes.

Tabla 48. Resultados de reproducibilidad Cd. Toronjil.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 2,1007%	Método reproducible



REPRODUCIBILIDAD: Pb

DÍA	ANALISTA	
	1	2
	Por ciento recuperado	Por ciento recuperado
1	97	100
	100	100
	100	100
2	95	100
	100	100
	100	100

Cuadro 6. Por ciento recuperado de muestra por analista 1 y 2 en dos días diferentes.

Tabla 49. Resultados de reproducibilidad Pb. Toronjil.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	$C.V = 1,6719\%$	Método reproducible



ESTABILIDAD DE LA MUESTRA ANALÍTICA: Cd

Inicial % recuperado	24 Hrs		48 Hrs
	Tem ambiente % recuperado	Refrigeración % recuperado	Tem ambiente % recuperado
100	100	100	67
100	83	100	67
88	100	92	42

Tabla 50 . Por ciento recuperado de las muestras sometidas a estabilidad 24 y 48 hrs.

Criterios de aceptación	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente	Refrigeración	Tem.ambiente % recuperado
I.C incluye 0,0	-17,6053 a 14,8275	-10,3050 a 13,0827	-15,7434 a -59,2567
T 97 – 103%	99%	102%	60%

Tabla 51 . Resultados de estabilidad de las muestras analíticas.



ESTABILIDAD DE LA MUESTRA ANALÍTICA: Pb

Inicial	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente % recuperado	Refrigeración % recuperado	Tem.ambiente % recuperado
100	100	100	167
100	100	100	75
100	100	108	75

Tabla 52 . Por ciento recuperado de las muestras sometidas a estabilidad 24 y 48 hrs.

Criterios de aceptación	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente	Refrigeración	Tem.ambiente % recuperado
I.C Incluye 0,0	0.0 a 0.0	-3,7088 a 9,2643	-65,7967 a 76,9078
T 97 - 103%	100%	103%	106%

Tabla 53 . Resultados de estabilidad de las muestras analíticas.



VALERIANA MEXICANA, RAÍZ
Valeriana edulis ssp. Procera Meyer.

LINEALIDAD DEL MÉTODO: Cd

Tabla 54. Linealidad del método Cd. Valeriana.

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,05	0,05
0,05	0,05
0,05	0,05
0,1	0,10
0,1	0,10
0,1	0,09
0,2	0,2
0,2	0,18
0,2	0,2

Gráfico 9. Linealidad del método Cd.
Valeriana.

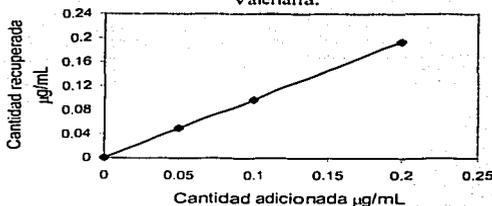


Tabla 55. Resultados de linealidad del método Cd. Valeriana.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	$C.V = 2,5316$	El método es lineal
$m \approx 1,0$	$m = 0,9726$	
$\sigma \approx 0,0$	$b = 0,0012$	
$T_{1/4} \approx 0,98$	$r^2 = 0,9963$	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



LINEalidad DEL MÉTODO: Pb

Tabla 56. Linealidad del método Pb. Valeriana.

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,2	0,18
0,2	0,2
0,2	0,2
0,4	0,38
0,4	0,38
0,4	0,4

Gráfico 10. Linealidad del método Pb. Valeriana.

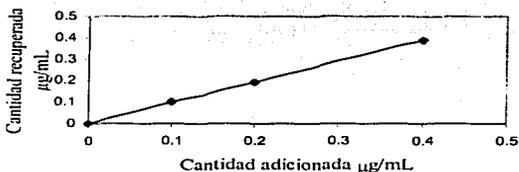


Tabla 57. Resultados de Linealidad del método Pb. Valeriana.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 2,0432	El método
m \leq 1,0	m = 0,9761	es
σ \leq 0,0	b = 0,0018	lineal
r ² \geq 0,98	r ² = 0,9987	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



EXACTITUD Y REPETIBILIDAD: Cd

Tabla 58. Exactitud y repetibilidad Cd. Valeriana.

x Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	y Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,1
0,1	0,09

Tabla 59. Resultados de exactitud y repetibilidad Cd. Valeriana.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	$C.V = 2,5784\%$	Método repetible y exacto



EXACTITUD Y REPETIBILIDAD: Pb

Tabla 60. Exactitud y repetibilidad Pb. Valeriana.

<i>x</i> Cantidad adicionada $\mu\text{g/mL}$	<i>y</i> Cantidad recuperada $\mu\text{g/mL}$
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,2
0,2	0,20
0,2	0,19
0,2	0,2

Tabla 61. Resultados de exactitud y repetibilidad Pb. Valeriana.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
$CV \leq 3,0 \%$	$C.V = 1,0944\%$	Método repetible y exacto



REPRODUCIBILIDAD: Cd

DÍA	ANALISTA	
	1 Por ciento recuperado	2 Por ciento recuperado
1	100	100
	100	100
	95	100
2	100	100
	100	100
	100	100

Cuadro 7. Por ciento recuperado de muestra por analista 1 y 2 en dos días diferentes.

Tabla 62. Resultados de reproducibilidad Cd. Valeriana.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 1,4494%	Método reproducible



REPRODUCIBILIDAD: Pb

DÍA	ANALISTA	
	1	2
	Por ciento recuperado	Por ciento recuperado
1	100	100
	94 100	100 100
2	100	100
	100	100
	101	100

Cuadro 8. Por ciento recuperado de muestra por analista 1 y 2 en dos días diferentes.

Tabla 63. Resultados de reproducibilidad Pb. Valeriana.

Criterio de aceptación	Resultados	Conclusión
CV \leq 3,0 %	C.V = 1,6700%	Método reproducible



ESTABILIDAD DE LA MUESTRA ANALÍTICA: Cd

Inicial	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente % recuperado	Refrigeración % recuperado	Tem.ambiente % recuperado
100	100	100	27
100	100	100	27
100	100	100	20

Tabla 64 . Por ciento recuperado de las muestras sometidas a estabilidad 24 y 48 hrs.

Criterios de aceptación	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente	Refrigeración	Tem.ambiente % recuperado
I.C incluye 0,0	0.0 a 0.0	0.0 a 0.0	-80.7448 a -70.3663
† 97 – 103%	100%	100%	24%

Tabla 65 . Resultados de estabilidad de las muestras analíticas.



ESTABILIDAD DE LA MUESTRA ANALÍTICA: Pb

Inicial	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente % recuperado	Refrigeración % recuperado	Tem.ambiente % recuperado
100	100	100	50
100	100	100	125
100	94	100	138

Tabla 66 . Por ciento recuperado de las muestras sometidas a estabilidad 24 y 48 hrs.

Criterios de aceptación	24 Hrs		48 Hrs
	Tem.ambiente	Refrigeración	Tem.ambiente % recuperado
I.C Incluye 0,0	-6,9482 a 2,7816	0,0 a 0,0	-59,6363 a 67,9696
T 97 – 103%	98%	100%	104%

Tabla 67 . Resultados de estabilidad de las muestras analíticas.



LÍMITE DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN PARA Cd Y Pb.

LÍMITE DE DETECCIÓN	0,0273 $\mu\text{g} / \text{mL}$
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN	0,0198 $\mu\text{g} / \text{mL}$

Tabla 68. Límites de detección y cuantificación para Cd.

LÍMITE DE DETECCIÓN	0,0193 $\mu\text{g} / \text{mL}$
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN	0,0644 $\mu\text{g} / \text{mL}$

Tabla 69. Límites de detección y cuantificación para Pb.

DETERMINACIÓN DE CADMIO Y PLOMO EN VALERIANA, GORDOLOBO, TORONJIL MORADO Y ÁRNICA.

Planta medicinal	Cadmio (Cd)	Plomo (Pb)
	mg/kg	mg/kg
Valeriana	0,9787	N.D
Gordolobo	2,6515	0,6551
Toronjil	2,2913	0,6584
Árnica	3,2760	1,9656

TABLA 70. Valores promedio de la cantidad de Cd y Pb presentes en las plantas medicinales del estudio.


RESUMEN DE RESULTADOS

LINEALIDAD DEL SISTEMA								
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN	DATOS EXPERIMENTALES							
	Cd				Pb			
$r \geq 0,99$ $r^2 \geq 0,98$ $C.V \leq 3,00\%$	0,9998 0,9997 1,4392				0,9996 0,9992 1,9637			
PRECISIÓN DEL SISTEMA								
$C.V \leq 3,00\%$	0,0				0,0			
LINEALIDAD DEL MÉTODO								
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN	DATOS EXPERIMENTALES							
	Cd				Pb			
$m \approx 1,0$ $b \approx 0,0$ $r^2 \geq 0,98$ $C.V \leq 3,00\%$	Árnica	Gordolobo	Toronjil	Valeriana	Árnica	Gordolobo	Toronjil	Valeriana
	0,9600	0,9965	0,9404	0,9726	0,9404	0,9405	0,9896	0,9761
	0,0028	0,0012	0,0041	0,0012	0,0083	0,0083	0,0005	0,0018
	0,9941	0,9987	0,9961	0,9963	0,9961	0,9962	0,9992	0,9987
	2,8030	2,3622	2,7948	2,5316	2,7948	2,7948	1,3113	2,0432
EXACTITUD Y REPETIBILIDAD								
$C.V \leq 3,00\%$	2,5780	2,5252	2,5298	2,5784	1,0541	2,3552	2,0583	1,0944
REPRODUCIBILIDAD								
$C.V \leq 3,00\%$	2,5153	2,2748	2,1007	1,4494	2,4250	2,6045	1,6719	1,6700
ESTABILIDAD								
Estabilidad de la muestra analítica	No es estable a temperatura ambiente después de 48 hrs	No es estable a temperatura ambiente después de 48 hrs	No es estable a temperatura ambiente después de 48 hrs	No es estable a temperatura ambiente después de 48 hrs	No es estable a temperatura ambiente después de 48 hrs	No es estable a temperatura ambiente después de 48 hrs	No es estable a temperatura ambiente después de 48 hrs	No es estable a temperatura ambiente después de 48 hrs

TABLA 71. Resumen de los resultados obtenidos.



ANÁLISIS DE RESULTADOS

En el presente estudio se realizaron las Pruebas de Desempeño para la Cuantificación de Cd y Pb en Plantas Medicinales por Espectrofotometría de Absorción Atómica; se analizaron Cd y Pb en cuatro especies de plantas medicinales mexicanas : Valeriana mexicana, raíz: *Valeriana edulis* ssp. Procera Meyer; Gordolobo mexicano, flor: *Gnaphalium semiamplexicaule* DC; Toronjil mexicano, hojas y flor: *Agastache mexicana* (Kunth) Lint et Epling y Árnica mexicana, flor: *Heterotheca inuloides*. y finalmente se creó el Procedimiento Normalizado de Operación en las Pruebas de Desempeño para la Cuantificación de Cd y Pb en Plantas Medicinales por Absorción Atómica.

Para este estudio se seleccionó el análisis de Cd y Pb en plantas medicinales debido a que éstas son ampliamente utilizadas en la población y la presencia de cualquier elemento contaminante afecta la salud de personas que las consumen.

Por lo anterior es importante que el Procedimiento de Prueba Límite para Cd y Pb en Plantas Medicinales de la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos cuente con evidencia documentada asegurando que el método es lineal, preciso, exacto, repetible y reproducible de tal forma que la Industria Farmacéutica dedicada a la producción medicamentos herbolarios puedan garantizar la calidad del producto final sin afectar la salud del consumidor.

Para la determinación de Cd y Pb en Árnica mexicana, Gordolobo mexicano, Toronjil morado y Valeriana mexicana se realizaron tres determinaciones para cada planta y con cada metal, de los resultados obtenidos se reportaron los



valores promedio. La determinación de los elementos contaminantes en cuatro especies de plantas medicinales demostró que los niveles de concentración de Cd en Toronjil, Árnica, Gordolobo y Valeriana fueron más elevados en relación a los obtenidos para Pb. En la tabla 70 se puede observar que las concentraciones promedio de Cd presente en las Plantas Medicinales son: para Valeriana 0,9787 ppm, Gordolobo 2,6515 ppm, Toronjil 2,2913 ppm y Árnica 3,276 ppm.

En el caso de Pb los resultados analíticos demuestran que los promedios de concentración son: para Gordolobo 0,6551 ppm, Toronjil 0,6584 ppm, Árnica 1,9656 ppm y para Valeriana no se detectó la presencia del elemento contaminante.

Para Cadmio y Plomo se encontró que en raíz de Valeriana existe menor concentración de dichos elementos en comparación con el detectado en las hojas y flores de Toronjil, Árnica y Gordolobo.

Es importante mencionar que tanto el Cadmio como el Plomo se absorben como cationes al igual que los nutrientes esenciales por lo cual compiten con éstos en algunos procesos metabólicos causando trastornos fisiológicos a las plantas (Wild, A. 1992).

La diferencia entre los resultados analíticos se debe a factores ambientales, a reacciones que impiden su movilidad en la planta ya sea por insolubilidad en la raíz, o por combinación con otro radical o elemento que tenga alta afinidad (Wild, A. 1992).

Con lo que respecta a las Pruebas de Desempeño los resultados demuestran que el sistema es lineal para concentraciones de Cd de 0,02 – 0,4 µg/mL debido a que el C.V = 1,4392, $r = 0,9998$ y $r^2 = 0,9997$. En el caso de Pb el sistema es lineal para concentraciones de 0,05 - 0,8 µg/mL ya que C.V = 1,9637, $r = 0,9996$ y



$r^2 = 0,9992$. Para ambos metales el sistema es preciso debido a que los resultados del análisis por sextuplicado de las muestras que correspondes al 100% muestran coeficientes de variación de cero.

Como se puede observar en los resultados utilizando Árnica mexicana para evaluar el método se observa que éste es lineal para los dos metales; C.V = 2,803, $m = 0,960$, $b = 0,0028$, $r^2 = 0,9941$ para Cd y C.V = 2,7948, $m = 0,9404$, $b = 0,0083$, $r^2 = 0,9961$ para Pb.

Empleando Gordolobo mexicano para evaluar el método se demuestra que es lineal debido a que los criterios se encuentran en el rango de aceptación para ambos metales; C.V = 2,3622, $m = 0,9965$, $b = 0,0012$, $r^2 = 0,9987$ para Cd y C.V = 2,7948, $m = 0,9405$, $b = 0,0083$, $r^2 = 0,9962$ para Pb.

Utilizando Toronjil morado el C.V = 2,7948, $m = 0,9404$, $b = 0,0041$, $r^2 = 0,9961$ para Cd y C.V = 1,3113, $m = 0,9896$, $b = 0,0005$, $r^2 = 0,9992$ para Pb demostrando que el método es lineal.

El método es lineal empleando Valeriana mexicana debido a que C.V = 2,5316, $m = 0,9726$, $b = 0,0012$, $r^2 = 0,9963$ para Cd y C.V = 2,0432, $m = 0,9761$, $b = 0,0018$, $r^2 = 0,9987$ para Pb.

De tal forma que en las cuatro especies de plantas medicinales evaluadas la absorbancia es proporcional a la concentración.

El método es repetible y exacto para Cd empleando Árnica mexicana, Gordolobo mexicano, Toronjil morado y Valeriana mexicana debido a que los coeficientes de variación obtenidos fueron 2,578, 2,5252, 2,5298 y 2,5784 respectivamente.

De igual forma el método es repetible y exacto para Pb empleando Árnica mexicana, Gordolobo mexicano, Toronjil morado y Valeriana mexicana debido a



que los coeficientes de variación obtenidos fueron 1,0541, 2,3552, 2,0583 y 1,0944 respectivamente.

Después de que dos analistas realizaron determinaciones independientes en diferentes días empleando las cuatro especies de plantas los resultados demostraron que el método es reproducible para Cd y Pb debido a que los coeficientes de variación son menores a 3,0%.

Al evaluar la estabilidad de las muestras analíticas, los resultados demostraron que los datos de porcentaje recuperado, obtenidos después de 48 horas a temperatura ambiente en las cuatro especies de plantas y con en ambos metales, son menores y mayores al 100%. Los valores promedio del factor I después de 48 horas a temperatura ambiente estuvieron fuera del límite establecido. De tal forma se confirmó que las muestras son inestables después de 48 horas a temperatura ambiente bajo las condiciones de operación trabajadas. Por lo tanto es conveniente trabajar las muestras analíticas el mismo día de su preparación o 24 horas después mantenidas en refrigeración.



CONCLUSIONES

1. El Método propuesto por la Comisión Permanente de la F.E.U.M y publicado en la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos, considerando las modificaciones para la cuantificación de plomo y cadmio en *Arnica mexicana*, *Gordolobo mexicano*, *Toronjil morado* y *Valeriana mexicana* "Prueba Límite para Cadmio y Plomo" es lineal, exacto, preciso, repetible y reproducible, en un rango de concentración de 0,05 – 0,2 µg/mL para Cd y de 0,1 – 0,4 µg/mL para Pb
2. El sistema es lineal y preciso en un rango de concentración de 0,02 – 0,4 µg/mL para Cd y de 0,05 – 0,8 µg/mL para Pb
3. La muestra analítica con Cd es estable después de 24 horas a temperatura ambiente y en refrigeración pero no es conveniente que se analice después de 48 horas cuando se mantiene a temperatura ambiente.
4. La muestra analítica con Pb es estable después de 24 horas a temperatura ambiente y en refrigeración pero no es conveniente que se analice después de 48 horas cuando se mantiene a temperatura ambiente.
5. El límite de Detección para Cd es de 0,0273 ppm.
6. El límite de Detección para Pb es de 0,0193 ppm.
7. El límite de Cuantificación para Cd es de 0,0198 ppm.
8. El límite de Cuantificación para Pb es de 0,0644 ppm.



9. De las cuatro especies de plantas medicinales utilizadas en el estudio, la raíz de Valeriana, es la que presenta menor concentración de Cadmio y no se detecta la presencia de Plomo.
10. La concentración de Cadmio detectada en las Plantas Medicinales se encuentra dentro del rango establecido en la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos.
11. La concentración de Plomo detectada en las Plantas Medicinales se encuentra dentro del rango establecido en la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos.
12. El método que se llevó a cabo para realizar las Pruebas de Desempeño para la Cuantificación Cd y Pb en Plantas Medicinales por Espectrofotometría de Absorción Atómica fue de acuerdo al Método modificado del MGA-FH 0160 Arsénico y Metales pesados establecido en la FHEUM y se presenta en forma de PNO.



SUGERENCIAS

- ❖ Realizar pruebas de desempeño para la cuantificación de Cd y Pb en plantas medicinales utilizando horno de grafito si es necesario obtener resultados con mayor sensibilidad.
- ❖ Cuantificar el contenido de metales pesados en diferentes partes de las plantas medicinales.
- ❖ Cuantificar el contenido de metales pesados tomando en cuenta el lugar de recolección.
- ❖ Que la Farmacopea Herbolaria tome en cuenta que la mezcla de digestión formada por ácido nítrico y ácido perclórico no debe llegar a sequedad como lo sugiere en el método MGA – FH 0160 Arsénico y Metales pesados establecido en la FHEUM ya que se reporta que el ácido perclórico es rico en Cl_2O_7 , el cual es la causa de que el ácido se descomponga con explosión (Gutiérrez, E. 1991).

A N E X O I

✓ Procedimiento Normalizado de Operación (PNO) para las Pruebas de Desempeño para la Cuantificación de Cd y Pb en Plantas Medicinales por Espectrofotometría de Absorción Atómica.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO		
FECHA DE EDICIÓN : 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA		
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN	
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.		
<p>I. OBJETIVO</p> <p>Contar con un procedimiento que permita realizar las Pruebas de Desempeño para la Cuantificación de Cd y Pb en Plantas Medicinales por Absorción Atómica.</p> <p>II. RESPONSABILIDAD</p> <p>Es responsabilidad del Jefe de Control de Calidad, contar con un procedimiento normalizado de operación en las Pruebas de Desempeño para la Cuantificación de Cd y Pb en Plantas Medicinales por Absorción Atómica.</p> <p>Es responsabilidad del Jefe de Validación contar, dar a conocer y llevar a cabo el presente procedimiento normalizado de operación en las Pruebas de Desempeño para la Cuantificación de Cd y Pb en Plantas Medicinales por Absorción Atómica.</p> <p>Es responsabilidad del Químico Analista realizar la cuantificación de Cd Y Pb en plantas medicinales con un método al que se le hayan realizado las Pruebas de Desempeño.</p> <p>III. ALCANCE</p> <p>El presente procedimiento es aplicable a las Pruebas de Desempeño para la Cuantificación de Cd y Pb en Plantas Medicinales por Absorción Atómica.</p>			
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meifa	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02



PÁGINAS: N. de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO		
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA		
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN	
REVISIÓN: 0	TÍTULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.	
IV. MATERIAL <ul style="list-style-type: none">•Material vegetal seco al aire, finamente picado y homogéneamente mezclado.•Matraces Kjeldahl de 100 mL Pyrex.•Matraces volumétricos de 50 y 100 mL Pyrex.•Pipetas volumétricas de 1, 2, 5, 10 mL Pyrex.•Vaso de precipitados de 250 y 500 mL Pyrex.•Balanza analítica. AINSWORTH.MODEL 100 A.•Espectrofotómetro de Absorción Atómica VARIAN AA-1475.•Digestor LABCONCO.•Lámpara de cátodo hueco Pye Unicam para Pb.•Lámpara de cátodo hueco Pye Unicam para Cd.			
VII. REACTIVOS <ul style="list-style-type: none">•Agua desionizada.•Ácido Nítrico J.T.Baker.*•Ácido Perclórico J.T.Baker.*•Aire comprimido(presión de 2,8 kg/cm) AGA.•Acetileno(presión de 0,8 kg/cm) AGA. <p>* Reactivos grado analítico.</p>			
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meifa	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada
FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO		
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA		
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN	
REVISIÓN: 0	TÍTULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.	
<p>VIII. SOLUCIONES</p> <ul style="list-style-type: none">• Solución estándar de 1000 ppm para Pb Merck Titrisol.• Solución estándar de 1000 ppm para Cd Merck Titrisol.• Mezcla ácida; ácido nítrico: ácido perclórico(2:1). <p>IX. POBLACIÓN DE ESTUDIO</p> <ul style="list-style-type: none">• VALERIANA MEXICANA, RAÍZ. <i>Valeriana edulis ssp. Procera Meyer</i>• GORDOLOBO MEXICANO, FLOR. <i>Gnaphalium semiamplexicaule DC.</i>• TORONJIL MEXICANO, HOJAS Y FLOR. <i>Agastache mexicana</i> (Kunth) Lint et Epling• ÁRNICA MEXICANA, FLOR. <i>Heterotheca inuloides</i> <p>Toda la cristalería usada para el análisis en el laboratorio debe remojarse en ácido nítrico al 30% durante 24 hrs y posteriormente se enjuaga con agua desionizada.</p>			
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meña	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN : 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb en PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>X. INTRODUCCIÓN</p> <p>Todo método analítico tiene como propósito determinar la presencia de un componente específico y es un procedimiento que involucra un proceso de medición el cual proporciona una respuesta analítica. Un requisito esencial de un método que tenga aplicaciones cuantitativas es el de realizarle pruebas de desempeño.</p> <p>XI. DESARROLLO</p> <p>La Comisión Permanente de la F.E.U.M proporcionó para el estudio:</p> <ul style="list-style-type: none">• VALERIANA MEXICANA, RAÍZ. <i>Valeriana edulis ssp. Procera Meyer</i>• GORDOLOBO MEXICANO, FLOR. <i>Gnaphalium semiamplexicaule DC.</i>• TORONJIL MEXICANO, HOJAS Y FLOR. <i>Agastache mexicana (Kunth) Lint et Epling</i>• ÁRNICA MEXICANA, FLOR. <i>Heterotheca inuloides</i> <p>Las plantas medicinales se hicieron llegar al laboratorio en forma individual, dentro de bolsas de polietileno, debidamente etiquetadas y previamente secas. Una vez que las plantas fueron molidas se encontraron listas para el análisis.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reves	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meila	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<u>PRUEBA LÍMITE PARA CADMIO Y PLOMO</u>				
<p>Método propuesto en la Farmacopea Herbolaria para la cuantificación de plomo y cadmio en plantas medicinales.</p>				
<p><u>Preparar la siguiente solución:</u></p>				
<p>a) Mezcla ácida. Preparar una solución con 2 partes de ácido nítrico concentrado y 1 parte de ácido perclórico concentrado.</p>				
<p><u>Método general para el tratamiento de la muestra.</u></p>				
<p>Pesar 250 mg de material vegetal, seco y macerado, en un matraz Kjeldahl de 30 mL. Añadir 5,0 mL de mezcla ácida y colocar el matraz en el digestor a una temperatura constante hasta que la solución se observe clara y sin presencia de material orgánico. Una vez terminada la digestión dejar enfriar y pasar a un matraz aforado de 50 mL, llevar al volumen con agua desionizada, filtrar y guardar en frascos de polietileno.</p>				
<p><u>Procedimiento</u></p>				
<p>El contenido de cadmio y plomo se determina por espectrofotometría de absorción atómica.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO		
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA		
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN	
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.		
<p><u>Límites</u></p> <p>* Plomo no más de 10 ppm * Cadmio no más de 0,3 ppm</p> <p>NOTA : Estos valores son válidos para drogas vegetales secas.</p> <p><u>PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE CADMIO Y PLOMO EN PLANTAS MEDICINALES</u></p> <p>LINEALIDAD DEL SISTEMA</p> <p>CADMIO</p> <p><u>Preparar las siguientes soluciones:</u></p> <p>a) Solución concentrada de Cd. Pasar 1mL de solución estándar de 1000 ppm de Cd Merck Titrisol a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar perfectamente.</p>			
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reves	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>b) Soluciones de prueba para Cd. Cada una de las siguientes soluciones se preparan por duplicado, partiendo de la misma solución concentrada:</p> <ul style="list-style-type: none">• Solución 0,02 ppm. Pasar 0,2 mL de solución concentrada en un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua desionizada.• Solución 0,05 ppm. Pasar 0,5 mL de solución concentrada a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al volumen con agua desionizada y mezclar bien.• Solución 0,1 ppm. Pasar 1,0 mL de la solución concentrada a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar.• Solución 0,2 ppm. Pasar 2,0 mL de solución concentrada en un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar.• Solución 0,4 ppm. Pasar 4,0 mL de solución concentrada a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar bien. <p>Filtrar y guardar las soluciones en frascos de polietileno.</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 228,8 nm empleando agua desionizada como blanco de ajuste.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arceaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p> <p style="text-align: center;">PLOMO</p> <p><u>Preparar las siguientes soluciones:</u></p> <p>a) Solución concentrada de Pb. Pasar 1 mL de solución estándar de 1000 ppm de Pb Merck Titrisol a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar perfectamente.</p> <p>b) Soluciones de prueba para Cd. Cada una de las siguientes soluciones se prepara por duplicado, partiendo de la misma solución concentrada:</p> <ul style="list-style-type: none">• Solución 0,05 ppm. Pasar 0,5 mL de solución concentrada a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar.• Solución 0,1 ppm. Pasar 0,1 mL de solución concentrada a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al volumen con agua desionizada y mezclar bien.• Solución 0,2 ppm. Dentro de un matraz volumétrico de 100 mL colocar 2,0 mL de solución concentrada llevar al volumen con agua desionizada y mezclar.				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arceaga Meña	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO		
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA		
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN	
REVISIÓN: 0	TÍTULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.	
<ul style="list-style-type: none">• Solución 0,4 ppm. Pasar 4,0 mL de solución concentrada a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar.• Solución 0,8 ppm. Pasar 4,0 mL de solución concentrada a un matraz volumétrico de 50 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar bien. <p>Filtrar y guardar las soluciones en frascos de polietileno.</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 217,0 nm empleando agua desionizada como blanco de ajuste.</p> <p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p>			
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reves	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO		
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA		
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN	
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.		
<p>PRECISIÓN DEL SISTEMA</p> <p style="text-align: center;">CADMIO</p> <p><u>Preparar las siguientes soluciones:</u></p> <p>a) Solución concentrada. Pasar 1mL de solución estándar de 1000 ppm para Cd Merck Titrisol, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al volumen con agua desionizada y mezclar perfectamente.</p> <p>b) Soluciones de prueba. La siguiente solución se prepara por sextuplicado, partiendo de la misma solución concentrada:</p> <ul style="list-style-type: none">• Solución 0,1 ppm. Pasar 1,0 mL de solución concentrada en un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar. <p>Filtrar y guardar la solución de prueba en frascos de polietileno.</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 228,8 nm empleando agua desionizada como blanco de ajuste.</p>			
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meija	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02



PÁGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p> <p style="text-align: center;">PLOMO</p> <p><u>Preparar las siguientes soluciones:</u></p> <p>a) Solución concentrada. Pasar 1mL de solución estándar de 1000 ppm para Pb Merck Titrisol, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar perfectamente.</p> <p>b) Soluciones de prueba. La siguiente solución se prepara seis veces, partiendo de la misma solución concentrada:</p> <ul style="list-style-type: none">• Solución 0,2 ppm. Pasar 2,0 mL de solución concentrada en un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al volumen con agua desionizada y mezclar. <p>Filtrar y guardar la solución de prueba en frascos de polietileno.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PAGINAS: X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN: 0	TÍTULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.		
<p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 217,0 nm empleando agua desionizada como blanco de ajuste.</p> <p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p> <p>LINEALIDAD DEL MÉTODO</p> <p>CADMIO</p> <p><u>Preparar las siguientes soluciones:</u></p> <p>a) Mezcla ácida. Preparar una solución con 2 partes de ácido nítrico concentrado y 1 parte de ácido perclórico concentrado.</p> <p>b) Solución concentrada. Pasar 1mL de solución estándar de 1000 ppm para Cd Merck Titrisol, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, llevar al aforo con agua desionizada y mezclar perfectamente.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PAGINAS N de XX		UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO		
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002		FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA		
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002		DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN	
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>c) Soluciones de prueba. Cada una de las siguientes soluciones se prepara por triplicado, partiendo de diferentes soluciones concentradas:</p> <ul style="list-style-type: none">• Solución 0,5 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 0,5 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua desionizada.• Solución 0,1 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 1,0 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua desionizada.• Solución 0,2 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 2,0 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua desionizada. <p>d) Solución blanco. Medir 5,0 mL de mezcla ácida dentro de un matraz Kjeldahl de 100 mL. Proceder de acuerdo con el método propuesto pero sin agregar la planta medicinal y finalmente transferir la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al volumen con agua desionizada.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meila	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PAGINAS X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN : 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISION: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>Filtrar y guardar la soluciones en frascos de polietileno.</p> <p>NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad (Gutiérrez, E. 1991).</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 228,8 nm. Ajustar con la solución blanco.</p> <p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p> <p style="text-align: center;">PLOMO</p> <p><u>Preparar las siguientes soluciones:</u></p> <p>a) Mezcla ácida. Preparar una solución con 2 partes de ácido nítrico concentrado y 1 parte de ácido perclórico concentrado.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PÁGINAS X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN: 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>b) Solución concentrada. Tomar 1mL de solución estándar de 1000 ppm para Pb Merck Titrisol, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, aforar con agua desionizada y mezclar perfectamente.</p> <p>c) Soluciones de prueba. Cada una de las siguientes soluciones se prepara por triplicado, partiendo de diferentes soluciones concentradas:</p> <ul style="list-style-type: none">• Solución 0,1 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 1,0 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua desionizada.• Solución 0,2 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 2,0 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al volumen con agua desionizada.• Solución 0,4 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 4,0 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua desionizada.				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PAGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN. 0	TÍTULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.		
<p>d) Solución blanco. Medir 5,0 mL de mezcla ácida dentro de un matraz Kjeldahl de 100 mL. Proceder de acuerdo con el método propuesto pero sin agregar la planta medicinal y finalmente transferir la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua desionizada.</p> <p>Filtrar y guardar la soluciones en frascos de polietileno.</p> <p>NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad (Gutiérrez, E. 1991).</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 217,0 nm. Ajustar con la solución blanco.</p> <p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meifa	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PAGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICION 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN 0	TITULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.		
EXACTITUD Y REPETIBILIDAD				
CADMIO				
<u>Preparar las siguientes soluciones:</u>				
a) Solución concentrada. Tomar 1mL de solución estándar de 1000 ppm para Cd Merck Titrisol, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, aforar con agua desionizada y mezclar perfectamente.				
b) Soluciones de prueba. La siguiente solución se prepara por sextuplicado, partiendo de diferentes soluciones concentradas:				
• Solución 0,1 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 1,0 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua desionizada.				
c) Solución blanco. Medir 5,0 mL de mezcla ácida dentro de un matraz Kjeldahl de 100mL. Proceder de acuerdo con el método propuesto pero sin agregar la planta medicinal y finalmente transferir la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua desionizada.				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Melía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	



PÁGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN: 0	TÍTULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.		
<p>Filtrar y guardar la soluciones en frascos de polietileno.</p> <p>NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad (Gutiérrez, E. 1991).</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 228,8 nm. Ajustar con la solución blanco.</p> <p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p> <p style="text-align: center;">PLOMO</p> <p><u>Preparar las siguientes soluciones:</u></p> <p>a) Solución concentrada. Tomar 1mL de solución estándar de 1000 ppm para Pb Merck Titrisol, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, aforar con agua desionizada y mezclar perfectamente.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meifa	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



PAGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN 0	TITULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>b) Soluciones de prueba. La siguiente solución se prepara por sextuplicado, partiendo de diferentes soluciones concentradas:</p> <ul style="list-style-type: none">• Solución 0,2 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 2,0 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua desionizada. <p>c) Solución blanco. Medir 5,0 mL de mezcla ácida dentro de un matraz Kjeldahl de 100mL. Proceder de acuerdo con el método propuesto pero sin agregar la planta medicinal y finalmente transferir la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua desionizada.</p> <p>Filtrar y guardar la soluciones en frascos de polietileno.</p> <p>NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad (Gutiérrez, E. 1991).</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 217,0 nm. Ajustar con la solución blanco.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meña	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



PAGINAS X de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	DEPARTAMENTO VALIDACIÓN			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	TITULO			
REVISIÓN: 0	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p> <p>PRECISIÓN (REPRODUCIBILIDAD)</p> <p>CADMIO</p> <p><u>Preparar las siguientes soluciones:</u></p> <p>a) Solución concentrada. Tomar 1 mL de solución estándar de 1000 ppm para Cd Merck Titrisol, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, aforar con agua desionizada y mezclar perfectamente.</p> <p>b) Soluciones de prueba. La siguiente solución se prepara por triplicado y es analizada por dos analistas en dos días diferentes partiendo de distintas soluciones concentradas:</p> <ul style="list-style-type: none">• Solución 0,1 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 1,0 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua desionizada.				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



PAGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN 0	TÍTULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.		
<p>c) Solución blanco. Medir 5,0 mL de mezcla ácida dentro de un matraz Kjeldahl de 100 mL. Proceder de acuerdo con el método propuesto pero sin agregar la planta medicinal y finalmente transferir la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua desionizada.</p> <p>Filtrar y guardar la soluciones en frascos de polietileno.</p> <p>NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad (Gutiérrez, E. 1991).</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 228,8 nm. Ajustar con la solución blanco.</p> <p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



PÁGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE EDICIÓN : 25 - ABRIL - 2002	DEPARTAMENTO VALIDACIÓN			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	TÍTULO			
REVISIÓN: 0	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
PLOMO				
<u>Preparar las siguientes soluciones:</u>				
a) Solución concentrada. Tomar 1 mL de solución estándar de 1000 ppm para Pb Merck Titrisol, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, aforar con agua desionizada y mezclar perfectamente.				
d) Soluciones de prueba. La siguiente solución se prepara por triplicado y es analizada por dos analistas en dos días diferentes partiendo de distintas soluciones concentradas:				
- Solución 0,2 ppm. Pasar 250 mg por separado de cada una de las plantas a matraces Kjeldahl. Adicionar a cada matraz 2,0 mL de solución concentrada. Proceder de acuerdo con el método general propuesto. Transferir cuantitativamente la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al volumen con agua desionizada.				
b) Solución blanco. Medir 5,0 mL de mezcla ácida dentro de un matraz Kjeldahl de 100 mL. Proceder de acuerdo con el método propuesto pero sin agregar la planta medicinal y finalmente transferir la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua desionizada.				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



PAGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN: 0	TITULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p>Filtrar y guardar la soluciones en frascos de polietileno.</p> <p>NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad (Gutiérrez, E. 1991).</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 217,0 nm. Ajustar con la solución blanco.</p> <p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p> <p>ESTABILIDAD DE LA MUESTRA</p> <p>Se determina mediante el reanálisis de muestras almacenadas a temperatura ambiente / 48 hrs, temperatura ambiente / 96 hrs, refrigeración / 48 hrs y refrigeración/96 hrs.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Revés	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arceaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



PAGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.			
<p><u>Preparar las siguientes soluciones:</u></p> <p>a) Solución blanco. Medir 5,0 mL de mezcla ácida dentro de un matraz Kjeldahl de 100 mL. Proceder de acuerdo con el método propuesto pero sin agregar la planta medicinal y finalmente transferir la solución resultante a un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua desionizada.</p> <p>Filtrar y guardar las soluciones en frascos de polietileno.</p> <p>NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad (Gutiérrez, E. 1991).</p> <p>La mitad de la solución blanco se almacena a temperatura ambiente y la otra mitad en refrigeración.</p> <p>Una vez que el análisis de linealidad del método es realizado se colocan seis muestras a temperatura ambiente y las seis restantes en refrigeración; de tal forma que se tuvieran las siguientes concentraciones a las condiciones preestablecidas.</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



PAGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO																							
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA																							
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN																						
REVISIÓN 0	TÍTULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.																						
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Temperatura ambiente</th> <th colspan="2">Refrigeración</th> </tr> <tr> <th>Cd(µg/mL)</th> <th>Pb(µg/mL)</th> <th>Cd(µg/mL)</th> <th>Pb(µg/mL)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0,05</td> <td>0,1</td> <td>0,05</td> <td>0,1</td> </tr> <tr> <td>0,1</td> <td>0,2</td> <td>0,1</td> <td>0,2</td> </tr> <tr> <td>0,2</td> <td>0,4</td> <td>0,2</td> <td>0,4</td> </tr> </tbody> </table>					Temperatura ambiente		Refrigeración		Cd(µg/mL)	Pb(µg/mL)	Cd(µg/mL)	Pb(µg/mL)	0,05	0,1	0,05	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,2	0,4	0,2	0,4
Temperatura ambiente		Refrigeración																						
Cd(µg/mL)	Pb(µg/mL)	Cd(µg/mL)	Pb(µg/mL)																					
0,05	0,1	0,05	0,1																					
0,1	0,2	0,1	0,2																					
0,2	0,4	0,2	0,4																					
Procedimiento																								
<p>Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de prueba a una longitud de onda de 228,8 nm para Cd y 217,0 nm para Pb. Ajustar con la solución blanco.</p> <p>Registrar las absorbancias obtenidas de cada una de las soluciones preparadas y posteriormente realizar los cálculos estadísticos necesarios para esta prueba de acuerdo con el anexo 3.</p>																								
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada																					
FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02																					

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



PAGINAS N de XX	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN 0	TÍTULO PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA			
<p align="center"><u>DETERMINACIÓN DE CADMIO Y PLOMO EN VALERIANA MEXICANA, GORDOLOBO MEXICANO, TORONJIL MORADO MEXICANO Y ÁRNICA MEXICANA.</u></p>				
MÉTODO MODIFICADO DEL MGA - FH 0160 ARSÉNICO Y METALES PESADOS ESTABLECIDO EN LA FHEUM.				
<u>Preparar las siguientes soluciones:</u>				
a) Mezcla ácida. Preparar una solución con 2 partes de ácido nítrico concentrado y 1 parte de ácido perclórico concentrado.				
b) Muestras. La siguiente muestra se prepara por triplicado con cada una de las plantas medicinales				
• Colocar 250 mg de material vegetal, seco y macerado, en un matraz Kjeldahl. Añadir 5,0 mL de mezcla ácida y colocar el matraz en el digestor a una temperatura constante hasta que la solución se observe clara y sin presencia de material orgánico. La solución resultante se coloca en un matraz volumétrico de 10 mL y se lleva al aforo con agua desionizada.				
c) Solución blanco. Medir 5,0 mL de mezcla ácida dentro de un matraz Kjeldahl de 100 mL. Proceder de acuerdo con el método propuesto pero sin agregar la planta medicinal y finalmente transferir la solución resultante a un matraz volumétrico de 10 mL y aforar con agua desionizada.				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reyes	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Mejía	AUTORIZO: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	FECHA: 03-10-02	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



PÁGINAS N de NN	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO			
FECHA DE EDICIÓN: 25 - ABRIL - 2002	FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA			
FECHA DE VIGENCIA: 3 - MAYO - 2002	DEPARTAMENTO	VALIDACIÓN		
REVISIÓN 0	TÍTULO	PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd y Pb EN PLANTAS MEDICINALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.		
<p>Filtrar y guardar las soluciones en frascos de polietileno.</p> <p>NOTA : Evitar que la solución que contiene mezcla ácida y es sometida a digestión llegue a sequedad (Gutiérrez, E. 1991).</p> <p><u>Procedimiento</u></p> <p>Determinar las absorbancias de cada una de las muestras a una longitud de onda de 228,8 nm para Cd y 217,0 nm para Pb. Ajustar con la solución blanco.</p> <p>XI. TÉRMINOS Y DEFINICIONES</p> <p>mL = mililitros mg = miligramos µg = microgramos Pb = plomo Cd = cadmio nm = nanómetros hrs = horas ppm = partes por millón kg = kilogramos cm = centímetro mg/kg = partes por millón µg/ mL = partes por millón</p>				
ELABORÓ: Juliana Carolina Pérez Reves	REVISÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	APROBÓ: Bióloga Maricela Arteaga Meña	AUTORIZÓ: M en C. Lourdes Castillo Granada	
FECHA: 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA : 03-10-02	FECHA: 03-10-02	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

A N E X O I I

- Método MGA – FH 0160 Arsénico y metales pesados de la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos 2001.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



ANEXO 2

REQUISITOS GENERALES

Todos los materiales provenientes de plantas medicinales deberán ser examinados y seguir los métodos generales para:

- ❖ METALES PESADOS.
- ❖ PLAGUISIDAS
- ❖ DETERMINACIÓN DE MICROORGANISMOS
- ❖ MATERIA EXTRAÑA

Los límites serán los que establezcan en los propios métodos, a menos que en la monografía particular se indique otra cosa.

PRUEBA LÍMITE PARA CADMIO Y PLOMO.

El método de determinación se deja al analista. Sin embargo, la determinación debe ser lo suficientemente consistente y sensible para determinar la comparación del estándar.

Aparato. El aparato consiste en un vaso de digestión, que es un crisol de sílica vítrea, "forma alta", con una altura de 62 mm, un diámetro de 50 mm, con capacidad para 75 mL con una cubierta de sílica vítrea.

Los materiales usados son:

- ❖ Mezcla de digestión: 2 partes por peso de ácido nítrico concentrado y una parte por peso de ácido perclórico concentrado.
- ❖ Materiales de referencia: hojas de olivo (*Olea europea*) y polvo de heno.

Limpier escrupulosamente con ácido nítrico concentrado el vaso de digestión y todo el equipo y todo el equipo que va a ser usado para la determinación, enjuagar vigorosamente muchas veces con agua y secar a 120°C.



Preparación de la muestra. Para el método húmedo de digestión en un sistema abierto, colocar de 200 mg a 250 mg del material vegetal secado con aire, finamente cortado y homogéneamente mezclado, en un crisol de sílica limpio. Añadir 1.0 mL de la mezcla de digestión, cubrir el crisol sin presión externa y colocar en el horno a una temperatura controlada y regular el tiempo (controlado por computadora, si es posible).

Calentar lentamente a 100°C y mantener esta temperatura durante un poco más de 3 h, posteriormente calentar a 120°C y mantener esta temperatura durante 2 h. Aumentar la temperatura muy lentamente hasta 240°C. Evitar posibles reacciones violentas especialmente en un intervalo de temperatura de 160°C a 200°C y mantener esta temperatura durante 4 h. Disolver el residuo inorgánico seco resultante en 2.5 mL de ácido nítrico concentrado y usarlo para la determinación de metales pesados. Cada muestra debe ser probada en paralelo con un blanco.

Procedimiento. El contenido de plomo y cadmio puede ser determinado por voltametría inversa o por espectrofotometría de absorción atómica.

Límites. Las máximas cantidades son basadas en valores ADI.

- ❖ Plomo. No más de 10 mg/kg.
- ❖ Cadmio. No más de 0.3 mg/kg.

Estos valores son válidos para drogas vegetales secas.

ANEXO III

➤ Diseño estadístico.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

**ANEXO 3****DISEÑO ESTADÍSTICO.****LINEALIDAD DEL SISTEMA.**

1. Tabular los resultados con base al siguiente formato:

CONCENTRACION (x)	ABSORBANCIA (y)
X ₁	Y ₁₁ , Y ₁₂ , Y _{1n}
X ₂	Y ₂₁ , Y ₂₂ , Y _{2n}
:	:
:	:
X _i	Y _{i1} , Y _{i2} , Y _{in}

2. Realizar los siguientes cálculos preliminares para coeficiente de correlación y coeficiente de determinación.

$$\sum x = n(x_1 + x_2 + \dots + x_i)$$

$$\sum y = y_{11} + y_{12} + \dots + y_{1n} + y_{21} + y_{22} + \dots + y_{2n} + \dots + y_{i1} + y_{i2} + \dots + y_{in}$$

$$\sum x^2 = n(x_1^2 + x_2^2 + \dots + x_i^2)$$

$$\sum y^2 = y_{11}^2 + y_{12}^2 + \dots + y_{1n}^2 + y_{21}^2 + y_{22}^2 + \dots + y_{2n}^2 + \dots + y_{i1}^2 + y_{i2}^2 + \dots + y_{in}^2$$

$$\sum xy = x_1(y_{11} + y_{12} + \dots + y_{1n}) + x_2(y_{21} + y_{22} + \dots + y_{2n}) + \dots + x_i(y_{i1} + y_{i2} + \dots + y_{in})$$

3. Calcular r y r²

$$r = \frac{[n(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)]^2}{[n(\sum x^2) - (\sum x)^2][n(\sum y^2) - (\sum y)^2]}$$



$$r^2 = \left[\frac{m(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)}{[m(\sum x^2) - (\sum x)^2][m(\sum y^2) - (\sum y)^2]} \right]^2$$

4. Calcular para cada punto de linealidad del sistema el siguiente factor

$$F = \frac{\text{absorbancia}(y)}{\text{concentración}(x)}$$

$$F_{11} = \frac{y_{11}}{x_1}$$

$$F_{12} = \frac{y_{12}}{x_1}$$

$$F_{1n} = \frac{y_{1n}}{x_1}$$

⋮

$$F_{i1} = \frac{y_{i1}}{x_i}$$

$$F_{i2} = \frac{y_{i2}}{x_i}$$

$$F_{in} = \frac{y_{in}}{x_i}$$

4.1 Calcular la suma de los factores, la suma de cuadrados de factores y la media del factor.

$$\sum F = F_{11} + F_{12} + F_{1n} + \dots + F_{i1} + F_{i2} + F_{in}$$

$$\sum F^2 = F^2_{11} + F^2_{12} + F^2_{1n} + \dots + F^2_{i1} + F^2_{i2} + F^2_{in}$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



$$F = \frac{F'}{N}$$

Donde N = es el número de puntos de la linealidad del sistema.

5. Cálculos finales para el coeficiente de variación

$$DE = \left[\frac{N(\sum F^2) - (\sum F)^2}{N(N-1)} \right]^{1/2}$$

$$CV = \frac{DE}{F} \times 100$$

CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

$$CV \leq 1.5\%$$

$$r \geq 0.99$$

$$r^2 \geq 0.98$$

PRECISIÓN DEL SISTEMA

1. Tabular los resultados

$$y_1, y_2, y_3, \dots, y_n$$

2. Calcular

$$\sum y = y_1 + y_2 + y_3 + \dots + y_n$$

$$\sum y^2 = y_1^2 + y_2^2 + y_3^2 + \dots + y_n^2$$

$$\bar{y} = \frac{\sum y}{N}$$



$$DE = \left[\frac{N(\sum y^2) - (\sum y)^2}{N(N-1)} \right]^{1/2}$$

$$CV = \frac{DE}{y} \times 100$$

CRITERIO DE ACEPTACIÓN

$$CV = 1.5\%$$

LINEALIDAD DEL MÉTODO

1. Tabular los datos en base al siguiente formato:

<i>Cantidad adicionada(x)</i>	<i>Cantidad recuperada (y)</i>
X 11, X 12, X 1n	Y 11, Y 12, Y 1n
X 21, X 22, X 2n	Y 21, Y 22, Y 2n
⋮	⋮
⋮	⋮
X 11, X 12, X 1n	Y 11, Y 12, Y 1n

2. Calcular las siguientes sumatorias

$$\sum x = x_{11} + x_{12} + \dots + x_{1n} + x_{21} + x_{22} + \dots + x_{2n} + \dots + x_{11} + x_{12} + \dots + x_{1n}$$

$$\sum y = y_{11} + y_{12} + \dots + y_{1n} + y_{21} + y_{22} + \dots + y_{2n} + \dots + y_{11} + y_{12} + \dots + y_{1n}$$

$$\sum x^2 = x^2_{11} + x^2_{12} + \dots + x^2_{1n} + x^2_{21} + x^2_{22} + \dots + x^2_{2n} + \dots + x^2_{11} + x^2_{12} + \dots + x^2_{1n}$$

$$\sum y^2 = y^2_{11} + y^2_{12} + \dots + y^2_{1n} + y^2_{21} + y^2_{22} + \dots + y^2_{2n} + \dots + y^2_{11} + y^2_{12} + \dots + y^2_{1n}$$

$$\sum xy = x_{11}y_{11} + x_{12}y_{12} + \dots + x_{1n}y_{1n} + x_{21}y_{21} + x_{22}y_{22} + \dots + x_{2n}y_{2n} + \dots + x_{11}y_{11} + x_{12}y_{12} + \dots + x_{1n}y_{1n}$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



3. Calcular m , b y r^2

$$m = \frac{nt(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)}{nt(\sum x^2) - (\sum x)^2}$$

$$b = \frac{\sum y - m(\sum x)}{nt}$$

$$r^2 = \frac{[nt(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)]^2}{[nt(\sum x^2) - (\sum x)^2][nt(\sum y^2) - (\sum y)^2]}$$

4. Determinar el por ciento recuperado (R) para cada cantidad recuperada

$$R = \left(\frac{Y}{X}\right)100$$

- 4.1 Tabular los resultados

$$R_1, R_2, R_3, \dots, R_n$$

- 4.2 Realizar los siguientes cálculos

$$\sum R = R_1 + R_2 + R_3 + \dots + R_n$$

$$\sum R^2 = R_1^2 + R_2^2 + R_3^2 + \dots + R_n^2$$

$$\bar{R} = \left(\frac{\sum R}{N}\right)$$

$$DE = \left[\frac{N(\sum y^2) - (\sum y)^2}{N(N-1)}\right]^{1/2}$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



5. Calcular el coeficiente de variación

$$CV = \left(\frac{DE}{R} \right) 100$$

CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

Promedio de recobro = 97 – 103%

$$CV = \leq 3\%$$

EXACTITUD Y REPETIBILIDAD

1. Tabular los resultados en base al siguiente formato

$$R_1, R_2, R_3, \dots, R_n$$

2. Realizar los siguientes cálculos

$$\sum R = R_1 + R_2 + R_3 + \dots + R_n$$

$$\sum R^2 = R_1^2 + R_2^2 + R_3^2 + \dots + R_n^2$$

$$\bar{R} = \left(\frac{\sum R}{N} \right)$$

$$DE = \left[\frac{N(\sum y^2) - (\sum y)^2}{N(N-1)} \right]^{1/2}$$

3. Calcular el coeficiente de variación

$$CV = \left(\frac{DE}{R} \right) 100$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

**CRITERIOS DE ACEPTACIÓN**

Promedio de recobro = 97 – 103%

 $CV = \leq 3\%$ **PRECISIÓN (REPRODUCIBILIDAD)**

1. Tabular los resultados de la siguiente forma

DÍA	ANALISTA	
	1	2
	1	y_{111} y_{112} y_{113}
2	y_{211} y_{212} y_{213}	y_{221} y_{222} y_{223}

2. Cálculos preliminares

$$y_{\dots} = y_{111} + y_{112} + y_{113} + y_{121} + y_{122} + y_{123} + y_{211} + y_{212} + y_{213} + y_{221} + y_{222} + y_{223}$$

$$\sum y^2 \dots = y^2_{111} + y^2_{112} + y^2_{113} + y^2_{121} + y^2_{122} + \dots + y^2_{223}$$

$$\bar{y} = \left(\frac{y_{\dots}}{N} \right)$$

$$DE = \left[\frac{N(\sum y^2) - (y_{\dots})^2}{N(N-1)} \right]^{1/2}$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



3. Calcular el coeficiente de variación

$$CV = \left(\frac{DF}{R} \right) 100$$

CRITERIO DE ACEPTACIÓN

$$CV \leq 3\%$$

ESTABILIDAD DE LA MUESTRA ANALÍTICA

1. Tabular los resultados

CONDICIÓN / TIEMPO			
INICIAL	1	2	m
y_1	y_4	y_7	y_{n-2}
y_2	y_5	y_8	y_{n-1}
y_3	y_6	y_9	y_n

2. Calcular la varianza ponderada

Media	\bar{y}_0	\bar{y}_1	\bar{y}_2	\bar{y}_m
Varianza	S_0^2	S_1^2	S_2^2	S_m^2

$$Sp_1^2 = \frac{2S_0^2 + 2S_1^2}{2(c+1)}$$

$$Sp_2^2 = \frac{2S_0^2 + 2S_2^2}{2(c+1)}$$

$$Sp_m^2 = \frac{2S_0^2 + 2S_m^2}{2(c+1)}$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



3. Para cada condición x tiempo calcular el intervalo de confianza

$$IC^* = (\bar{y}_1 - \bar{y}_0) \pm t^* \cdot s \sqrt{SM^2 \left[\frac{2}{3} \right]}$$

Donde t^* es el valor de t de Dunnett con c comparaciones y $2(c+1)$ grados de libertad y una probabilidad acumulada de 0.975

4. Con la siguiente fórmula calcular el factor I

$$I_1 = \frac{y_1}{y_1} \cdot 100$$

$$I_2 = \frac{y_2}{y_{21}} \cdot 100$$

$$I_3 = \frac{y_6}{y_3} \cdot 100$$

$$I_4 = \frac{y_7}{y_1} \cdot 100$$

$$I_5 = \frac{y_8}{y_2} \cdot 100$$

$$I_6 = \frac{y_9}{y_3} \cdot 100$$

$$I_7 = \frac{y_{n-2}}{y_1} \cdot 100$$

$$I_8 = \frac{y_{n-1}}{y_2} \cdot 100$$

$$I_9 = \frac{y_n}{y_3} \cdot 100$$



5. Para cada condición/tiempo calcular la media del factor I

$$\bar{y} = \frac{\sum I(\text{condición / tiempo})}{N}$$

$$I_1 = \frac{I_1 + I_2 + I_3}{3}$$

$$I_2 = \frac{I_4 + I_5 + I_6}{3}$$

$$I_3 = \frac{I_7 + I_8 + I_9}{3}$$

CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

La muestra es estable si el JC para la diferencia de la media con respecto a la media del análisis inicial incluye el valor de cero y/o la magnitud del efecto no exceda el 3%.

LÍMITE DE DETECCIÓN

1. Tomando en cuenta las 20 lecturas de absorbancia calcular la desviación estándar.
2. Determinar el límite de detección mediante la siguiente fórmula

$$LD = \frac{3SC}{\bar{X}}$$

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN

1. Tomando en cuenta las 20 lecturas de absorbancia calcular la desviación estándar.
2. Determinar el límite de detección mediante la siguiente fórmula

$$LD = \frac{10SC}{\bar{X}}$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Adriano, C. *Biogeochemistry of trace metals*. U.S.A: Lewis publishers, 1992: 20-370.
2. Albert, L. *Curso básico de toxicología ambiental*. México: Ed Limusa, 1995: 101-170.
3. Alloway, B. *Heavy metals in soil*. U.S.A: John Wiley and sons Inc, 1990: 19-26.
4. Argueta, A., Cano, L y Rodarte, M. *Atlas de las plantas de medicina tradicional Mexicana*. México: Instituto Nacional Indigenista, 1994: 167-169, 672-681 y 1372.
5. Barceló, J. y Ch, Poschenrieder. *Estrés vegetal inducido por metales pesados*. Investigación y ciencia, 1989; 154: 54-63.
6. Bender, G. *Métodos instrumentales de análisis en química clínica*. España: Ed Acribia, 1992: 103-124.
7. Brown, T. y E, Lemay. *Química la ciencia central*. 3^a ed. México: Prentice Hall, 1987: 128.
8. Bruhn, C., J, Neira., G, Valenzuela and J, Nobrega. *Determination of cadmium in hair and blood by tungsten coil electrothermal atomic absorption spectrometry with chemical modifiers*. Talanta, 1999; 48: 537-549.
9. Cañigueral, S., R, Vila y M, Wichtl. *Plantas medicinales y drogas vegetales para infusión y tisana*. España: Ed OEMF Internacional, 1998: 5, 36-37, 83-87 y 542-545.
10. Cardona, T. y H. Pérez. *Realización de Pruebas de desempeño de Cianuros, D.Q.O y Mercurio para la acreditación de un Laboratorio de Análisis de Aguas*. UNAM. FES Zaragoza, 2001: 7.
11. Carleton, F.J and J.P. Agalloco. *Validation of pharmaceutical processes*. 2^aed. New York: Edition Marcel dekker, 1999: 1-15.
12. Clark, W.G., D.C, Brater y A.R, Johnson. *Farmacología médica*. España: Ed Mosby, 1993: 743-744.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



13. Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biólogos. *Validación de métodos analíticos*. México, 1991: 1-76.
14. Cruz, D., J. Chamizo y A. Garritz. *Estructura atómica*. E.U.A: Addison Wesley Iberoamericana, 1991: 88-90,144.
15. De la Cruz, J. *Libellus de medicinalibus indorum herbis*. 2ªed. México. Ed Fondo de Cultura Económica, 1991 : VII-XX, 3-8.
16. Duffus, J. *Toxicología Ambiental*. Barcelona: Ed Omega, 1983 : 42-51.
17. Emsley, J. *The Elements*. 2ªed. Oxford: Clarendon Press, 1991: 36,37,102,103.
18. *Enciclopedia de Plantas Medicinales de México*: Ed del Valle de México. 1985: 11-16.
19. Estrada, E. *Lecturas para el diplomado internacional plantas medicinales de México*. 2ª ed. México: Universidad Autónoma de Chapingo, 1995: 29-30, 43-44.
20. Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos- Secretaría de Salud. 7ª ed. México, 2000: 310-312.
21. Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos. Secretaría de Salud. México, 2001: 19-24 y 52-54. Monografías : 5, 6, 11, 16, 17 y 24.
22. Friberg, L., G. Nordberg and V. Vouk. *Handbook on the Toxicology of Metals*. 2ª ed. New York: Ed Elsevier, 1990: 44-52, 133-134 y 300-301.
23. García, R.H. *Plantas curativas mexicanas*. México: Ed Panorama, 1995: 32,33,57,58,181,182.
24. Gaucher, G. *Tratado de pedología agrícola*. Barcelona: Ed Omega, 1971: 13,58,59,65.
25. Geiger, P., P. Federee and H. Sticher. *Reclamation of heavy metal-contaminated soil: Field studies and Germination Experiments*. J.Environ. Qual: 22.
26. Green, M. *A practical guide to analytical method validation*. Analytical Chemistry News, 1996; May : 305-309.
27. Gutiérrez, E. *Química Inorgánica*. España: Ed Reverté, 1991: 445-455.



28. Hardman, J., Limbird Lee., P, Molinoff., R, Ruddon y A, Goodman. *Las bases farmacológicas de la terapéutica*. 9ªed. México: Ed McGraw-Hill Interamericana, 1999: 1756-1761, 1770-1772.
29. Hein, M y S, Arena. *Fundamentos de Química*. México: Ed Thomson, 1997:90-204.
30. Hoffman, D., B, Rattner., A, Burton and J, Cairns. *Handbook of Ecotoxicology*. U.S.A: Lewis Publishers, 1995: 356-423.
31. Kabata, A. *Trace Elements in Soils and Plants*. 2ªed. U.S.A: Lewis Publishers Inc, 1992: 22-253.
32. Katzung, B.G. *Farmacología básica y clínica*. 4ªed. México: Editorial Manual Moderno, 1993: 744-746.
33. Keith, L., W, Crummett., J, Deegan., R, Libby., J, Taylor and G, Wentler. *Principles of Environmental Analysis*. Analytical Chemistry. 1983, 55, 2210-2218.
34. Lajunen, L. *Spectrochemical analysis by atomic absorption and emission*. Finlandia: The Royal Society of Chemistry, 1992: 40.
35. Larry, P. *Perspectives on analytical methods validation*. Pharmaceutical Thechnology, 1991: 108-141.
36. Long, G and J, Winefordner. *Limit of detection*. Analytical Chemistry, 1983; 55: 712-718.
37. Loué, A. *Los microelementos en agricultura*. Madrid: Mundi-Prensa, 1988: 220-342.
38. Lual. *Modelos estadísticos y validación de métodos analíticos*. Pharma News 1993, Primera, segunda, tercera y cuarta parte: 32-39, 24-25, 16-19, 26-28.
39. Mondragón, M. *Evaluación de los efectos provocados por los metales pesados(Cadmio y Zinc) en los géneros Flaxinus sp(fresno) y Eucalyptus sp(eucalipto). Así como en las propiedades del suelo bajo condiciones de invernadero durante el periodo Nov .85 a Oct. 86*. Tesis U.N.A.M, 1989.
40. Pérez, A. *El libro de oro de la salud natural*. México: Ed libros de oro 1990: 273.
41. Pietrzyk, D. *Química analítica*. México: Ed Interamericana, 1983: 180-183.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



42. Pravel, M., J. Gagnard and P. Gautier. *Plant analysis. As a guide to the nutrient requirements of temperate and tropical Crops*. U.S.A: Lavosier Publishing, 1987: 14-59.
43. Robinson, J. *Atomic spectroscopy*. Second edicion. New York: Marcel Dekker, 1996: 78.
44. Rubinson, J.F. y K.A. Rubinson. *Química Analítica*. México: Ed Pearson, 2000: 330-352.
45. Schauenberg, P y F. Paris. *Guía de las plantas medicinales*. 4ª ed. España: Ed Omega, 1980: 23-26.
46. Schlemmer, G and B. Radziuk. *Analytical graphite furnace atomic absorption spectrometry*. Alemania: Birkhauser Verlag, 1999: 15
47. Seminario de validación. Comité de la Facultad de Química de la Representación Estudiantil de la A.F.M..A.C. 1990.
48. Skoog, D.A y D. West. *Fundamentos de química analítica*. 4ª ed. Madrid: Ed Reverté, 1996: 648-706.
49. The United States Pharmacopeia. 24. USA, 2002: 2251-2252, 2315-2316, 2408-2276.
50. Vargas, S y J. Reynaga. *Evaluación epidemiológica de riesgos causados por agentes químicos ambientales*. México: Ed Limusa Noriega, 1990: 77-78 y 87-94.
51. Whittaker, R.M. *Química General*. México: Ed Continental, 1981: 121-126.
52. Wild, A. *Condiciones del suelo y desarrollo de las plantas según Russell*. Madrid: Mundi Prensa, 1992: 860.
53. Willard, H., L. Merritt, J. Dean y F. Settle. *Métodos instrumentales de análisis*. México: Editorial Iberoamérica, 1991: 219-248.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN