

# UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERETARO

ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS



## Determinación de Metales en Multivitamínicos por Espectrofotometría de Absorción Atómica



**T E S I S**  
QUE PARA OBTENER  
EL TÍTULO DE  
**QUIMICO**

*Biblioteca Central*  
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERETARO

P R E S E N T A  
Alfonso Valdez Gutiérrez.

QUERETARO, QRO.

SEPTIEMBRE 1978

No. Reg. H53623

.. TS

Clas. 545.812

V145d

"DETERMINACION DE METALES EN MULTIVITAMINICOS POR  
ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA"

ALFONSO VALDEZ GUTIERREZ

Agradezco a los Laboratorios Pfizer,-  
S.A. de C.V. al darme la oportunidad-  
de realizar este trabajo y al M. en C.  
José Marcolfo A. por su valioso y des  
interesada ayuda.

A mi esposa e hija

Blanca Estela y Ana Isabel

A mis padres y hermanos

Jesús, Juliana, Ma. Nieves y Ma. - -

Eugenia

A mi tía y abuelos

Gregoria y Guillermo

Agradecimientos Especiales:

Carlos Gil

J. Felipe Torres N.

Genaro Ortega

Thelma Trujillo

J. Jesús Venegas.

## I N D I C E

Resumen.....	I
Introducción.....	1
CAPITULO I.	
Generalidades sobre absorción atómica.....	3
Teoría.....	5
CAPITULO II.	
Descripción de características del equipo.....	8
CAPITULO III.	
Determinación de Cobre para el producto A-2.....	12
Cálculos para las 4 concentraciones problema.....	14
Cálculos obtenidos.....	16
Gráficas de concentración.....	20
Método estadístico.....	24
Gráfica de control.....	26
CAPITULO IV.	
Determinación de hierro para el producto A-1.....	30
Cálculos para las 4 concentraciones problema.....	32
Cálculos obtenidos.....	34
Gráfica de concentración.....	38
Método estadístico.....	42
Gráficas de control.....	44

## CAPITULO V.

Determinación de fierro para el producto B-1.....	48
Cálculos para las 4 concentraciones problema.....	49
Cálculos obtenidos.....	50
Gráficas de concentración.....	54
Método estadístico.....	58
Gráficas de control.....	60

## CAPITULO VI.

Determinación de fierro para el producto C-1.....	64
Cálculos para las 4 concentraciones problema.....	65
Cálculos obtenidos.....	67
Gráficas de concentración.....	71
Método estadístico.....	75
Gráficas de control.....	77

## CAPITULO VII.

Determinación de fierro para el producto D-1.....	81
Cálculos para las 4 concentraciones problema.....	82
Cálculos obtenidos.....	83
Gráficas de concentración.....	87
Método estadístico.....	91
Gráficas de control.....	93

## CAPITULO VIII.

Conclusiones.....	97
Bibliografía.....	100



## RESUMEN:

En el presente trabajo, se prueba un método de análisis rápido y sencillo, con un rango óptimo de trabajo y gran facilidad en la técnica de análisis para la determinación de trazas metálicas en multivitamínicos en polvo para llenar cápsulas de gelatina, usando la espectrofotometría de absorción atómica.

Además se realiza un análisis estadístico para determinar la confiabilidad (precisión y exactitud) del método estudiado.

## INTRODUCCION.

Debido a la necesidad de determinar cuantitativamente minerales en fórmulas farmacéuticas con mayor rapidez y exactitud, lo cual no es posible por las técnicas tradicionales, se optó por diseñar técnicas usando absorción atómica.

Estas técnicas, fueron diseñadas para determinar trazas de cobre y fierro, en multivitamínicos en polvo para llenar cápsulas de gelatina; ya que los métodos tradicionales son laboriosos y requieren tiempos de análisis prolongados, cuestión que en un laboratorio industrial de control de calidad no es funcional.

A estas técnicas propuestas, se les ha dado un soporte estadístico, con el objeto de conocer la variabilidad del método.

Los rangos óptimos del espectrofotómetro de absorción atómica, son de 2 a 8 ppm. para cobre y 2.5 a 10 ppm. para fierro y la sensibilidad típica de 0.04 ppm. para cobre y 0.062 ppm. para fierro.

La espectrofotometría de absorción atómica es usada en diferentes ramas de la ciencia con fines cuantitativos-

en la determinación de trazas metálicas en: agricultura --  
bioquímica, alimentos, química forense, geoquímica, meta--  
lúrgia, petroquímica, plásticos y fibras, aguas en general,  
cosméticos y productos farmacéuticos, etc.

## CAPITULO I

### GENERALIDADES SOBRE ABSORCION ATOMICA

#### Historia:

Aunque los principios básicos de la absorción atómica fueron conocidos por los astrónomos hace cerca de 150 años, sus aplicaciones a los análisis químicos cuantitativos principiaron alrededor de 1955.

La absorción atómica, es una técnica cuantitativa para la determinación de trazas de elementos en muestras analíticas, es precisa, fácil de usar y tiene amplios límites de detección, para esto, las muestras deben de estar en solución o en suspensión donde generalmente se requiere que se use agua como solvente o en su defecto solventes orgánicos como: metanol, etanol, acetona, benceno, cloroformo, - etc., y para disolver: Acidos como: ácido sulfurico, ácido clorhídrico, etc.; Alcalis: Hidroxido de Sodio e hidroxido de Potasio, etc. La densidad de las soluciones influyen - en una mayor o menor absorción de la muestra a través del capilar rumbo a la flama. En el mechero, por acción de la flama, se rompen las ligaduras de las moléculas, dando lugar a átomos elementales que son distribuidos en el área - de la flama, en esta forma, los átomos absorben radiación- visible o ultravioleta de una longitud de onda caracterís- tica para ca-

da elemento específico correspondiente a una transición electrónica del estado basal a uno excitado más elevado.

Usando las condiciones estandar de cada elemento, dados por el manual del espectrofotómetro de absorción atómica, se deben de tener los máximos cuidados de los siguientes parámetros de trabajo: corriente de la lampara, combustible soporte, tipo de flama, longitud de onda, abertura de paso de la banda espectral y tipo de oxidante usado, que generalente es aire.

En los análisis de absorción atómica, solamente se necesita una pequeña cantidad de muestra en solución, además de que se detectan cerca de 70 elementos a concentraciones del orden de microgramos por mililitro, todos con un amplio rango de concentración.

Los límites de detección de absorción atómica son mejores que otras técnicas instrumentales, la preparación de las muestras es relativamente fácil y los medios físicos o químicos son raramente usados, además que los estandares siguen el mismo proceso. Se tiene el caso de muestras sólidas, que son analizadas previa reducción a cenizas y disolución por ácidos o alcalís y llevados a cierto volumen antes de seguir el proceso de análisis.

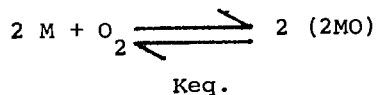
## TEORIA DE ABSORCION ATOMICA

La absorción atómica de cualquier elemento puede ser determinado si el elemento es reducido al estado atómico y la línea espectral es detectada por el instrumento.

Un elemento, en investigación generalmente absorbe solamente una línea de resonancia que corresponde a la transición entre el estado excitado y el estado estacionario.

Los elementos son transformados a vapor atómico por medio de una flama. Las flamas de oxi-acetileno y oxido-nitroso-acetileno son empleadas en el mechero, la segunda mezcla tiene la ventaja de proveer una alta temperatura.

La cantidad de oxígeno en la flama determina el grado de formación del oxido del elemento (MO), la facilidad de formación de oxidos varia de un metal o elemento a otros.



En una flama oxidante (exceso de oxígeno presente), - la formación de oxido de elemento debe ser a voluntad. En una flama en que hay más combustible que oxígeno la formación atómica del elemento M<sup>0</sup> es producido de la forma MO.

La flama provee dos tipos de energía: térmica y espectral. Igualmente las gotas de líquido y residuos formados en la evaporación absorben energía espectral emitida por - la flama.

Para trabajar en espectrofotometria de absorción atómica, se debe tener en cuenta la ley de Beer. Esta ley dice que la abosrbancia es proporcional a la concentración - para una trayectoria larga de absorción y que se representa como sigue:

$$I_f = I_o \quad C \quad - (k' C l)$$

donde:

$$\text{Log. } \frac{I_o}{I_f} = k' C l = \text{Absorbancia.}$$

siendo:

$I_o$  = Intensidad de radiación incidente.

$I_f$  = Intensidad de radiación transmitida.

$k'$  = Coeficiente de absorción de la longitud de onda.

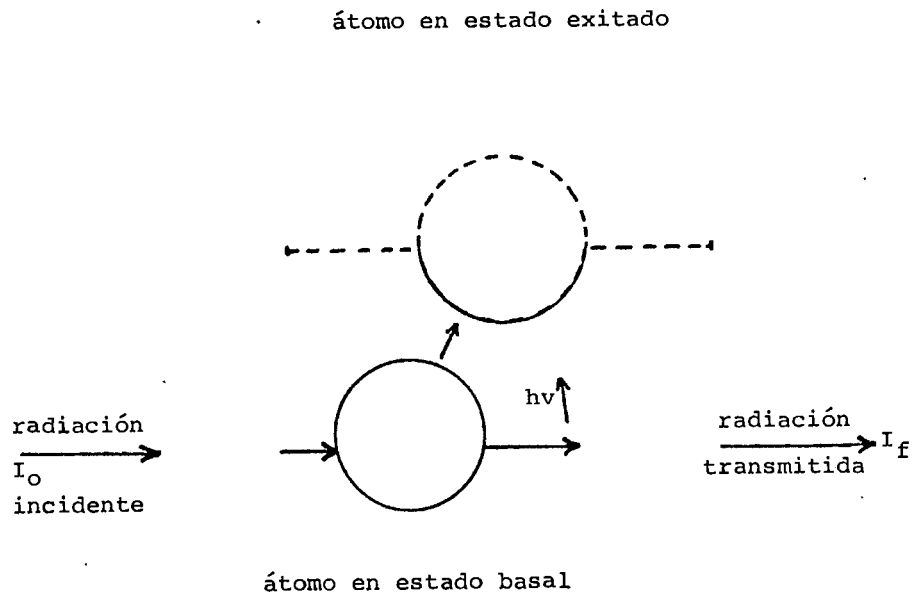
$C$  = Concentración de átomos absorbidos.

$l$  = Longitud de la trayectoria de absorción.

En la aplicación práctica, es innecesario determinar el valor para las constantes  $k'$  y  $l$ , porque la relación entre absorbancia y concentración es lineal, solamente es ne

cesario graficar las absorbancias de estandares conocidos-  
para obtener una recta.

esquema:





## CAPITULO II

### DESCRIPCION Y CARACTERISTICAS DEL EQUIPO

El equipo empleado, para la determinación de elementos, es un espectrofotómetro de absorción atómica, marca Varian Techtron modelo 1200, que consiste de las siguientes partes fundamentales y accesorios. ←

- 1.- Lámpara de cátodo hueco.
- 2.- Nebulizador y Cámara de Rocío.
- 3.- Mechero.
- 4.- Monocromador.
- 5.- Fotomultiplicador.
- 6.- Amplificador.
- 7.- Fuentes de poder.
- 8.- Control de Flujo y Selección de gases.

- 1.- Lámpara de cátodo hueco:

Las condiciones de trabajo de la lámpara de cátodo hueco, son dadas por el manual de condiciones estándar, para cada elemento, ya que esta proporciona la fuente de radiación adecuada, se usa una lámpara especial para cada elemento que consiste en su interior por un filamento que contiene el -

elemento a cuantificar; además de un ánodo y un cátodo cilíndrico, encerrado en una cámara de gas; al aplicarle un potencial eléctrico a los electrodos, se le crea una descarga de iones que son acelerados hacia el cátodo, dando lugar a la radiación característica del elemento.

Las lamparas se operan a corrientes bajas para mejorar la linealidad de respuestas, eliminando ruido para mantener líneas de absorción correctas.

## 2.- Nebulizador y Camara de rocío:

La muestra en solución, es absorbida por un tubo-capilar de polietileno especial, que esta conectado al nebulizador que es donde se produce el rocío y que es arrastrado por la mezcla de gases a presión hacia el quemador.

## 3.- Quemador y tipo de flama:

En el quemador, es donde se van a mezclar la muestra, el gas combustible y el gas oxidante, para provocar en la flama una temperatura elevada que provoca una reacción de reducción.

El quemador tiene dos funciones principales:

- a). Debe introducir la muestra dentro de la flama.
- b). Reducir el metal o elemento al estado atómico exitado.

Al introducir la muestra, se necesita una velocidad de flujo constante, tiene además, un dispositivo electrónico para provocar la chispa y encender la flama.

Para el tipo de flama y combustible a usar, se tienen dos mecheros diferentes, el de oxido nitróso-acetileno y el que se usa, que es de aire-acetileno, teniendo el quemador una abertura de flama de 10 cm. aproximadamente, por aquí pasará la radiación característica del elemento.

#### 4.- Monocromador:

El monocromador, es la parte más importante y tiene la finalidad de separar las líneas de absorción, dadas las condiciones de cada elemento.

#### 5.- Fotomultiplicador:

El fotomultiplicador, es el receptor de las diferentes señales de intensidad de las líneas de absorción y que son convertidas a impulsos eléctricos.

#### 6.- Amplificador:

El amplificador, es donde se aumenta en magnitud las señales provenientes del fotomultiplicador y que son transmitidas a una pantalla digital externa.

#### 7.- Registrador:

El registrador, es un aditamento que permite registrar gráficamente las señales recibidas del amplificador.

#### 8.- Fuentes de poder:

Las fuentes de poder, proporcionan la energía eléctrica necesaria y adecuada para el funcionamiento del espectrofotómetro.

#### 9.- Control de flujo y selección de gases:

El control de flujo de los gases y también su selección, corresponde a un dispositivo electrónico que permite modificar las condiciones de flujo de los gases a usarse, necesario para operar en condiciones óptimas de seguridad ya que si hay alguna falla en el flujo de gases automáticamente deja de funcionar el sistema total del quemador y el dispositivo electrónico, apagándose la flama.

### CAPITULO III

#### DETERMINACION DE COBRE PARA EL PRODUCTO A-2

La determinación analítica de cobre, que se presenta en este trabajo, se tomó de la mezcla de polvo antes de llenar las cápsulas de gelatina.

Del polvo, según los cálculos propuestos posteriormente se pesó una muestra lo más exacto posible y se llevó a un matraz volumétrico de 500 ml., después se le adicionaron 10 ml. de isopropanol, se puso a baño maría por 5 minutos, se enfrió y agregó 300 ml. de agua destilada, se adicionó con agitación constante en baño frío, 10 ml. de ácido sulfúrico concentrado, se aforó y filtró por papel filtro wattman #2, desechando los primeros 20 ml. del filtrado.

El filtrado anterior, está listo para ser leído en el espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian Techtron modelo 1200.

#### PREPARACION DEL STANDARD DE COBRE

Disolver 1.0000 g. de cobre metálico de pureza 99.99% con la mínima cantidad de ácido nítrico 1:1 y diluir a un-

matraz volumétrico de 1000 ml. con agua destilada (solución stock), esta solución tiene una concentración de 1000 ppm.

De la solución stock, transfiera una alícuota de 5 ml. a un matraz volumétrico de 50 ml. y afore con agua destilada.

Transfiera de la solución anterior, por medio de una bureta las siguientes alícuotas: 2, 3, 4, 5, 6, 7 y 8 ml., respectivamente, a matraces volumétricos de 100 ml., así tenemos concentraciones finales de 2 a 8 ppm. de cobre.

Las soluciones anteriores, muestras y estándares están en condiciones para leerse en un espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian Techtron modelo 1200 con las siguientes condiciones:

Longitud de onda	324.7 nm.
Abertura	0.2 nm.
Lampara	Cobre
Amperaje de lampara	3 mA.
Tipo de flama	Oxidante
Combustible	Acetileno
Oxidante	Aire
Rango óptimo de trabajo	2 a 8 ppm.

Grafique, las absorbancias de los estandares contra su concentración, para obtener una recta; las absorbancias de las muestras interpolarlas para saber su concentración y calcule así:

$$\frac{\text{ppm.muestra} \times \text{diluciones}}{\text{peso muestra en g.} \times 1000} = \text{mg./g. de Cobre}$$

### CALCULOS PARA LAS 4 CONCENTRACIONES

#### PROBLEMA DE COBRE EN A-2

Para la determinación de cobre se hicieron los siguientes cálculos teóricos de las muestras problema, para tener una concentración final de 4, 5, 6 y 7 ppm.

Sí cada 510.00 Kg. de polvo total, se encuentran 1.520 kg. de Sulfato de Cobre anhidro grado R.A., por lo tanto según el Index Merck:

$$\frac{1.520 \text{ Kg. de CuSO}_4}{510.00 \text{ Kg. polvo}} = 2.9803 \text{ mg./g. (teórico).}$$

si:

100 mg. CuSO <sub>4</sub>	_____	39.81 mg. Cu
1.520 mg. CuSO <sub>4</sub>	_____	X

---

$$X = 0.605112 \text{ mg. de Cobre (teórico).}$$

100 mg.  $\text{CuSO}_4$  \_\_\_\_\_ 39.81 mg. Cu

2.9803 mg.  $\text{CuSO}_4$  \_\_\_\_\_ X

---

X = 1.1842 mg. Cu (teórico).

entonces:

510.00 Kg. polvo \_\_\_\_\_ 0.605112 mg. de Cu.

X \_\_\_\_\_ (0.4), (0.5), (0.6), (0.7) mg. Cu.

---

$X_1$  (0.4) = (337.12 mg.) (5) = 1.6855 g.

$X_2$  (0.5) = (421.40 mg.) (5) = 2.1085 g.

$X_3$  (0.6) = (505.69 mg.) (5) = 2.5245 g.

$X_4$  (0.7) = (587.97 mg.) (5) = 2.9485 g.

Estos cuatro pesos teóricos calculados, son transferidos a matraces volumétricos de 500 ml. y seguir la técnica propuesta anteriormente. Se harán cuatro veces una muestra para que en total sean 16, que nos servirán para conocer la variabilidad del método, por medio de su método estadístico.



CALCULOS OBTENIDOS DE COBRE EN EL PRODUCTO A-2

ESTANDARES	las. MUESTRAS. (1)
ppm. = Absorbancias.	M = Absorbancias.
2 = 0.244	X(1) = 0.428
3 = 0.366	X(2) = 0.523
4 = 0.454	X(3) = 0.589
5 = 0.555	X(4) = 0.673
6 = 0.636	
7 = 0.721	
8 = 0.763	

cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(3.75 \text{ ppm.}) (500)}{(1.6847 \text{ g.}) (1000)} = 1.1426 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(4.75 \text{ ppm.}) (500)}{(2.1085 \text{ g.}) (1000)} = 1.1501 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.55 \text{ ppm.}) (500)}{(2.5251 \text{ g.}) (1000)} = 1.0989 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.4 \text{ ppm.}) (500)}{(2.9487 \text{ g.}) (1000)} = 1.0852 \text{ mg./g.}$$

Ver la. gráfica de concentración página 20.

## CALCULOS OBTENIDOS DE COBRE EN EL PRODUCTO A-2.

STANDARES 2as. MUESTRAS. (2)

ppm.=Absorbancias. M = Absorbancias.

$$2 = 0.225 \quad X(1) = 0.389$$

$$3 = 0.329 \quad X(2) = 0.504$$

$$4 = 0.439 \quad X(3) = 0.591$$

$$5 = 0.527 \quad X(4) = 0.676$$

$$6 = 0.618$$

$$7 = 0.715$$

$$8 = 0.804$$

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(3.63 \text{ ppm.}) (500)}{(1.6855 \text{ g.}) (1000)} = 1.0768 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(4.82 \text{ ppm.}) (500)}{(2.1090 \text{ g.}) (1000)} = 1.1427 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.75 \text{ ppm.}) (500)}{(2.5249 \text{ g.}) (1000)} = 1.1389 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.60 \text{ ppm.}) (500)}{(2.9485 \text{ g.}) (1000)} = 1.1192 \text{ mg./g.}$$

Ver 2a. gráfica de concentración página 21.

## CALCULOS OBTENIDOS DE COBRE EN EL PRODUCTO A-2

STANDARES	3as. MUESTRAS (3)
ppm. = Absorbancias.	M = Absorbancias.
2 = 0.225	X(1) = 0.405
3 = 0.329	X(2) = 0.506
4 = 0.439	X(3) = 0.571
5 = 0.527	X(4) = 0.673
6 = 0.618	
7 = 0.715	
8 = 0.804	

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(3.85 \text{ ppm.}) (500 \text{ ml.})}{(1.6857 \text{ g.}) (1000)} = 1.1419 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(4.85 \text{ ppm.}) (500 \text{ ml.})}{(2.1089 \text{ g.}) (1000)} = 1.1498 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.55 \text{ ppm.}) (500 \text{ ml.})}{(2.5245 \text{ g.}) (1000)} = 1.0992 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.60 \text{ ppm.}) (500 \text{ ml.})}{(2.9483 \text{ g.}) (1000)} = 1.1192 \text{ mg./g.}$$

Ver 3a. gráfica de concentración página 22.

## CALCULOS OBTENIDOS DE COBRE EN EL PRODUCTO A-2

STANDARES

4as. MUESTRAS (4)

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

2 = 0.224

X(1) = 0.449

3 = 0.337

X(2) = 0.546

4 = 0.459

X(3) = 0.648

5 = 0.567

X(4) = 0.734

6 = 0.668

7 = 0.769

8 = 0.853

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(4.0 \text{ ppm.}) (500 \text{ ml.})}{(1.6859 \text{ g.}) (1000)} = 1.1863 \text{ mg./g.}$$

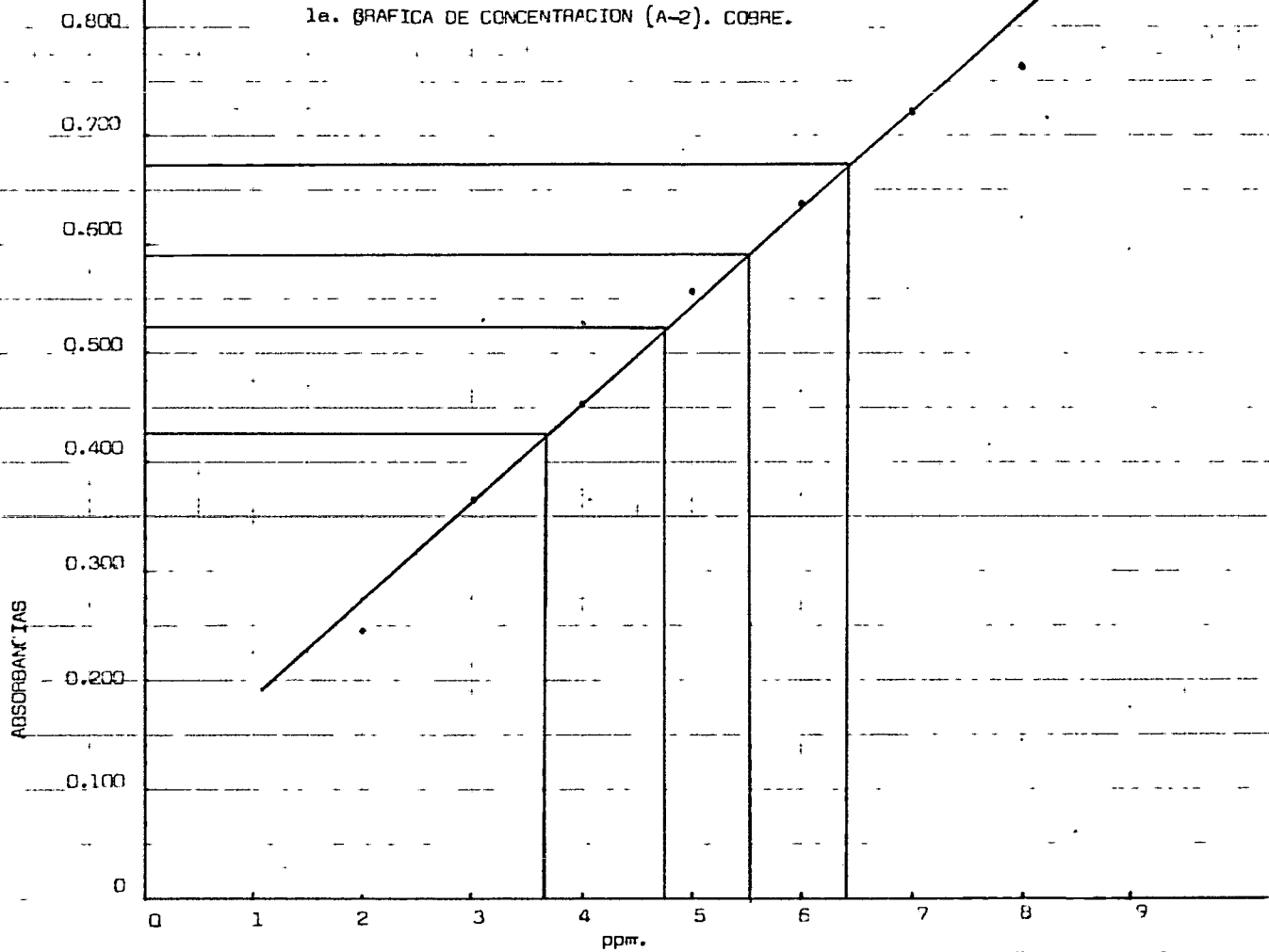
$$2.- \frac{(4.9 \text{ ppm.}) (500 \text{ ml.})}{(2.1087 \text{ g.}) (1000)} = 1.1618 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.80 \text{ ppm.}) (500 \text{ ml.})}{(2.5247 \text{ g.}) (1000)} = 1.1486 \text{ mg./g.}$$

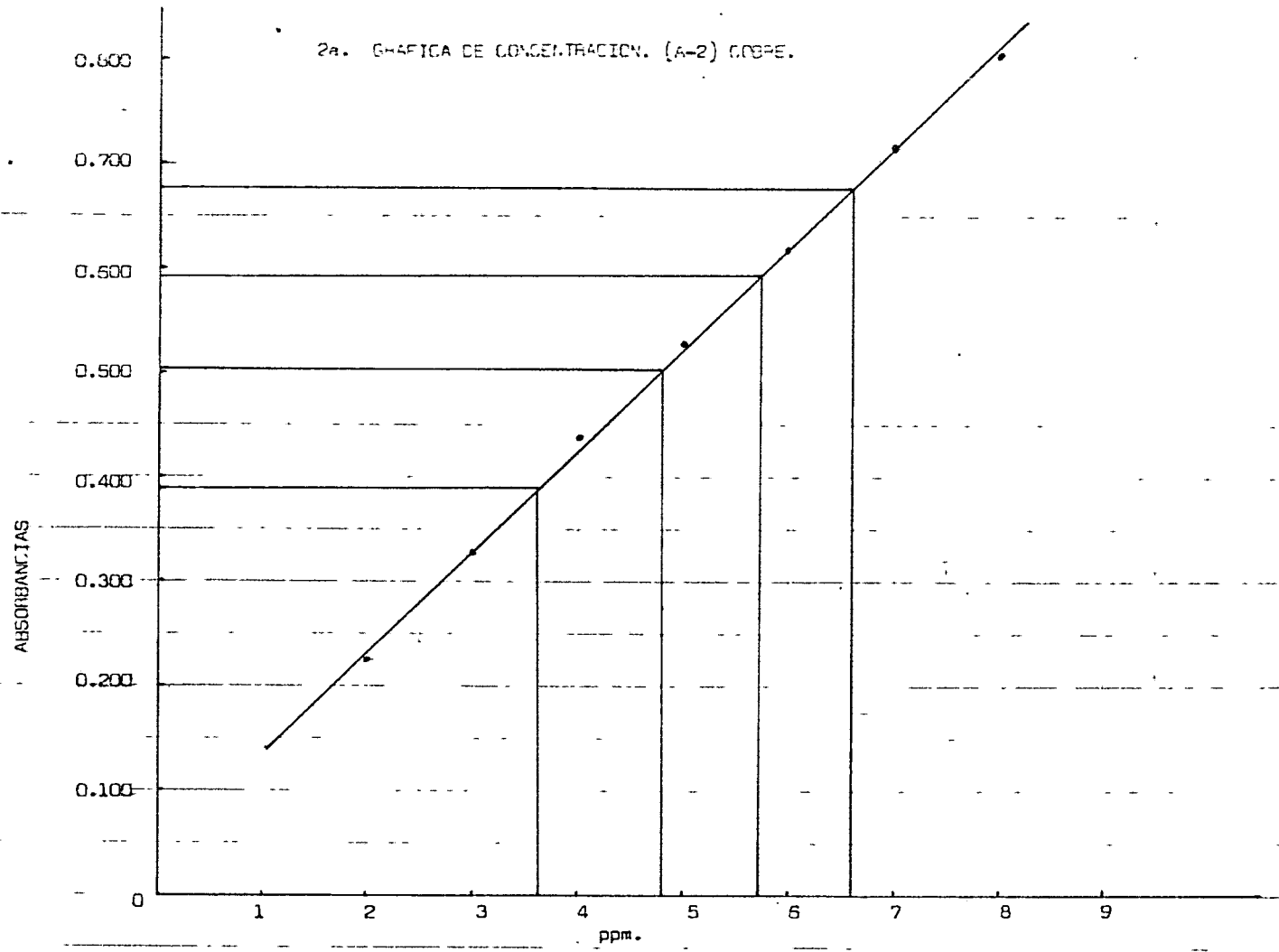
$$4.- \frac{(6.60 \text{ ppm.}) (500 \text{ ml.})}{(2.9483 \text{ g.}) (1000)} = 1.1362 \text{ mg./g.}$$

Ver 4a. gráfica de concentración página 23.

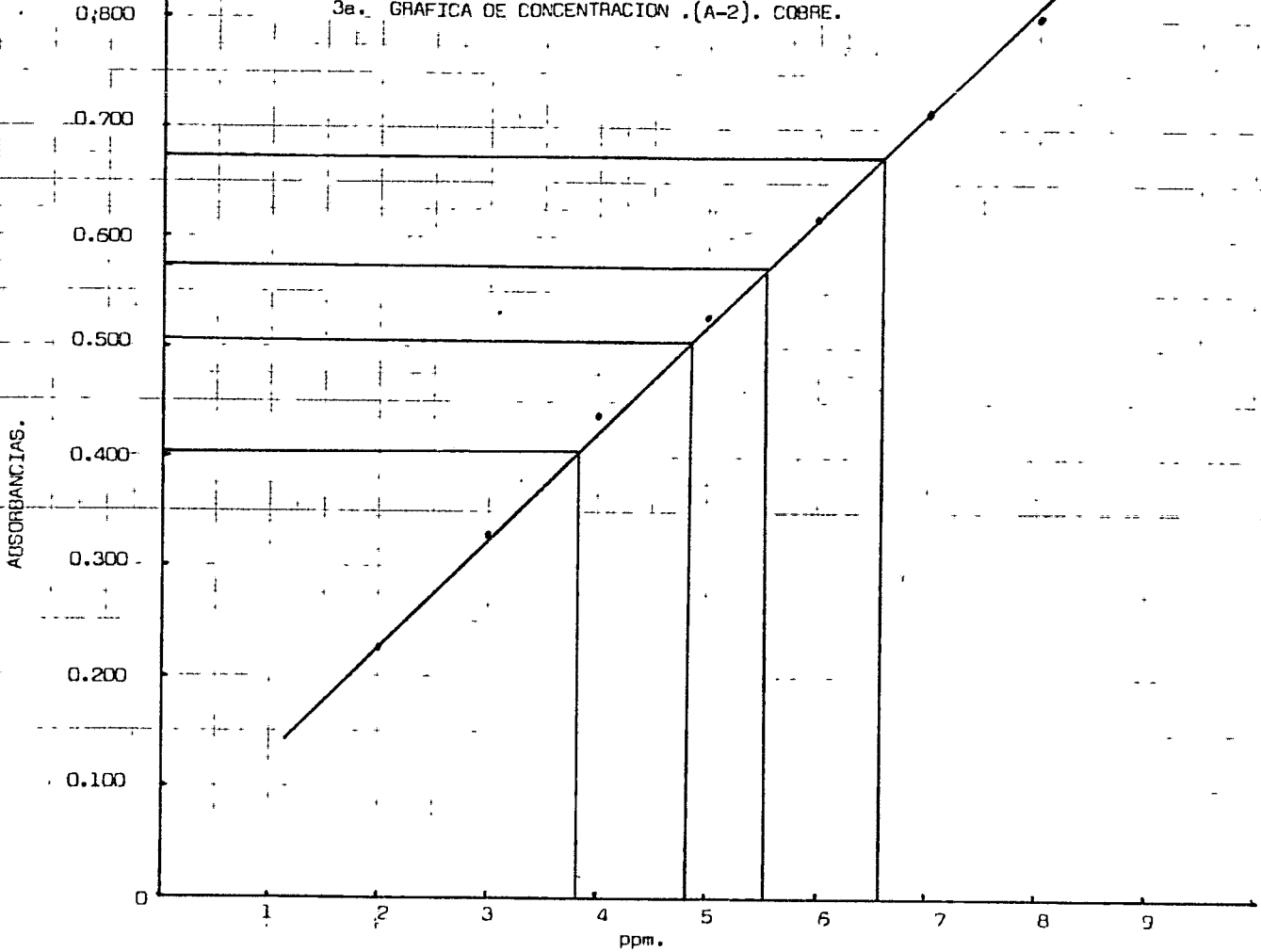
1a. GRAFICA DE CONCENTRACION (A-2). COBRE.



2a. GRAFICA DE CONCENTRACION. (A-2) COBRE.

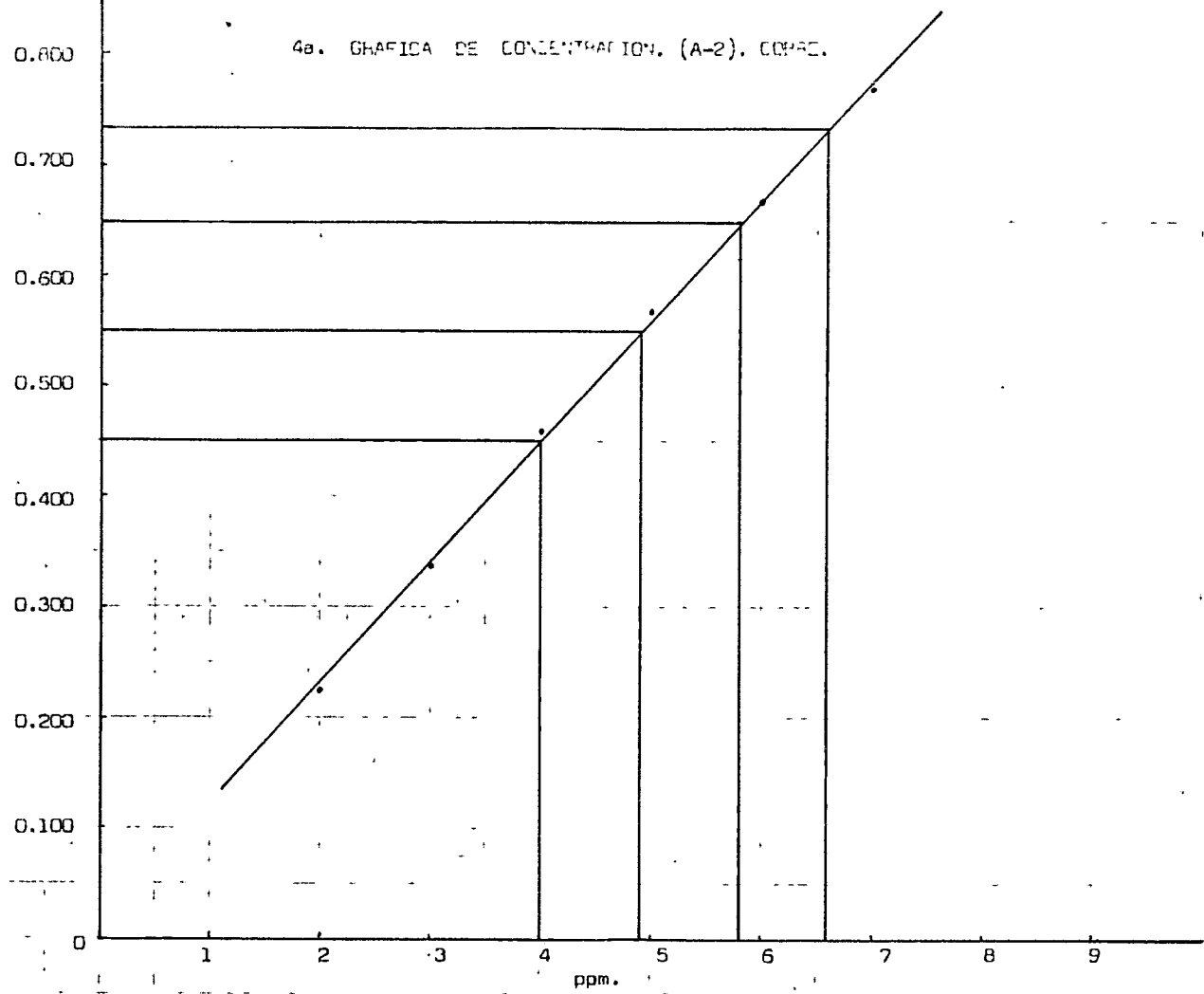


3a. GRAFICA DE CONCENTRACION (A-2). COBRE.



4a. GRAFICA DE CONCENTRACION. (A-2), COPRE.

ABSORBANCIAS





METODOS ESTADISTICOS PARA COBRE EN EL PRODUCTO A-2

4 ppm. PESO(g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	$(X-\bar{X})$	$(X-\bar{X})^2$
1.6847	1.9249	1.9153	0.9950	0.0023	0.00000529
1.6855	1.8749	1.9162	1.0220	-0.0293	0.00085849
1.6857	1.9249	1.9164	0.9955	0.0028	0.00000784
1.6859	1.9999	1.9166	<u>0.9583</u>	-0.0344	<u>0.00118336</u>
			X= 3.9708		0.00205498
			X = 0.9927		

Desviación Estandar = 0.02617

95 % Límites de Confianza = 0.9510 y 1.0343

5 ppm. PESO(g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	$(X-\bar{X})$	$(X-\bar{X})^2$
2.1085	2.4249	2.4270	1.0008	0.0008	0.00000064
2.1090	2.4099	2.4276	1.0073	0.0073	0.00005329
2.1089	2.4248	2.4275	1.0011	0.0011	0.00000121
2.1087	2.4498	2.4273	<u>0.9908</u>	-0.0092	<u>0.00008464</u>
			4.0000		0.00013978
			$\bar{X}$ = 1.0000		

Desviación Estandar = 0.00682

95 % Límites de Confianza = 0.9891 y 1.0108

6 ppm. <u>PESO(g.)</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
2.5251	2.7748	2.8313	1.0203	0.019975	0.000399
2.5249	2.8748	2.8311	0.9847	-0.015625	0.000244
2.5245	2.7749	2.8307	1.0201	0.019775	0.000391
2.5247	2.8998	2.8309	<u>0.9762</u>	-0.024125	<u>0.000582</u>
			4.0013		0.001616
			$\bar{X}$ = 1.000325		

Desviación Estandar = 0.0232

95 % Límites de Confianza = 0.96342 y 1.0372

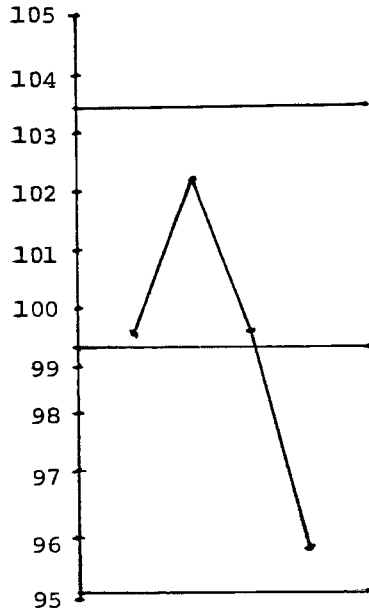
7 ppm. <u>PESO(g.)</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
2.9487	3.1999	3.2876	1.0274	0.0271	0.0007
2.9485	3.2999	3.2874	0.9962	-0.0040	0.000016
2.9483	3.2997	3.2872	0.9962	-0.0040	0.000016
2.9483	3.3498	3.2872	<u>0.9813</u>	-0.0189	<u>0.000357</u>
			4.0011		0.001089
			$\bar{X}$ = 1.0002		

Desviación Estandar = 0.019052

95 % Límites de Confianza = 0.9699 y 1.0304.

Ver gráficas de control, páginas 26, 27, 28 y 29.

## GRAFICA DE CONTROL PARA COBRE A-2 (1).



$$x_1 = 99.50$$

$$x_2 = 102.20$$

$$x_3 = 99.55$$

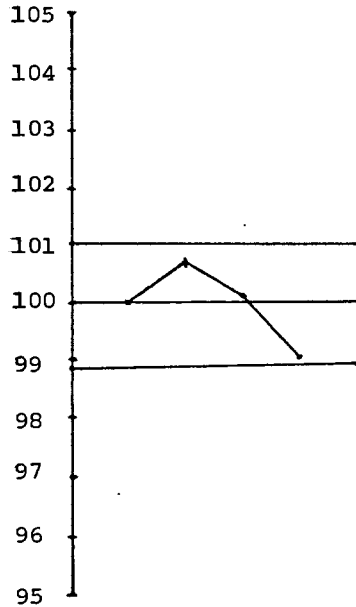
$$x_4 = 95.83$$

$$\bar{x} = 99.27$$

$$\text{Límite superior} = 103.43$$

$$\text{Límite inferior} = 95.10$$

GRAFICA DE CONTROL A-2. (COBRE). (2)



$$X_1 = 100.08$$

$$X_2 = 100.73$$

$$X_3 = 100.11$$

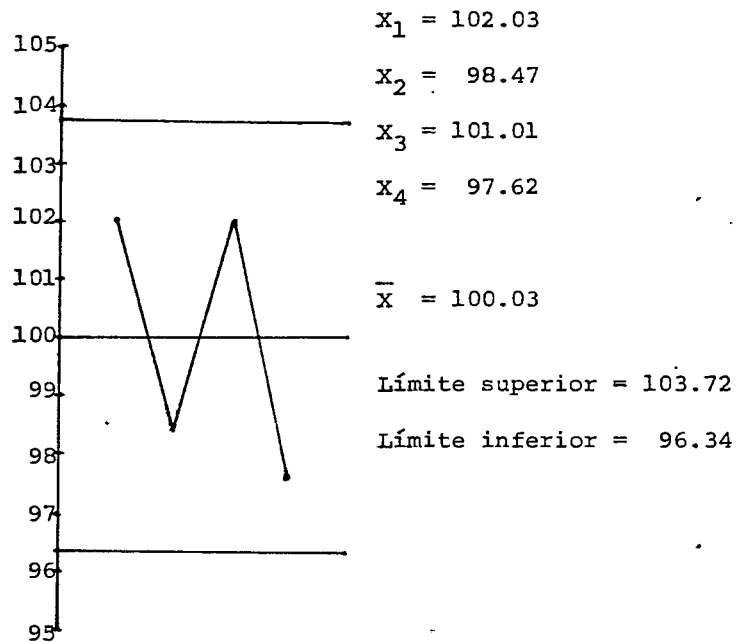
$$X_4 = 99.08$$

$$\bar{X} = 100.00$$

Límite superior = 101.08

Límite inferior = 98.91

## GRAFICA DE CONTROL PARA A-2 COBRE (3)



GRAFICA DE CONTROL PARA A-2 COBRE (4).

$$X_1 = 103.74$$

$$X_2 = 99.62$$

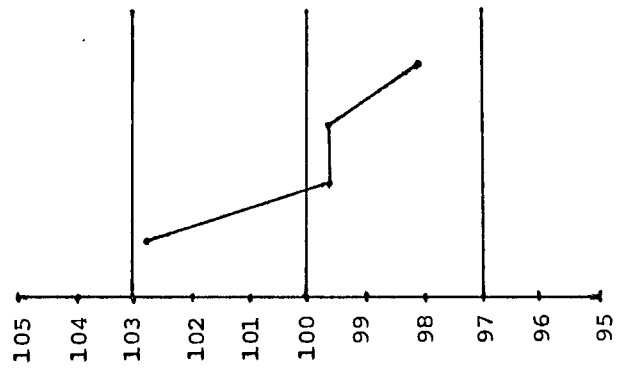
$$X_3 = 99.62$$

$$X_4 = 98.13$$

$$\bar{X} = 100.02$$

Límite superior = 103.04

Límite inferior = 96.99



#### CAPITULO IV

##### DETERMINACION DE FIERRO PARA EL PRODUCTO A-1.

La determinación analítica de fierro, se tomó de la mezcla de polvo antes de llenar las cápsulas de gelatina.

Del polvo, según los calculos propuestos posteriormente, se pesó una muestra lo más exacto posible y se llevó a un matraz volumétrico de 1000 ml., después se le adicionaron 10 ml. de isopropanol, se puso a baño maría por 5 minutos, se enfrió y agregó 300 ml. de agua destilada, se adicionó con agitación constante en baño frío, 10 ml. de ácido sulfúrico concentrado, se aforó y filtró por papel filtro wattman # 2, desechando los primeros 20 ml. del filtrado.

El filtrado anterior esta listo para ser leído el espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian Techtron modelo 1200.

##### PREPARACION ESTANDARD DE FIERRO

Disolver 1.000 g. de fierro metálico en 20 ml. de ácido clorhídrico 1:1 y diluya a un matraz volumétrico de 1000 ml. (solución stock), esta solución tiene una concen-

tración de 1000 ppm.

Transfiera de la solución anterior, 5 ml. a un matraz volumétrico de 50 ml. y aforé con agua destilada.

De la solución anterior, por medio de una bureta tome las siguientes alícuotas: 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9 ml. a matraces volumétricos de 100 ml. y afore con agua destilada.

Estas soluciones standard tienen una concentración final de 3 a 9 ppm. de fierro, respectivamente.

Las soluciones anteriores, muestras y estandares es--tan en condiciones para leerse en un espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian Techtron modelo 1200, con - las siguientes condiciones:

Longitud de onda	248.3 nm.
Abertura	0.2 nm.
Lampara	Fierro
Amparaje de lampara	5 mA.
Tipo de flama	Oxidante
Combustible	Acetileno
Oxidante	Aire
Rango óptimo de trabajo	3 a 10 ppm.



Grafique, las absorbancias de los estandares contra su concentración, para obtener una recta. Las absorbancias de las muestras interpolarlas para saber su concentración y calcule así:

$$\frac{\text{ppm. muestra} \times \text{diluciones}}{\text{peso de muestra} \times 1000} = \text{mg./g. de fierro.}$$

CALCULOS PARA LAS 4 CONCENTRACIONES. PROBLEMA

DE FIERRO EN A-1.

Para la determinación de fierro, se hicieron los siguientes cálculos teóricos de las muestras problema, para tener concentraciones finales de 4, 5, 6 y 7 ppm. de fierro.

Si en cada 510.00 Kg. de polvo, se tiene 20.190 Kg. de Sulfato Ferroso desecado U.S.P., por lo tanto, según el Index-Merck:

100 mg. FeSO <sub>4</sub>	_____	36.77 mg. Fe
39.5882 mg. FeSO <sub>4</sub>	_____	X

$$X = 14.5565 \text{ mg. Fe}$$

20.190 kg. Sulfato ferroso desecado = 39.5882 mg./g. de fierro  
510.00 kg. polvo

si:

100 mg. Sulfato Ferroso - \_\_\_\_\_ 36.77 mg. de Fierro

20.190 mg. Sulfato Ferroso \_\_\_\_\_ X

---

X = 7.4238 mg. de fierro.

entonces:

510.00 kg. polvo total \_\_\_\_\_ 7.4238 mg. de fierro

X \_\_\_\_\_ (4), (5), (6), (7) mg. de Fe.

---

$X_1 = 274.79$  mg.

$X_2 = 343.48$  mg.

$X_3 = 412.18$  mg.

$X_4 = 480.88$  mg.

Estos cuatro pesos teóricos calculados, son transferidos a matraces volumétricos de 1000 ml.. y seguir la técnica propuesta anteriormente. Se harán cuatro veces cada - muestra para que en total sean 16 y que nos sirvan para conocer la variabilidad del método por medio de su método estadístico.

CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO A-1.

ESTANDARES	las. MUESTRAS (1)
ppm. = Absorbancias	M = Absorbancias.
3 = 0.096	X(1) = 0.122
4 = 0.121	X(2) = 0.160
5 = 0.154	X(3) = 0.181
6 = 0.185	X(4) = 0.211
7 = 0.211	
8 = 0.228	
9 = 0.262	

Cálculos corregidos de la gráfica:

- 1.-  $\frac{(3.92 \text{ ppm. de fierro}) (1000 \text{ ml.})}{(0.2745 \text{ g.}) (1000)} = 14.2805 \text{ mg./g.}$
- 2.-  $\frac{(5.30 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.3437 \text{ g.}) (1000)} = 15.4204 \text{ mg./g.}$
- 3.-  $\frac{(6.10 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.4124 \text{ g.}) (1000)} = 14.7914 \text{ mg./g.}$
- 4.-  $\frac{(7.18 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.4799 \text{ g.}) (1000)} = 14.9614 \text{ mg./g.}$

Ver la. gráfica de concentración, página 38.

## CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO A-1.

STANDARES DE FIERRO.

2as. MUESTRAS (2).

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

3 = 0.094

X(1) = 0.119

4 = 0.126

X(2) = 0.144

5 = 0.161

X(3) = 0.178

6 = 0.194

X(4) = 0.197

7 = 0.222

8 = 0.251

9 = 0.280

Cálculos corregidos de la gráfica.

$$1.- \frac{(3.75 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.2749 \text{ g.}) (1000)} = 13.6413 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(4.50 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.3439 \text{ g.}) (1000)} = 13.0852 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.65 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.4126 \text{ g.}) (1000)} = 13.6936 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.25 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.4807 \text{ g.}) (1000)} = 13.0018 \text{ mg./g.}$$

Ver 2a. gráfica de concentración, página 39.

# *Química Central*

## AUTONOMÍA DE QUERETARO CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO A-1.

STANDARES DE FIERRO                      3as. MUESTRAS (3)

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

$$3 = 0.103$$

$$X(1) = 0.118$$

$$4 = 0.130$$

$$X(2) = 0.139$$

$$5 = 0.169$$

$$X(3) = 0.163$$

$$6 = 0.206$$

$$X(4) = 0.192$$

$$7 = 0.231$$

$$8 = 0.258$$

$$9 = 0.285$$

Cálculos corregidos de la gráfica.

$$1.- \frac{(3.50 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.2751 \text{ g.}) (1000)} = 12.7226 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(4.15 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.3434 \text{ g.}) (1000)} = 12.0850 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(4.95 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.4116 \text{ g.}) (1000)} = 12.0262 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(5.90 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.4800 \text{ g.}) (1000)} = 12.2916 \text{ mg./g.}$$

Ver 3a. gráfica de concentración, página 40.

## CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO A-1.

STANDARES DE FIERRO                      4as. MUESTRAS (4)

ppm. = Absorbancias.                      M = Absorbancias.

$$3 = 0.094 \qquad X(1) = 0.112$$

$$4 = 0.118 \qquad X(2) = 0.141$$

$$5 = 0.163 \qquad X(3) = 0.166$$

$$6 = 0.199 \qquad X(4) = 0.192$$

$$7 = 0.220$$

$$8 = 0.251$$

$$9 = 0.272$$

Cálculos corregidos de la gráfica.

$$1.- \frac{(3.50 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.2747 \text{ g.}) (1000)} = 12,7411 \text{ mg./g.}$$

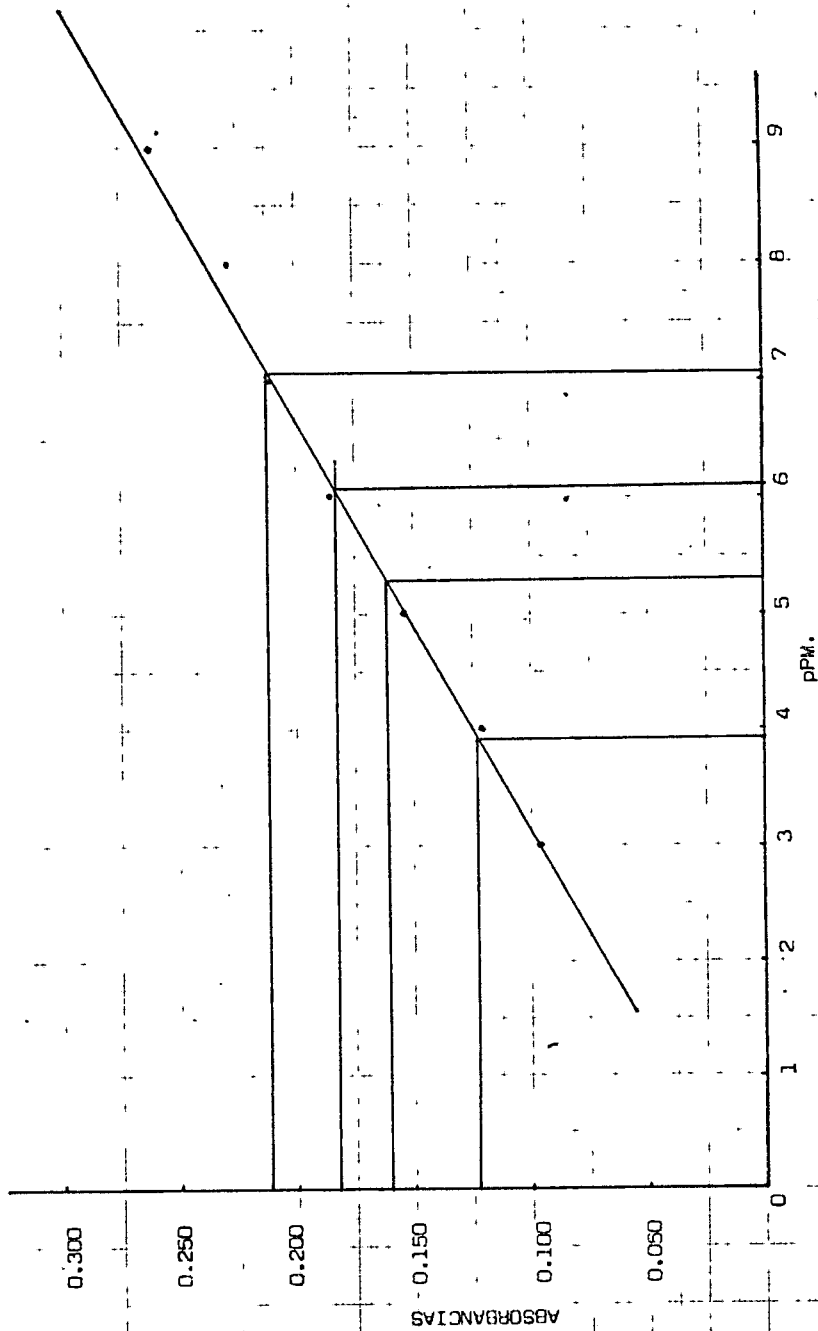
$$2.- \frac{(4.43 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.3437 \text{ g.}) (1000)} = 12.8891 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.20 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.4124 \text{ g.}) (1000)} = 12.6091 \text{ mg./g.}$$

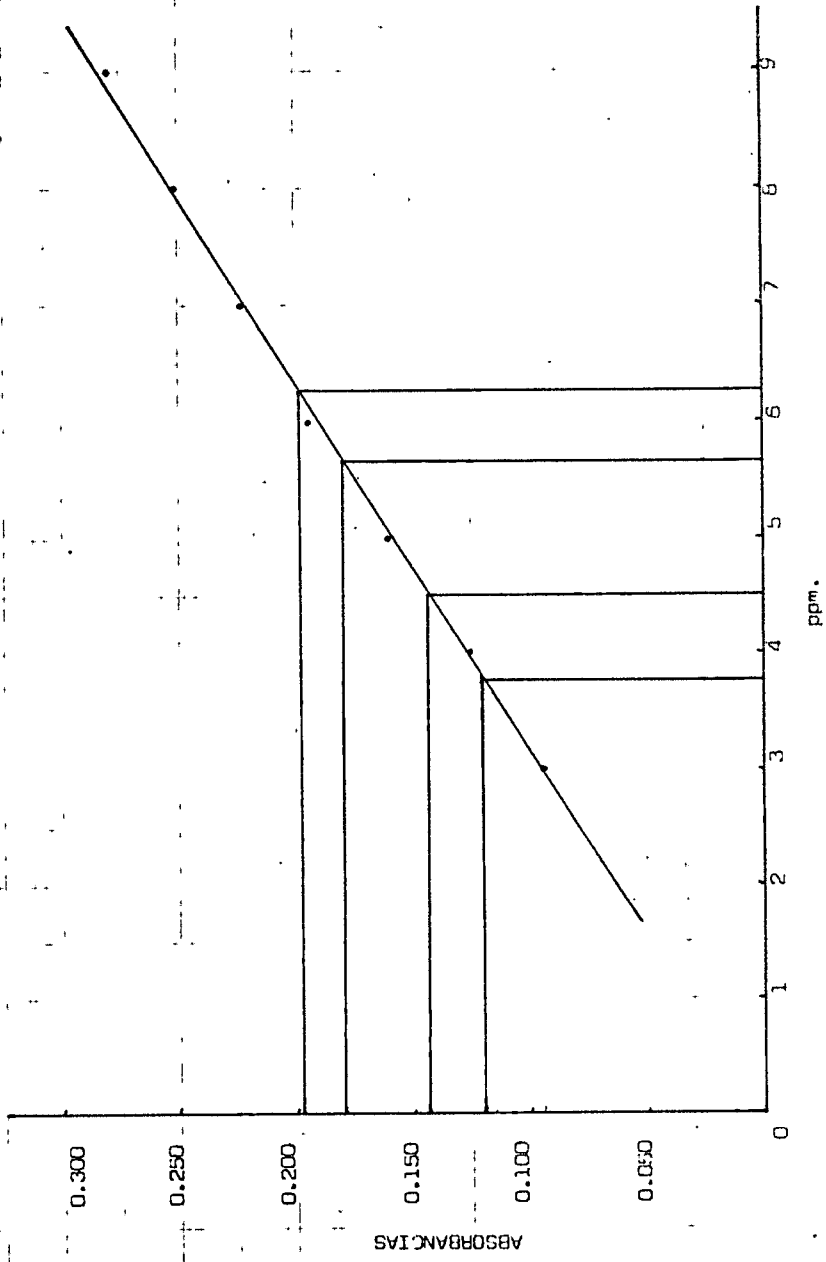
$$4.- \frac{(6.14 \text{ ppm. de Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.4812 \text{ g.}) (1000)} = 12.7597 \text{ mg./g.}$$

Ver 4a. gráfica de concentración, página 41.

1a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN A-1.

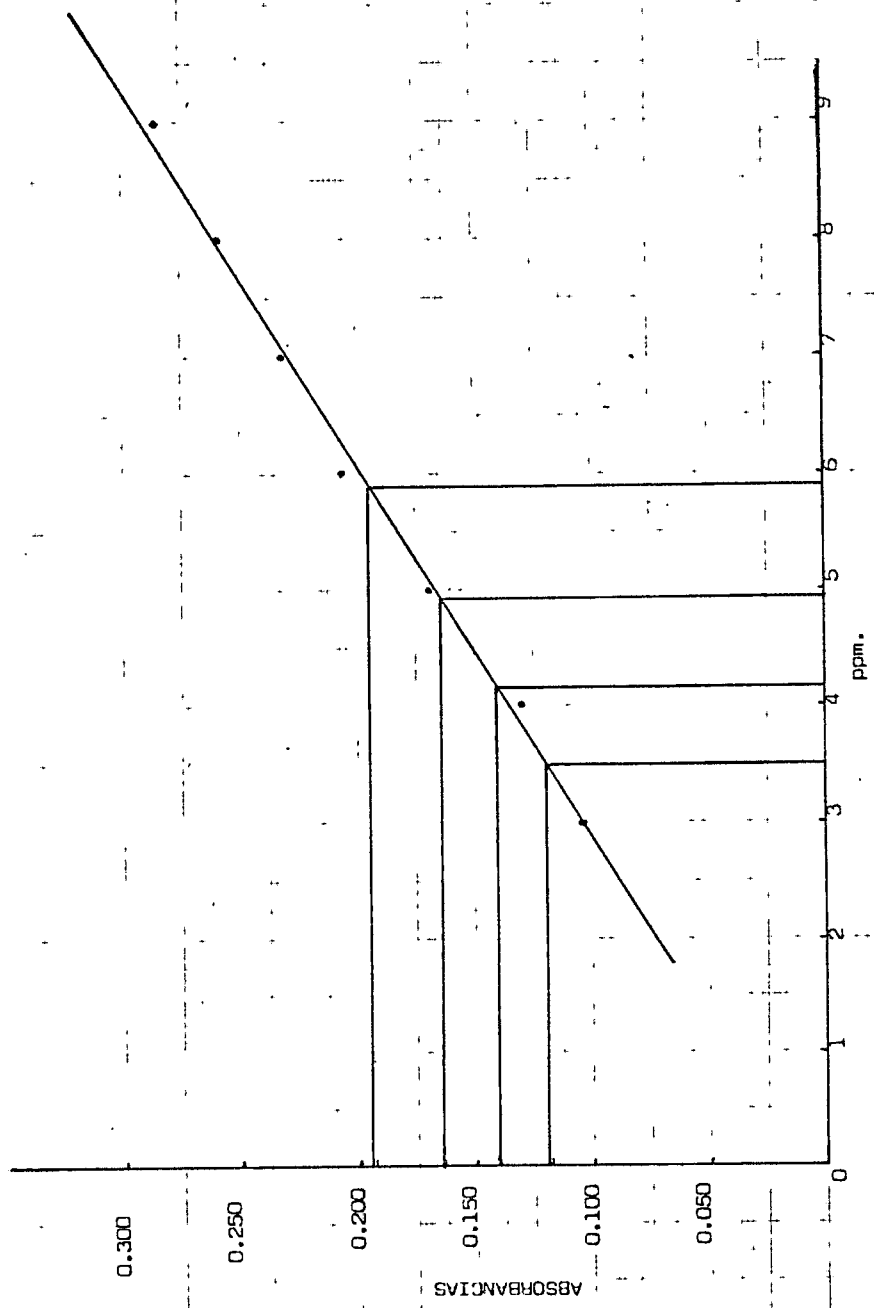


2a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO. en A-1.

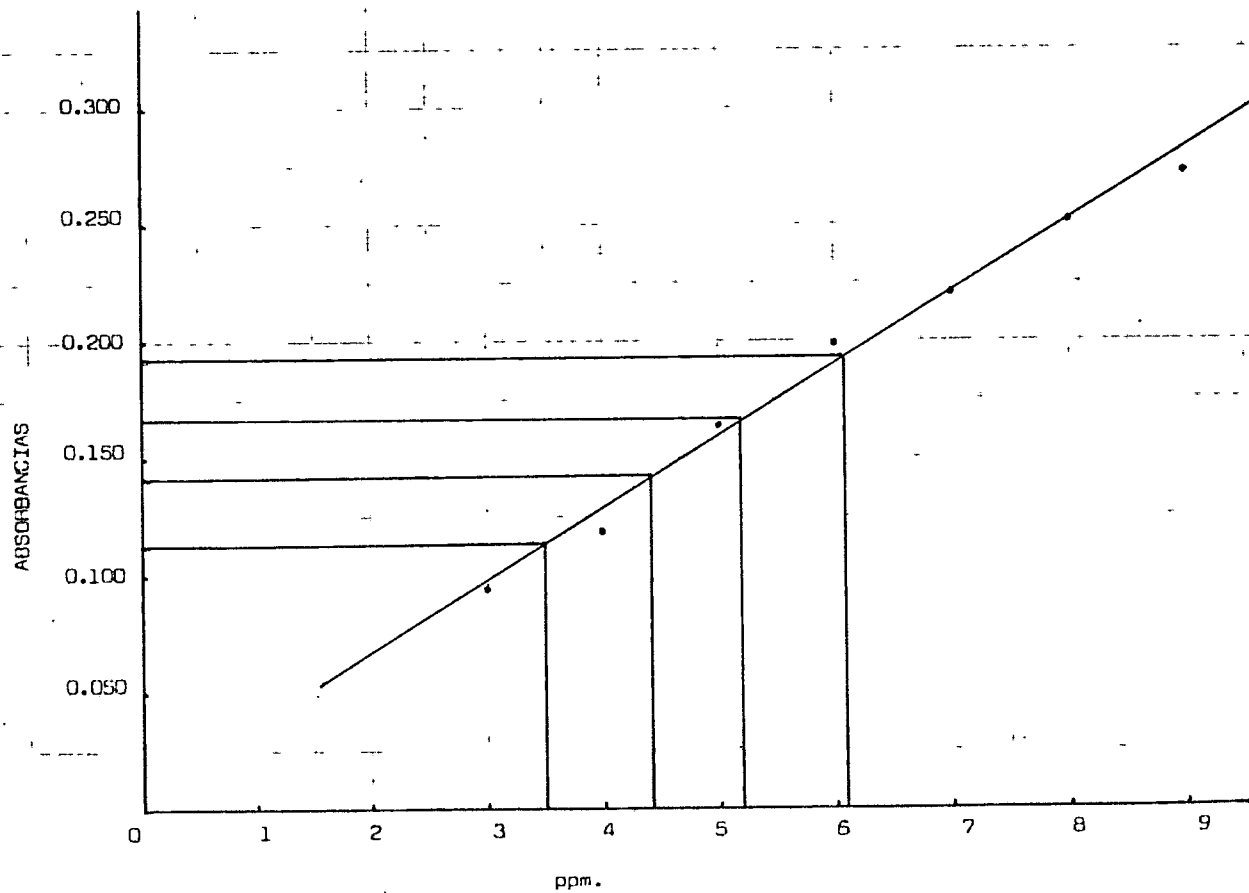




3a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN (A -1).



4a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN (A-1).



METODO ESTADISTICO PARA FIERRO EN EL PRODUCTO A-1.

4 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
0.2745	3.9199	3.6635	0.9345	-0.0678	0.0045968
0.2749	3.7499	3.6688	0.9783	-0.0240	0.0005760
0.2751	3.4999	3.6715	1.0490	0.0467	0.0021808
0.2747	3.4999	3.6662	<u>1.0475</u>	0.0452	<u>0.0020430</u>
			4.0093		0.0093968

$$\bar{X} = 1.0023$$

Desviación Estandard = 0.05597

95 % Límites de Confianza = 0.9133 y 1.0912

5 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
0.3437	5.2999	4.5952	0.8670	-0.1410	0.019881
0.3439	4.5000	4.5979	1.0217	0.0137	0.000187
0.3434	4.1499	4.5912	1.1063	0.0983	0.009663
0.3437	4.4299	4.5952	<u>1.0373</u>	0.0293	<u>0.000858</u>
			4.0323		0.030599

$$\bar{X} = 1.0080$$

Desviación Estandard = 0.10097

95 % Límites de Confianza = 0.8474 y 1.1685.

6 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
0.4124	6.0999	5.4767	0.8979	-0.10845	0.0117614
0.4126	5.6499	5.4793	0.9698	-0.03645	0.0013286
0.4116	4.9499	5.4660	1.1042	0.09795	0.0095942
0.4124	5.1999	5.4767	<u>1.0532</u>	0.04695	<u>0.0022043</u>
			4.0250		0.0248885

$$\bar{X} = 1.00625$$

Desviación Estandar = 0.091083

95 % Límites de Confianza = 0.8614 y 1.1510

7 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
0.4799	7.1799	6.3604	0.8858	-0.1197	0.014328
0.4807	6.2499	6.3710	1.0193	0.0138	0.000190
0.4800	5.8999	6.3617	1.0782	0.0727	0.005285
0.4812	6.1399	6.3776	<u>1.0387</u>	0.0332	<u>0.001102</u>
			4.0220		0.020905

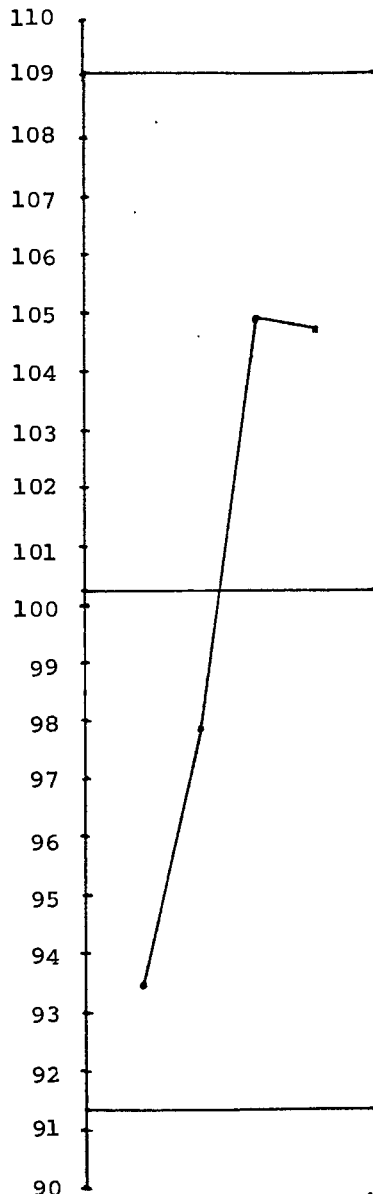
$$\bar{X} = 1.0055$$

Desviación Estandar = 0.08348

95% Límites de Confianza = 0.8727 y 1.1382

Ver gráficas de control, páginas 44, 45, 46 y 47.

## GRAFICA DE CONTROL PARA A-1 FIERRO (1).



$$X_1 = 93.45$$

$$X_2 = 97.83$$

$$X_3 = 104.90$$

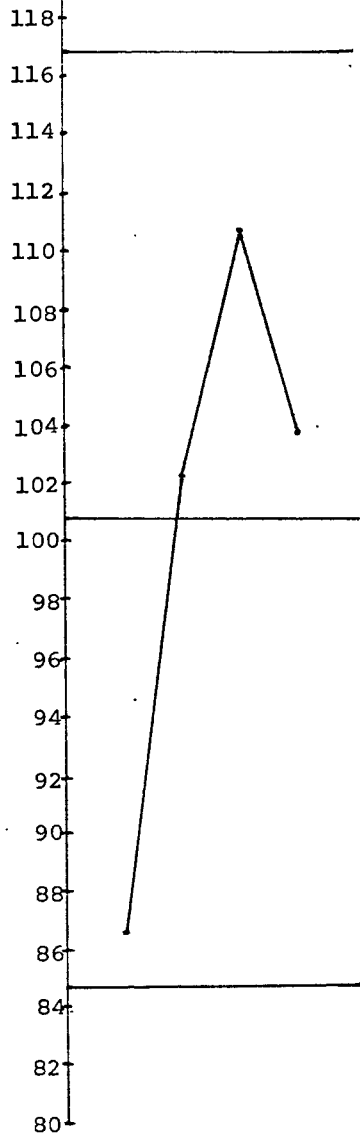
$$X_4 = 104.75$$

$$\bar{X} = 100.23$$

$$\text{Límite superior} = 109.32$$

$$\text{Límite inferior} = 91.33$$

## GRAFICA DE CONTRAOL PARA A-1 (FIERRO). (2).



$$x_1 = 86.70$$

$$x_2 = 102.17$$

$$x_3 = 110.63$$

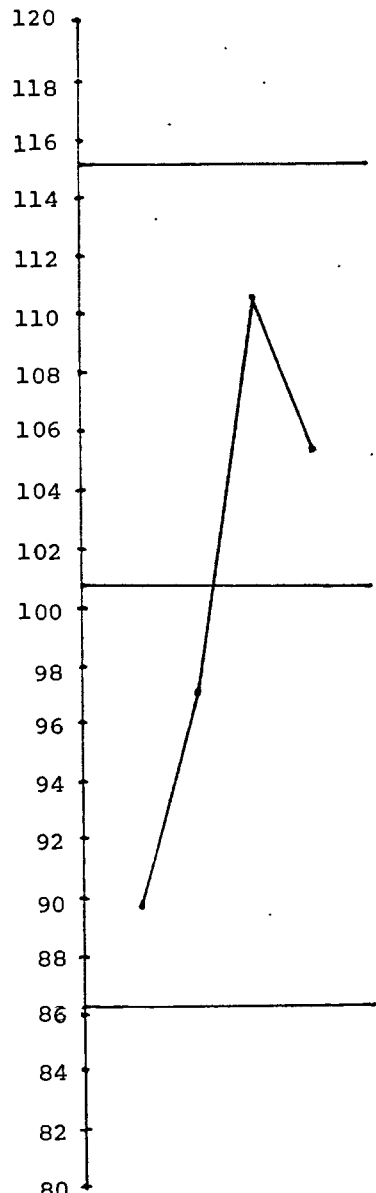
$$x_4 = 103.73$$

$$x_5 = 100.80$$

Límite superior = 116.85

Límite inferior = 84.74

## GRAFICA DE CONTROL PARA A-1 (FIERRO).(3)



$$X_1 = 89.78$$

$$X_2 = 96.98$$

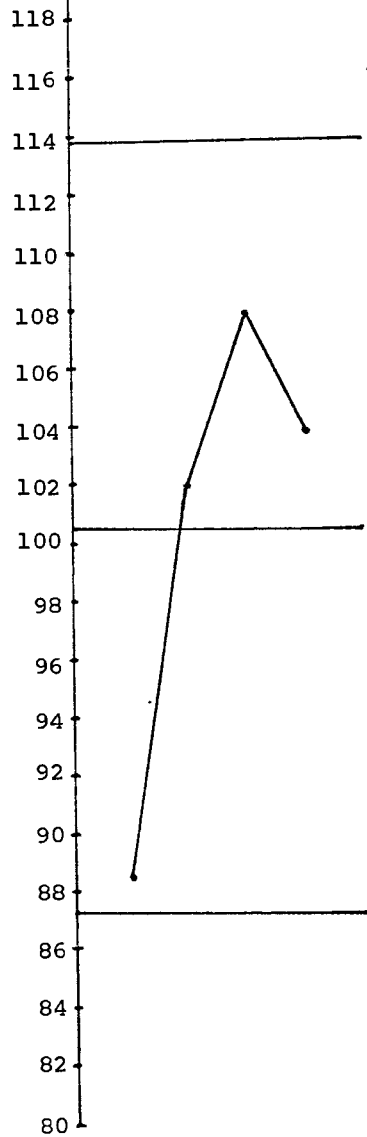
$$X_3 = 110.42$$

$$X_4 = 105.32$$

$$\bar{X} = 100.62$$

Límite superior = 115.10

Límite inferior = 86.14



GRAFICA DE CONTROL PARA A-1 (FIERRO) (4).

$$X_1 = 88.55$$

$$X_2 = 101.93$$

$$X_3 = 107.82$$

$$X_4 = 103.87$$

$$\bar{X} = 100.55$$

Límite superior = 113.82

Límite Inferior = 87.27



CAPITULO V

DETERMINACION DE FIERRO PARA EL PRODUCTO B-1

La determinación analítica de fierro, se hizo en base a su concentración contenida en mg./g.

Del polvo contenido en las cápsulas, se pesó una muestra, según los cálculos propuestos posteriormente y se llevó a un matraz volumétrico de 500 ml., después se le adicionaron 10 ml. de isopropanol, se puso a baño maría por 5 minutos, se enfrió y agregó 300 ml. de agua destilada, se adicionó con agitación constante en baño frío, 10 ml. de ácido sulfúrico concentrado, se aforó y filtró por papel wattman # 2, desechando los primeros 20 ml. del filtrado.

El filtrado anterior esta listo para ser leído en el espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian Techtron modelo 1200.

Grafique, las absorbancias de los estandares contra concentración para obtener una recta; las absorbancias de las muestras interpolarlas para saber su concentración y calcule así:

$$\frac{\text{ppm.muestras X diluciones}}{\text{peso muestra(g) X 1000}} = \text{mg./g. Fierro.}$$

(') ver preparación standard y condiciones de trabajo  
página 30.

CALCULOS PARA LAS 4 CONCENTRACIONES PROBLEMA EN B-1

Para la determinación de fierro, se hicieron los siguientes cálculos teóricos de las muestras problema, para tener concentraciones finales de 4, 5, 6 y 7 ppm. de Fierro.

La concentración de fierro es de 5.19 mg./g.

entonces:

5.19 mg. de Fe. \_\_\_\_\_ 1.0000 g.

(4), (5), (6), (7) mg. de Fe. \_\_\_\_\_ X

---

$$X_1 = 770/2 = 385 \text{ mg.}$$

$$X_2 = 963/2 = 481.5 \text{ mg.}$$

$$X_3 = 1153/2 = 578 \text{ mg.}$$

$$X_4 = 1348/2 = 674 \text{ mg.}$$

Estos cuatro pesos teóricos calculados, son transferidos a matraces volumétricos de 500 ml., y seguir la técnica propuesta anteriormente. Se harán cuatro veces cada muestra para que en total sean 16 y que nos sirvan para conocer la variabilidad del método por medio de su soporte estadístico.

CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO B-1.

STANDARES. las. MUESTRAS (1)

ppm. = Absorbancias. M = Absorbancias.

3 = 0.106

4 = 0.137

X(1) = 0.149

5 = 0.177

X(2) = 0.182

6 = 0.203

X(3) = 0.215

7 = 0.233

X(4) = 0.240

8 = 0.272

9 = 0.296

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(4.34 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.3852 \text{ g.}) (1000)} = 5.6334 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(5.34 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.4819 \text{ g.}) (1000)} = 5.5405 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(6.39 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.5783 \text{ g.}) (1000)} = 5.5248 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(7.10 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.6737 \text{ g.}) (1000)} = 5.2694 \text{ mg./g.}$$

Ver la. gráfica de concentración, página 54.

## CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO B-1.

STANDARES DE FIERRO

2as. MUESTRAS (2)

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

3 = 0.104

4 = 0.134

X(1) = 0.144

5 = 0.167

X(2) = 0.178

6 = 0.200

X(3) = 0.212

7 = 0.231

X(4) = 0.238

8 = 0.262

9 = 0.280

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(4.28 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.3856 \text{ g.}) (1000)} = 5.5497 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(5.38 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.4822 \text{ g.}) (1000)} = 5.5785 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(6.45 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.5781 \text{ g.}) (1000)} = 5.5786 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(7.25 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.6744 \text{ g.}) (1000)} = 5.3751 \text{ mg./g.}$$

Ver 2a. gráfica de concentración, página 55.

## CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO B-1.

STANDARES DE FIERRO. 3as. MUESTRAS (3)

ppm. = Absorbancias. M = Absorbancias.

3 = 0.100

4 = 0.132

X(1) = 0.137

5 = 0.168

X(2) = 0.165

6 = 0.192

X(3) = 0.195

7 = 0.227

X(4) = 0.221

8 = 0.254

9 = 0.281

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(4.17 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.3852 \text{ g.}) (1000)} = 5.4057 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(5.10 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.4826 \text{ g.}) (1000)} = 5.2838 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(6.03 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.5784 \text{ g.}) (1000)} = 5.2126 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.90 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.6751 \text{ g.}) (1000)} = 5.1103 \text{ mg./g.}$$

Ver 3a. gráfica de concentración, página 56.

## CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO B-1.

STANDARES DE FIERRO

4as. MUESTRAS (4)

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

3 = 0.104

4 = 0.130

5 = 0.164

6 = 0.198

7 = 0.230

8 = 0.258

9 = 0.290

X(1) = 0.118

X(2) = 0.167

X(3) = 0.195

X(4) = 0.219

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(3.53 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.3857 \text{ g.}) (1000)} = 4.5761 \text{ mg./g.}$$

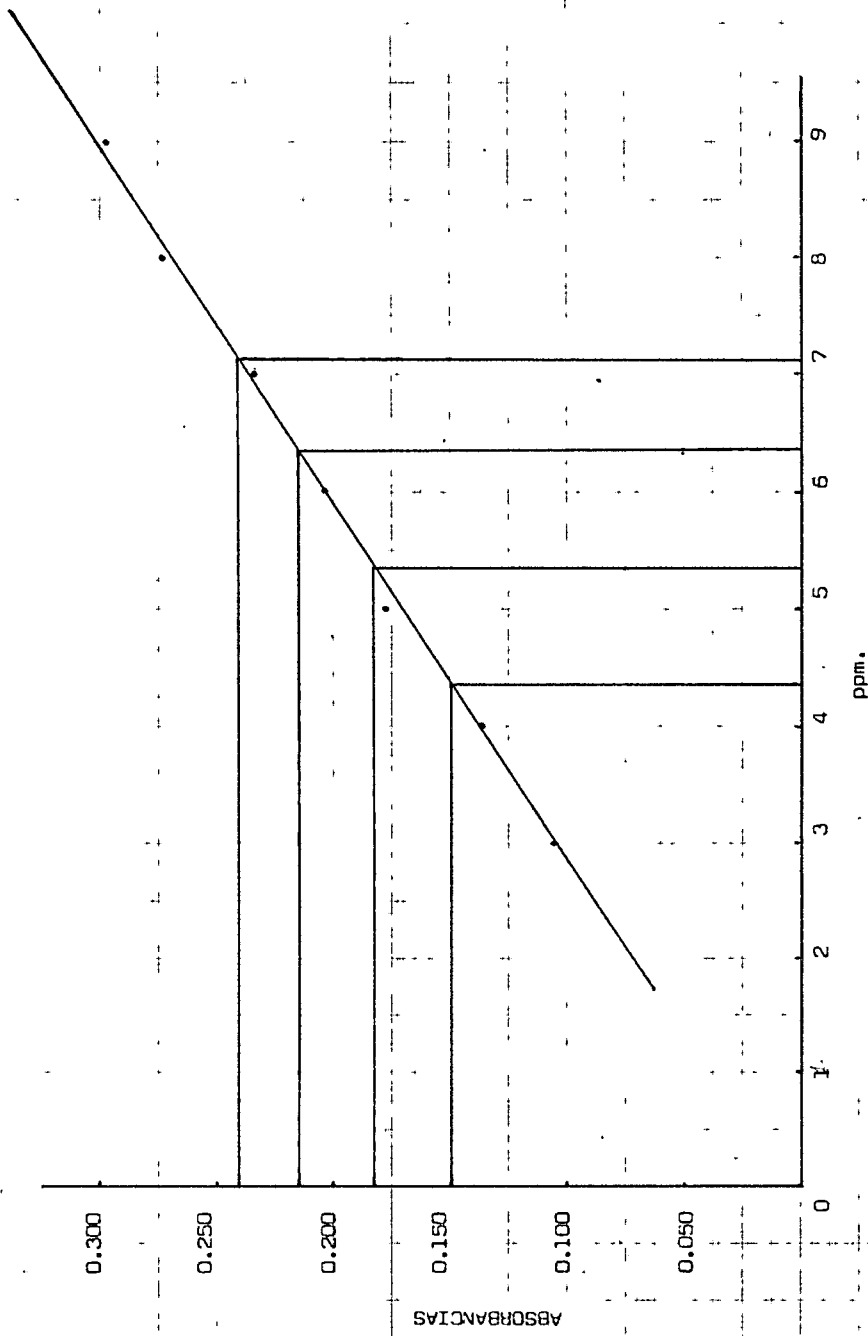
$$2.- \frac{(5.00 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.4825 \text{ g.}) (1000)} = 5.1813 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(6.00 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.5786 \text{ g.}) (1000)} = 5.1849 \text{ mg./g.}$$

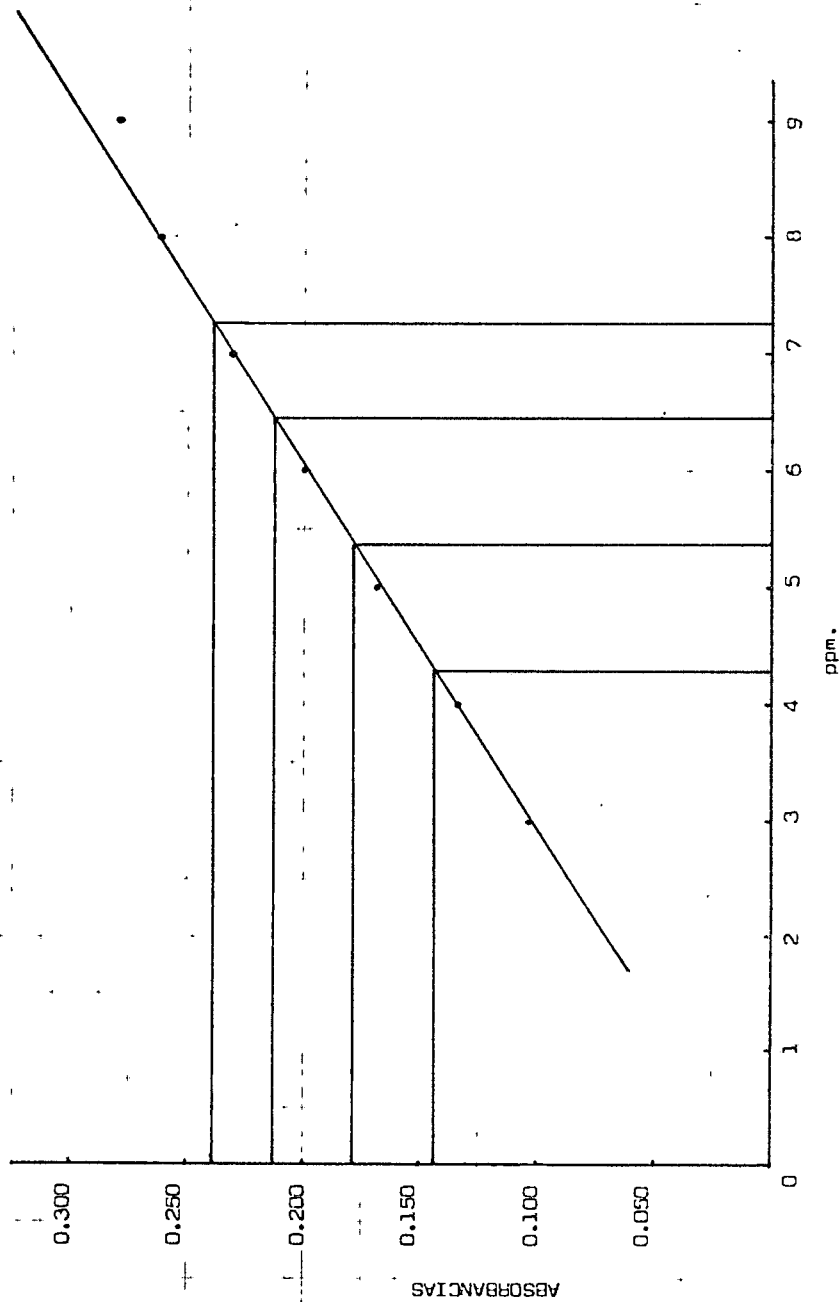
$$4.- \frac{(6.75 \text{ ppm. de Fe.}) (500 \text{ ml.})}{(0.6747 \text{ g.}) (1000)} = 5.0022 \text{ mg./g.}$$

Ver 4a. gráfica de concentración, página 57.

Fig. 1. GRÁFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN B-1.

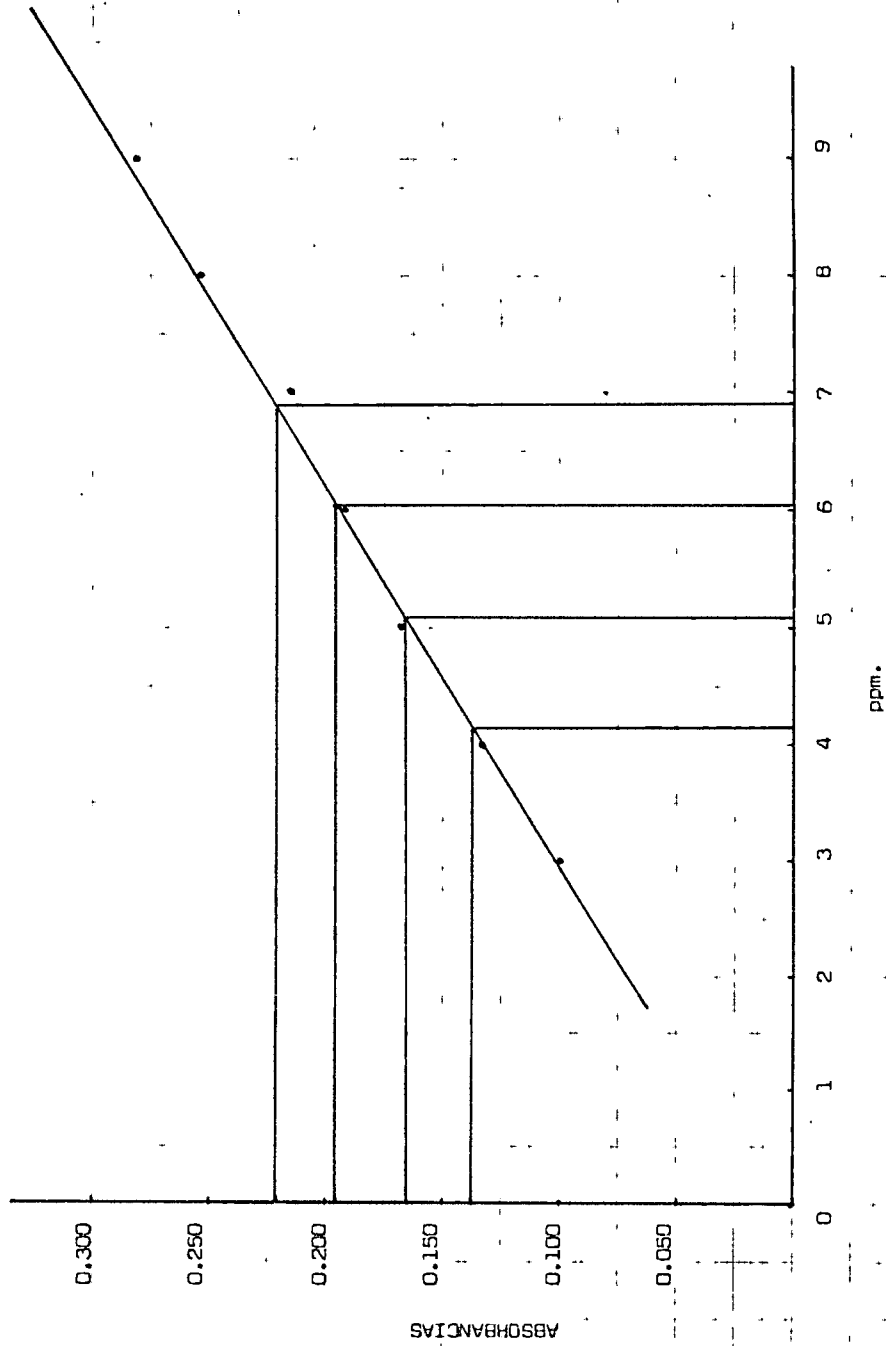


2a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN B-1.

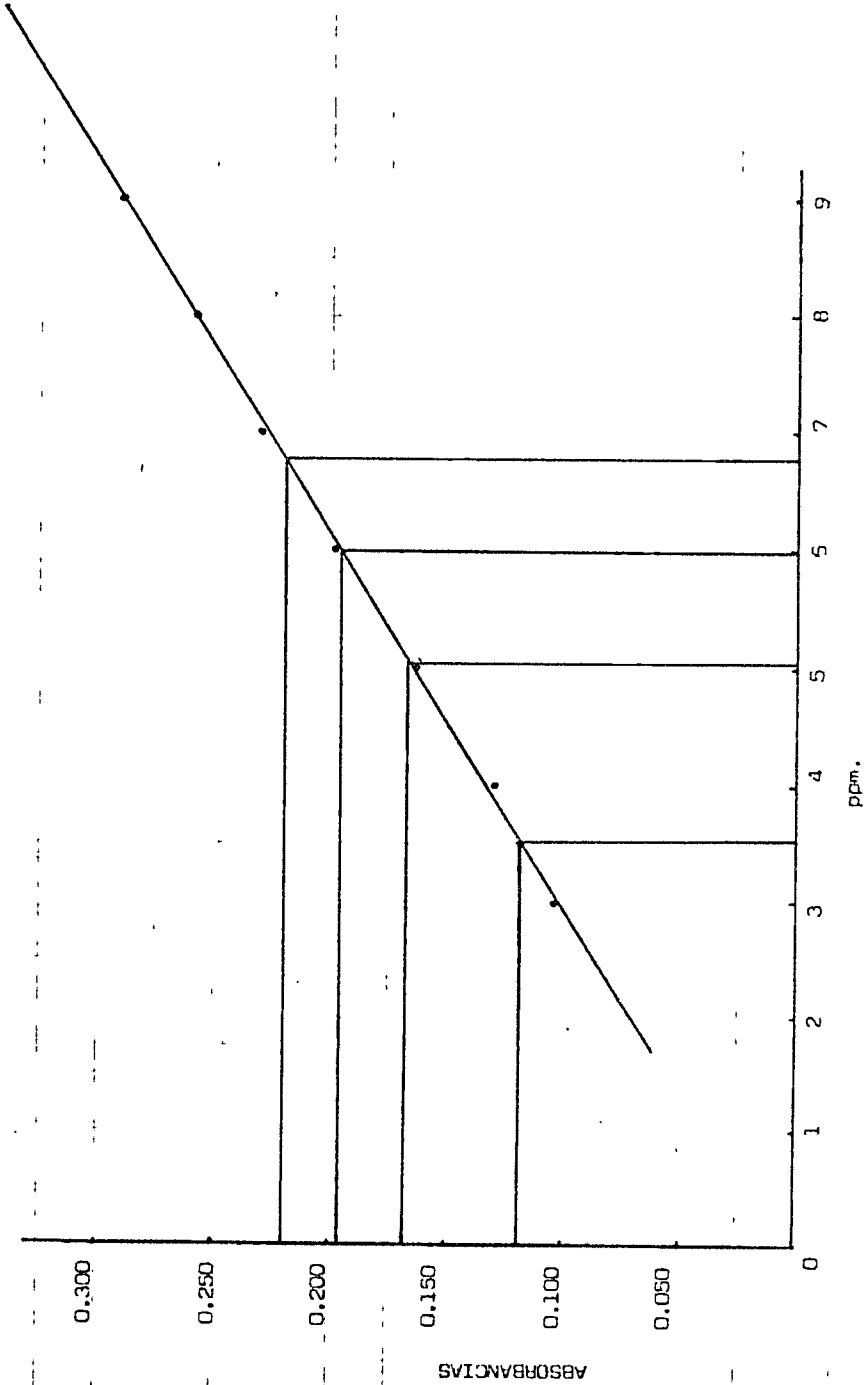




34. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIEBRO EN S-1.



4a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN B-1.



METODO ESTADISTICO PARA FIERRO EN EL PRODUCTO B-1.

4 ppm.	<u>PESO (g.)</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
	0.3852	2.1699	2.1344	0.9836	-0.016625	0.00027639
	0.3856	2.1399	2.1366	0.9985	-0.001725	0.00000297
	0.3852	2.0822	2.1344	1.0251	0.024875	0.00061876
	0.3857	2.1507	2.1372	<u>0.9937</u>	-0.006525	<u>0.00004257</u>
				4.0009		0.00094070

$$\bar{X} = 1.000225$$

Desviación Estandar = 0.036124

95 % Límites de Confianza = 0.9720 y 1.0283

5 ppm.	<u>PESO (g.)</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
	0.4819	2.6699	2.6003	0.9739	-0.0270475	0.00073156
	0.4822	2.6899	2.6019	0.9673	-0.0336876	0.00113484
	0.4826	2.5499	2.6041	1.0212	0.0202625	0.00041056
	0.4825	2.4999	2.6035	<u>1.0414</u>	0.0404725	<u>0.00163802</u>
				4.0039		0.00391500

$$\bar{X} = 1.00098$$

Desviación Estandar = 0.036124

95 % Límites de Confianza = 0.9435 y 1.0584

6 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	$(X-\bar{X})$	$(X-\bar{X})^2$
0.5783	3.1949	3.1084	0.9729	-0.027171	0.000738263
0.5781	3.2249	3.1074	0.9635	-0.036551	0.001335975
0.5784	3.0149	3.1090	1.0312	0.031099	0.000967148
0.5786	2.9999	3.1100	<u>1.0367</u>	0.036619	<u>0.001340951</u>
			4.0044		0.004382337

$$\bar{X} = 1.0011$$

Desviación Standard = 0.03822

95 % Límites de Confianza = 0.9403 y 1.0618

7 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	$(X-\bar{X})$	$(X-\bar{X})^2$
0.6737	3.5499	3.4959	0.9847	-0.01597	0.00025504
0.6744	3.6249	3.4996	0.9654	-0.03534	0.00124891
0.6751	3.4499	3.5032	1.0154	0.01467	0.00021579
0.6747	3.3749	3.5011	<u>1.0373</u>	0.03663	<u>0.00134175</u>
			4.0030		0.00306159

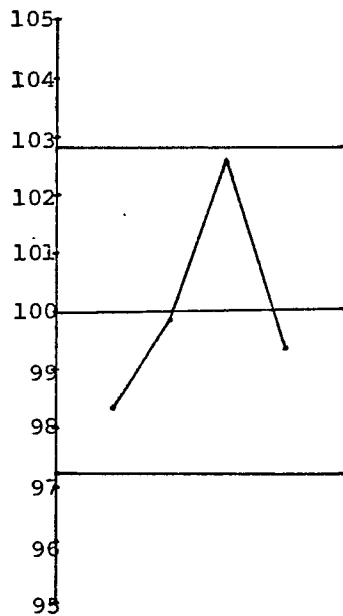
$$\bar{X} = 1.0007$$

Desviación standard = 0.031945

95 % Límites de Confianza = 0.9499 y 1.0515

Ver gráficas de control, páginas 60, 61, 62 y 63.

## GRAFICA DE CONTROL B-1 (FIERRO). (1)



$$x_1 = 98.36$$

$$x_2 = 99.85$$

$$x_3 = 102.51$$

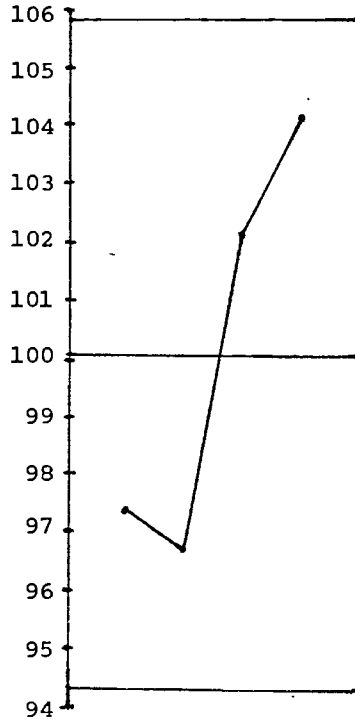
$$x_4 = 99.37$$

$$\bar{x} = 100.02$$

Límite superior = 102.83

Límite inferior = 97.20

GRÁFICA DE CONTROL. 8-1 (FIERRO) (2)



$$x_1 = 97.39$$

$$x_2 = 96.73$$

$$x_3 = 102.12$$

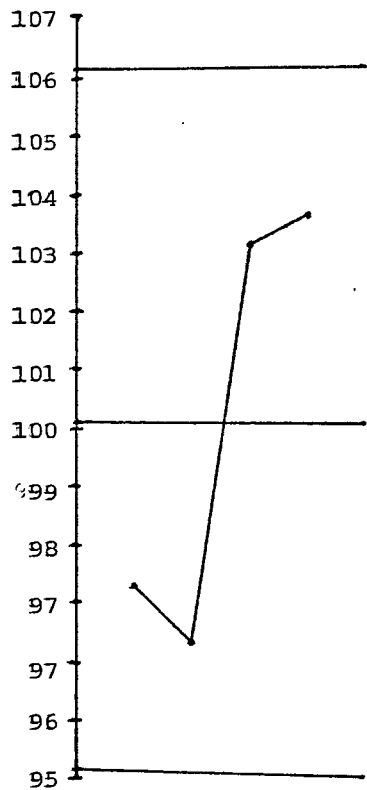
$$x_4 = 104.14$$

$$\bar{x} = 100.09$$

$$\text{Límite superior} = 105.84$$

$$\text{Límite inferior} = 94.35$$

## GRAFICA DE CONTROL B-1 (FIERRO).(3).



$$x_1 = 97.29$$

$$x_2 = 96.35$$

$$x_3 = 103.12$$

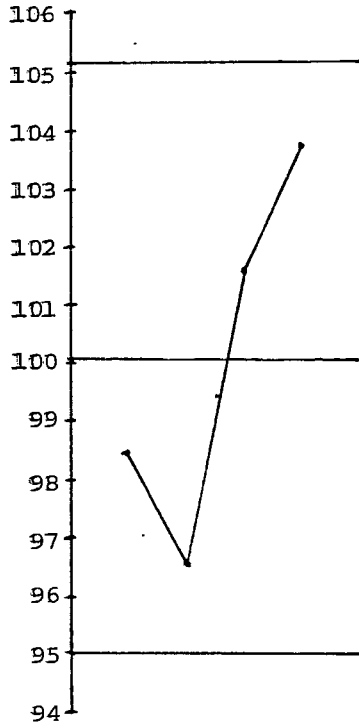
$$x_4 = 103.67$$

$$\bar{x} = 100.11$$

Límite superior = 106.18

Límite inferior = 94.03

GRAFICA DE CONTROL. B-1 (FIERRO).(4)



$x_1 = 98.47$

$x_2 = 96.54$

$x_3 = 101.54$

$x_4 = 103.73$

$\bar{x} = 100.07$

Límite superior = 105.15

Límite inferior = 94.99



CAPITULO VIDETERMINACION DE FIERRO PARA EL PRODUCTO C-1

La determinación analítica de fierro, se hizo en base a su concentración contenida en mg./g.

Del polvo contenido en las cápsulas, se pesó una muestra lo más exacto posible, según los cálculos propuestos - posteriormente se transfiere a un matraz volumétrico de - 1000 ml. después se le adicionaron 10 ml. de isopropanol, - se puso a baño maría por 5 minutos, se enfrió y agregó 300 ml. de agua destilada se adicionó con agitación constante en baño frío 10 ml. de ácido sulfúrico concentrado, se aforó y filtró por papel filtro wattman # 2, desechando - los primeros 20 ml. del filtrado.

Del filtrado anterior, tomar una alícuota de 10 ml. - y transferirlos a un matraz volumétrico de 100 ml. y aforé- con agua destilada.

El filtrado anterior esta lista para ser leído en un- espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian Tech-- tron modelo 1200.

Grafíque, las absorbancias de los estandares contra - concentración, para obtener una recta. Las absorbancias -

de las muestras interpolarlas para saber su concentración y cálcule así:

$$\frac{\text{ppm. muestra} \times \text{diluciones}}{\text{peso muestra en (g)} \times 1000} = \text{mg./g. de fierro.}$$

(') ver preparación standard y condiciones de trabajo:  
página 30.

CALCULOS DE LAS 4 CONCENTRACIONES PROBLEMA EN C-1.

Para la determinación de fierro, se hicieron los siguientes cálculos teóricos de las muestras problema, para tener concentraciones finales de 4, 5, 6, y 7 ppm. de fierro.

La concentración de fierro es de 156.7 mg./g.

entonces:

156.7 mg. de Fe. \_\_\_\_\_ 1.000 g.

(40), (50), (60), (70) mg. de Fe. \_\_\_\_\_ X.

---

$$X_1 = 255 \text{ mg.}$$

$$X_2 = 319 \text{ mg.}$$

$$X_3 = 383 \text{ mg.}$$

$$X_4 = 447 \text{ mg.}$$

Estos pesos teóricos calculados, son transferidos a -  
matraces volumétricos de 1000 ml., y seguir la técnica pro  
puesta anteriormente. Se harán cuatro veces cada muestra,  
para que en total sean 16 y que nos servirán para conocer-  
la variabilidad del método por medio de su soporte estadísu  
tico.

CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO C-1.

STANDARES DE FIERRO

las. MUESTRAS (1).

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

3 = 0.101

4 = 0.128

X(1) = 0.130

5 = 0.162

X(2) = 0.162

6 = 0.197

X(3) = 0.195

7 = 0.222

X(4) = 0.215

8 = 0.253

9 = 0.280

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(3.95 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.2255 \text{ g.}) (10) (1000)} = 154.5988 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(5.00 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.3189 \text{ g.}) (10) (1000)} = 156.7889 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(6.10 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.3845 \text{ g.}) (10) (1000)} = 158.6475 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.80 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.4432 \text{ g.}) (10) (1000)} = 153.4296 \text{ mg./g.}$$

Ver la. gráfica de concentración, página 71.

## CALCULOS OBTENIDOS PARA C-1.

STANDARES DE FIERRO

2as. MUESTRAS (2)

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

3 = 0.104

4 = 0.134

X(1) = 0.131

5 = 0.167

X(2) = 0.160

6 = 0.200

X(3) = 0.194

7 = 0.231

X(4) = 0.223

8 = 0.262

9 = 0.280

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(3.87 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.2550 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 151.7647 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(4.80 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.3193 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 150.3288 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.85 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.3834 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 152.5821 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.78 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.4433 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 152.9438 \text{ mg./g.}$$

Ver 2a. gráfica de concentración, página 72.

## CALCULOS DE FIERRO PARA C-1

STANDARES DE FIERRO

3as.MUESTRAS (3)

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

$$3 = 0.100$$

$$4 = 0.132$$

$$X(1) = 0.134$$

$$5 = 0.168$$

$$X(2) = 0.162$$

$$6 = 0.192$$

$$X(3) = 0.188$$

$$7 = 0.227$$

$$X(4) = 0.230$$

$$8 = 0.254$$

$$9 = 0.281$$

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(4.12 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.2555 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 161.2524 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(5.00 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.3190 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 156.7398 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.83 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.3830 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 151.4360 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(7.25 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.4432 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 163.5830 \text{ mg./g.}$$

Ver 3a. gráfica de concentración, página 73.

## CALCULOS DE FIERRO PARA C-1.

STANDARES DE FIERRO                      4as. MUESTRAS (4)  
 ppm. = Absorbancias.                      M = Absorbancias.

$$3 = 0.104$$

$$4 = 0.130$$

$$X(1) = 0.133$$

$$5 = 0.164$$

$$X(2) = 0.163$$

$$6 = 0.198$$

$$X(3) = 0.196$$

$$7 = 0.230$$

$$X(4) = 0.223$$

$$8 = 0.258$$

$$9 = 0.290$$

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(4.00 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.2549 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 156.9242 \text{ mg./g.}$$

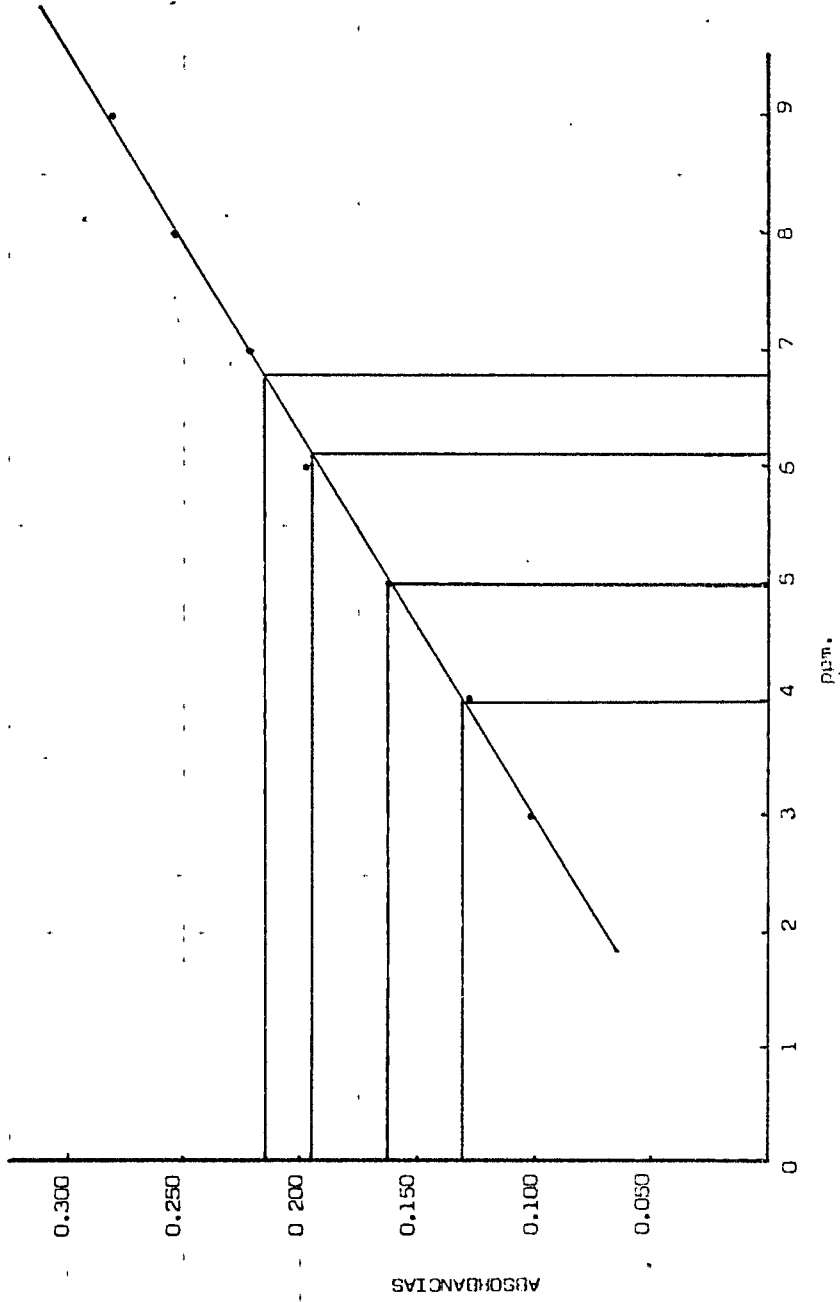
$$2.- \frac{(5.00 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.3196 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 156.4455 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(6.00 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.3825 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 156.8627 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.90 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.}) (100 \text{ ml.})}{(0.4428 \text{ g.}) (10 \text{ ml.}) (1000)} = 155.8265 \text{ mg./g.}$$

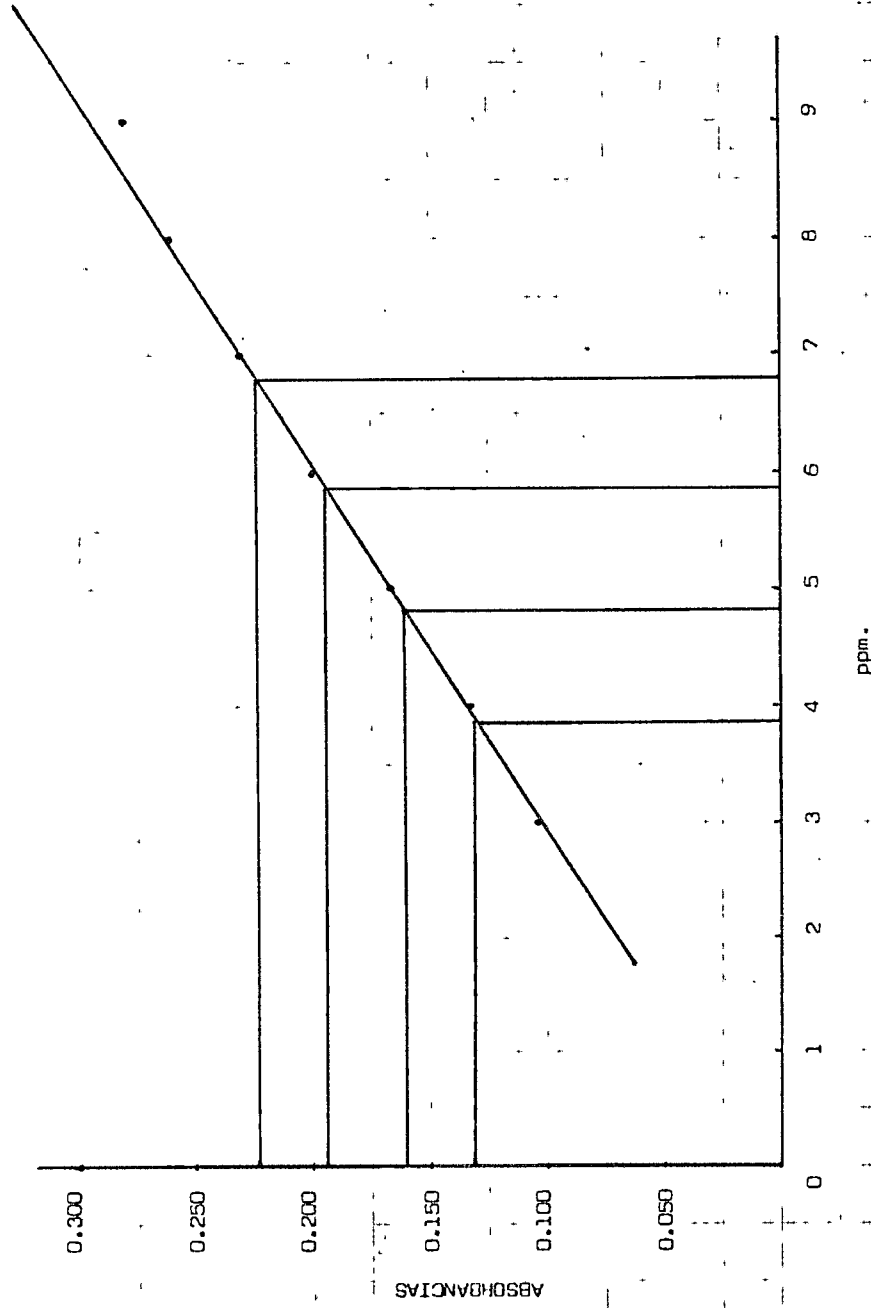
Ver 4a. gráfica de concentración, página 74.

1a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN C-1.

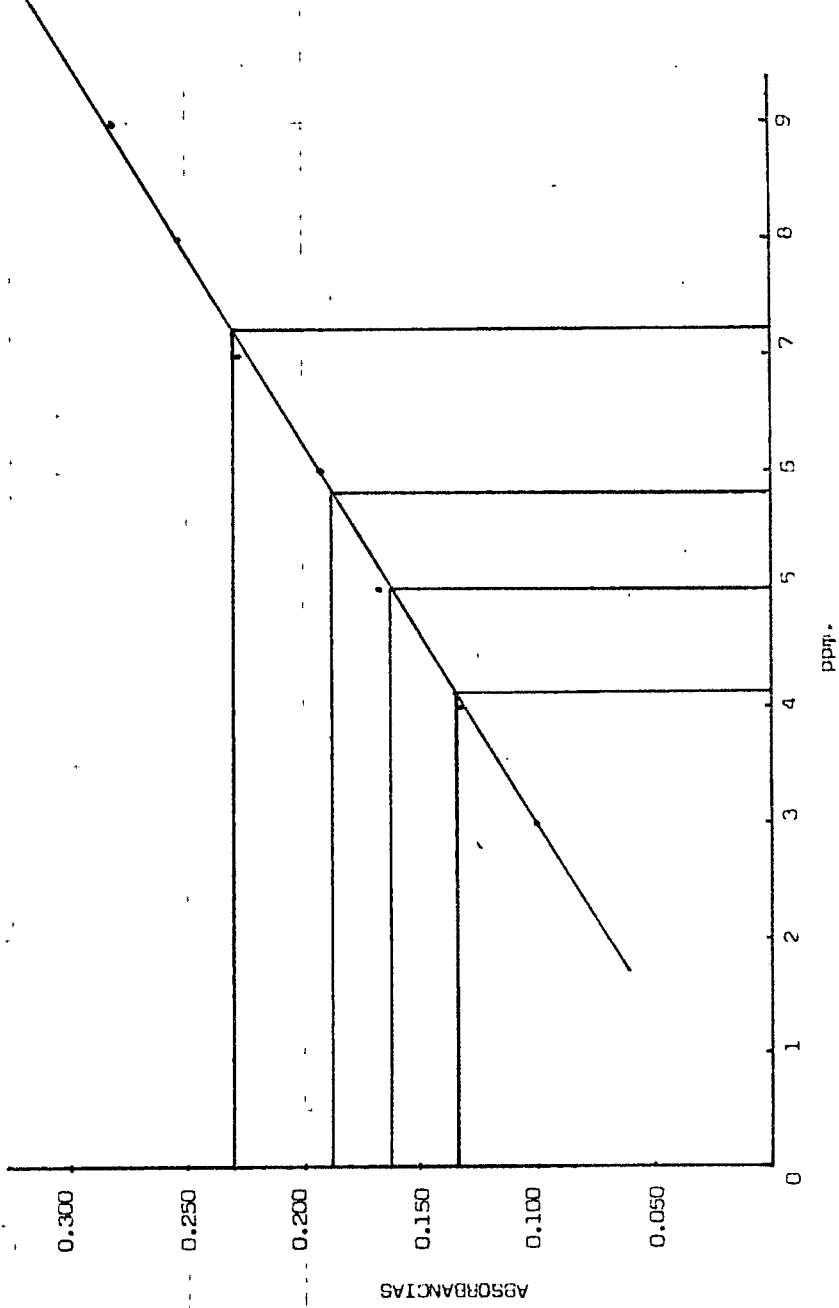




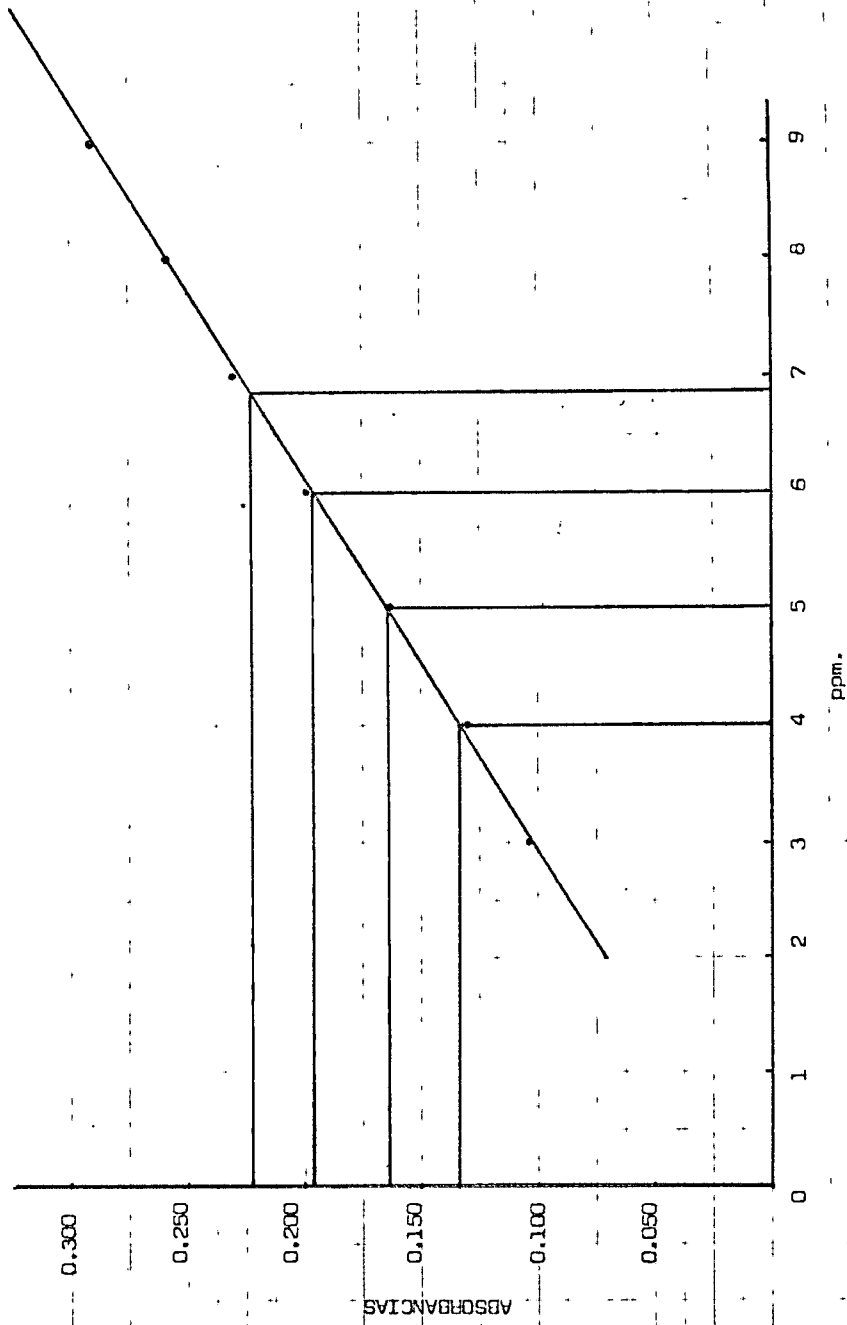
2a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN C-1.



3a, GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN C-L.



48. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN C-1.



METODO ESTADISTICO PARA FIERRO EN EL PRODUCTO C-1

4 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
0.2555	39.4999	39.8924	1.0099	0.00945	0.00008930
0.2550	38.6999	39.8144	1.0288	0.02835	0.00080372
0.2555	41.1999	39.8924	0.9682	-0.03225	0.00104006
0.2549	39.9999	39.7988	<u>0.9949</u>	-0.00555	<u>0.00003080</u>
			4.0018		0.00196388
			$\bar{X}$ = 1.00045		

Desviación Estandar = 0.025585

95 % Límites de Confianza = 0.95977 y 1.04113

5 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
0.3189	49.9999	49.4536	0.9890	-0.01125	0.00012656
0.3193	47.9999	49.5156	1.0315	0.03125	0.00097656
0.3190	49.9999	49.4691	0.9893	-0.01095	0.00011990
0.3196	49.9999	49.5621	<u>0.9912</u>	-0.00905	<u>0.00008190</u>
			4.0010		0.00130495
			$\bar{X}$ = 1.00025		

Desviación Estandar = 0.02086

95 % Límites de Confianza = 0.9670 y 1.0334

6 ppm.	<u>PESO (g.)</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
	0.3845	60.9999	59.5521	0.9762	-0.0241	0.00058081
	0.3834	58.4999	59.3817	1.0150	0.0147	0.00021609
	0.3830	57.9999	59.3198	1.0227	0.0224	0.00050176
	0.3825	59.9999	59.2423	<u>0.9873</u>	-0.0130	<u>0.000169</u>
				4.0012		0.0014676
				X= 1.0003		

Desviación Estandar = 0.022118

95 % Límites de Confianza = 0.9651 y 1.0354

---

7 ppm.	<u>PESO (g.)</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
	0.4432	67.9999	69.3367	1.0196	0.018925	0.000358155
	0.4433	67.7999	69.3523	1.0229	0.022225	0.000493950
	0.4432	72.4999	69.3367	0.9563	-0.044375	0.001969140
	0.4428	68.9999	69.2741	<u>1.0039</u>	0.003225	<u>0.000010400</u>
				4.0027		0.002831
				$\bar{X}$ = 1.000675		

Desviación Estandar = 0.030723

95 % Límites de Confianza = 0.9518 y 1.0495

---

Ver gráficas de control, páginas 77,78, 79 y 80.

GRAFICA DE CONTROL C-1 (FIERRO) (1)

$$X_1 = 100.99$$

$$X_2 = 102.88$$

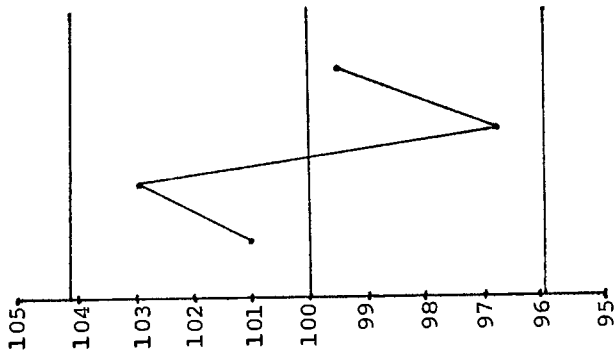
$$X_3 = 96.82$$

$$X_4 = 99.49$$

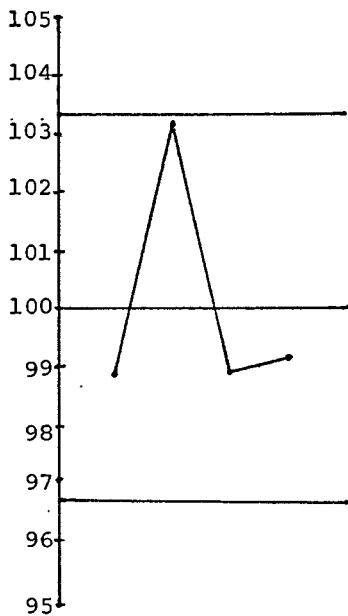
$$\bar{X} = 100.04$$

$$\text{Límite superior} = 104.11$$

$$\text{Límite inferior} = 95.97$$



## GRAFICA DE CONTROL C-1 (FIERRO) (2)



$$X_1 = 98.90$$

$$X_2 = 103.15$$

$$X_3 = 98.93$$

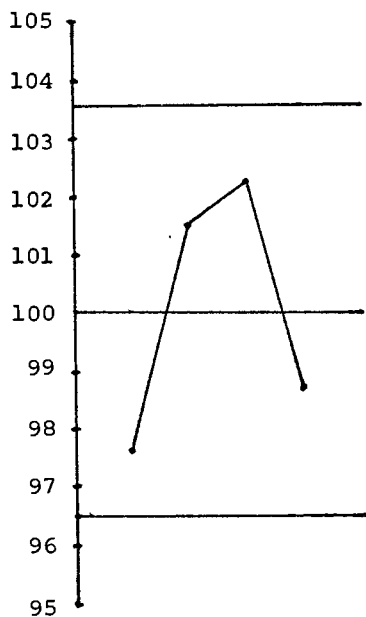
$$X_4 = 99.12$$

$$\bar{X} = 100.02$$

Límite superior = 103.34

Límite inferior = 96.70

GRAFICA DE CONTROL C-1 (FIERRO) (3)



$$X_1 = 97.62$$

$$X_2 = 101.50$$

$$X_3 = 102.27$$

$$X_4 = 98.73$$

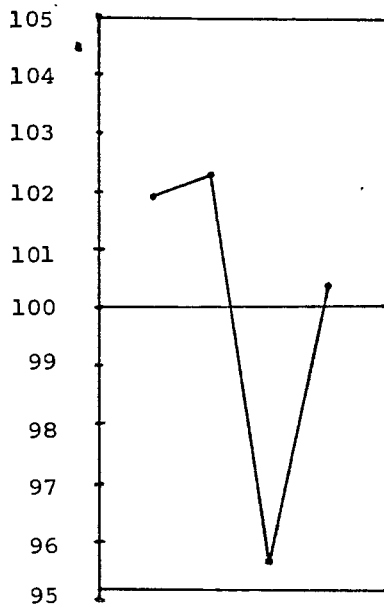
$$\bar{X} = 100.03$$

$$\text{Límite superior} = 103.54$$

$$\text{Límite inferior} = 96.51$$



## GRAFICA DE CONTROL C-1 (FIERRO) (4).



$$x_1 = 101.96$$

$$x_2 = 102.29$$

$$x_3 = 95.63$$

$$x_4 = 100.39$$

$$\bar{x} = 100.06$$

Límite superior = 104.95

Límite inferior = 95.18

CAPITULO VII

DETERMINACION DE FIERRO PARA EL PRODUCTO D-1.

La determinación analítica de fierro, se hizo en base a su concentración contenida en mg./g.

Del polvo, según los cálculos propuestos posteriormente, se pesó una muestra lo más exacto posible y se llevó a un matraz volumétrico de 1000 ml., después se le adicionaron 10 ml. de isopropanol, se puso a baño maría por 5 minutos, se enfrió y agregó 300 ml. de agua destilada, se agregó con agitación constante en baño frío, 10 ml. de ácido sulfúrico concentrado se aforó y filtró por papel wattman # 2, desechando los primeros 20 ml. del filtrado.

El filtrado anterior, está listo para ser leído en el espectrofotómetro de absorción atómica marca Varian Tech--tron modelo 1200.

Grafique, las absorbancias de los estándares contra la concentración, para obtener una recta; interpor las absorbancias de las muestras para saber su concentración y calcule así:

$$\frac{\text{ppm. muestra} \times \text{diluciones}}{\text{peso muestra en g.} \times 1000} = \text{mg./g. de fierro}$$

(') ver preparación standard y condiciones de trabajo:  
páginas 30.

CALCULOS DE LAS 4 CONCENTRACIONES EN D-1.

Para la determinación de fierro, se hicieron los siguientes cálculos teóricos de las muestras problema, para tener concentraciones finales de 4, 5, 6 y 7 ppm. de fierro.

La concentración de fierro es de 38.71 mg./g.

entonces:

38.71 mg. de Fe.	_____	1.0000 g.
(4), (5), (6), (7) mg. de Fe.	_____	X

$$X_1 = 103 \text{ mg.}$$

$$X_2 = 130 \text{ mg.}$$

$$X_3 = 155 \text{ mg.}$$

$$X_4 = 181 \text{ mg.}$$

Estos pesos teóricos calculados, son transferidos a matraces volumétricos de 1000 ml. y seguir la técnica propuesta anteriormente. Se harán cuatro veces cada muestra, para que en total sean 16, que nos servirán para conocer la variabilidad del método por medio de su soporte estadístico.

## CALCULOS DE FIERRO PARA EL PRODUCTO D-1.

STANDARES DE FIERRO                      las. MUESTRAS (1)

ppm. = Absorbancias.                      M = Absorbancias.

3 = 0.106

4 = 0.137

X(1) = 0.136

5 = 0.177

X(2) = 0.168

6 = 0.203

X(3) = 0.197

7 = 0.233

X(4) = 0.227

8 = 0.272

9 = 0.296

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(3.90 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{-(0.1032 \text{ g.}) (1000)} = 37.7906 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(4.90 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1304 \text{ g.}) (1000)} = 37.5766 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.80 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1561 \text{ g.}) (1000)} = 37.1556 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.70 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1818 \text{ g.}) (1000)} = 36.8536 \text{ mg./g.}$$

Ver la. gráfica de concentración, página 87.

## CALCULOS DE FIERRO PARA D-1.

STANDARES DE FIERRO

2as. MUESTRAS (2)

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

$$3 = 0.104$$

$$4 = 0.134$$

$$X(1) = 0.137$$

$$5 = 0.167$$

$$X(2) = 0.155$$

$$6 = 0.200$$

$$X(3) = 0.199$$

$$7 = 0.231$$

$$X(4) = 0.222$$

$$8 = 0.262$$

$$9 = 0.280$$

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(4.02 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1029 \text{ g.}) (1000)} = 39.0670 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(4.65 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1313 \text{ g.}) (1000)} = 35.4150 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(6.00 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1554 \text{ g.}) (1000)} = 38.6100 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.73 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1815 \text{ g.}) (1000)} = 37.0798 \text{ mg./g.}$$

Ver 2a. gráfica de concentración, página 88.

## CALCULOS DE FIERRO PARA D-1.

STANDARES DE FIERRO

3as. MUESTRAS (3)

ppm. = Absorbancias.

M = Absorbancias.

3 = 0.100

4 = 0.132

X(1) = 0.130

5 = 0.168

X(2) = 0.158

6 = 0.192

X(3) = 0.190

7 = 0.227

X(4) = 0.216

8 = 0.254

9 = 0.281

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(3.95 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1036 \text{ g.}) (1000)} = 38.1274 \text{ mg./g.}$$

$$2.- \frac{(4.90 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1300 \text{ g.}) (1000)} = 37.6923 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.93 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1557 \text{ g.}) (1000)} = 38.0860 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.75 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1817 \text{ g.}) (1000)} = 37.1491 \text{ mg./g.}$$

Ver 3a. gráfica de concentración, página 89.

## CALCULOS DE FIERRO PARA D-1.

STANDARES DE FIERRO 4as. MUESTRAS (4)

ppm. = Absorbancias. M = Absorbancias.

3 = 0.104

4 = 0.130

X(1) = 0.124

5 = 0.164

X(2) = 0.157

6 = 0.198

X(3) = 0.184

7 = 0.230

X(4) = 0.203

8 = 0.258

9 = 0.290

Cálculos corregidos de la gráfica:

$$1.- \frac{(3.73 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1028 \text{ g.}) (1000)} = 36.2840 \text{ mg./g.}$$

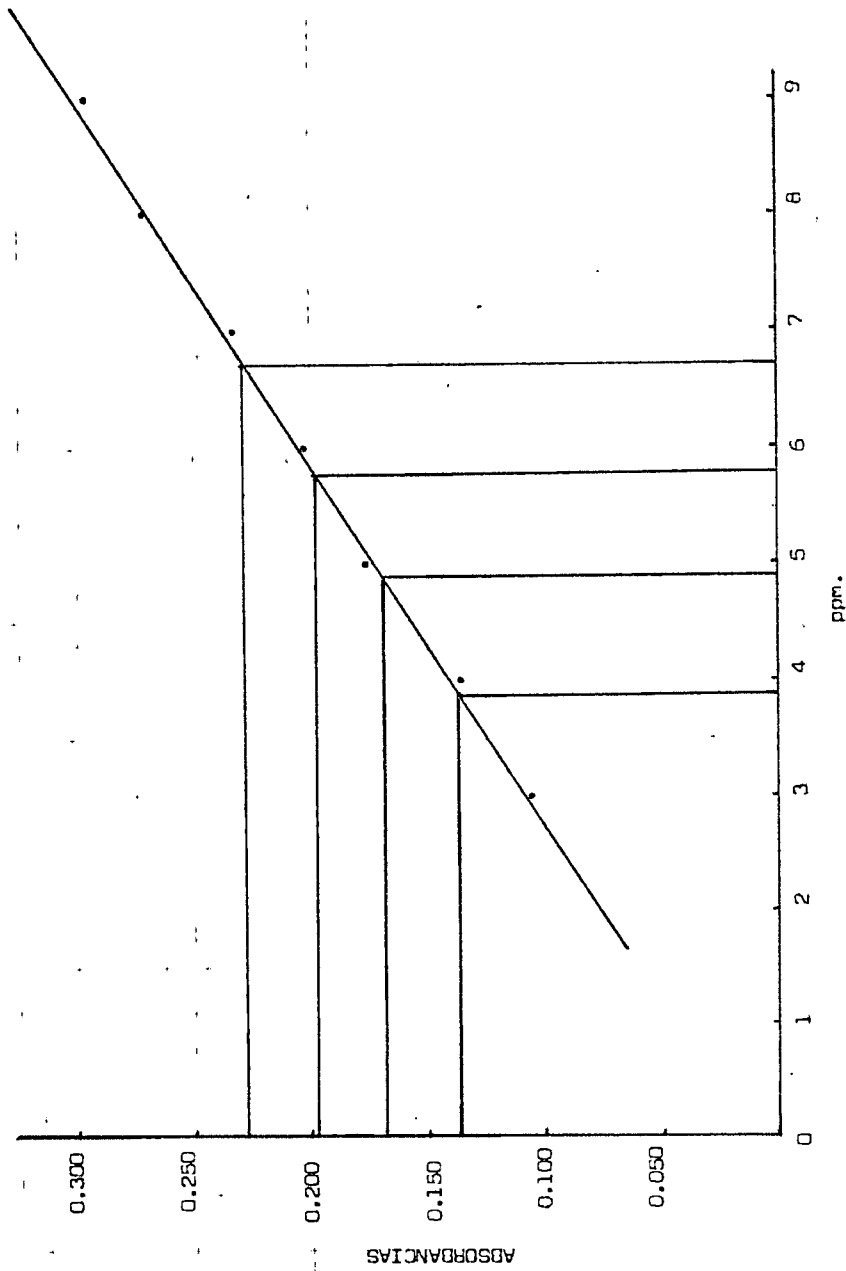
$$2.- \frac{(4.69 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1303 \text{ g.}) (1000)} = 35.9938 \text{ mg./g.}$$

$$3.- \frac{(5.55 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1554 \text{ g.}) (1000)} = 35.7142 \text{ mg./g.}$$

$$4.- \frac{(6.20 \text{ ppm. Fe.}) (1000 \text{ ml.})}{(0.1807 \text{ g.}) (1000)} = 34.3110 \text{ mg./g.}$$

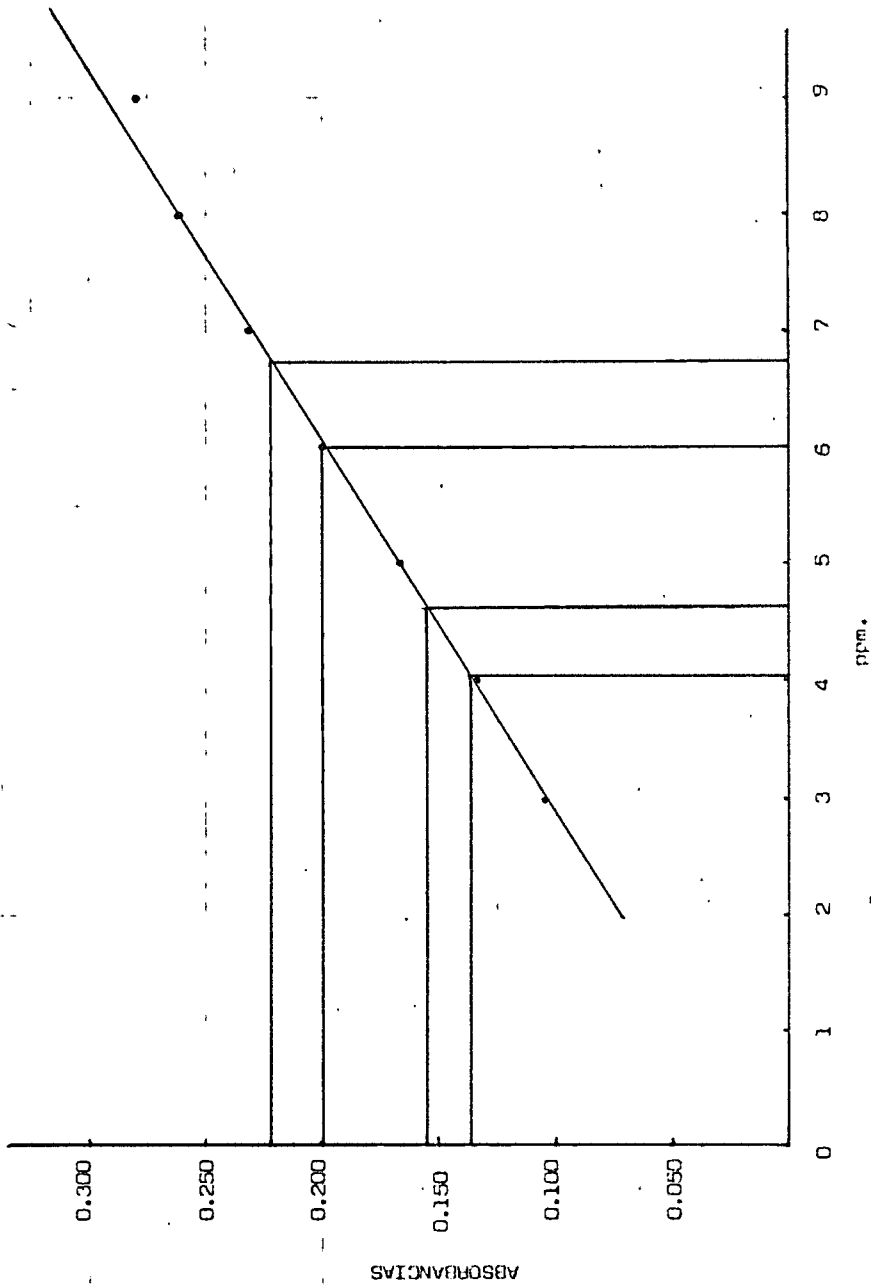
Ver 4a. gráfica de concentración, página 90.

1a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN D-1.

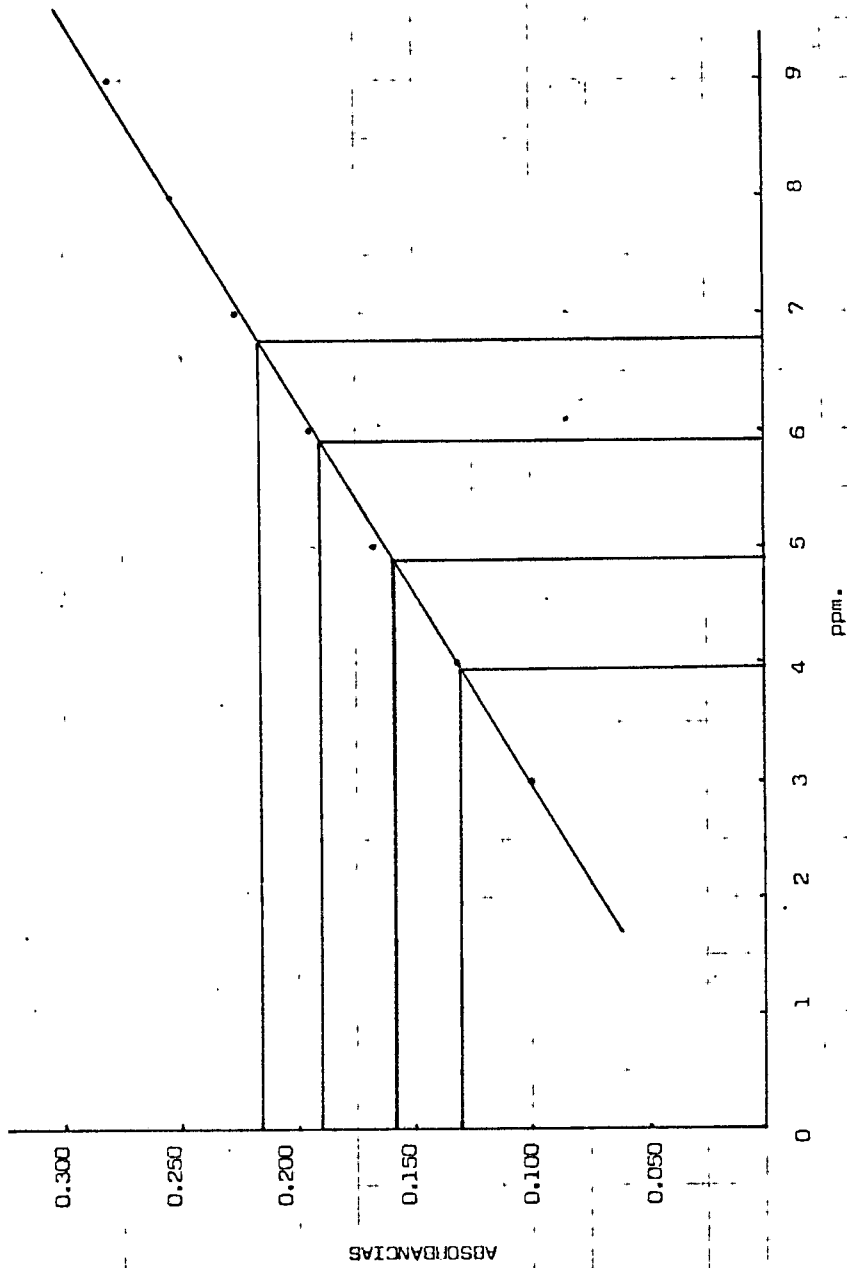




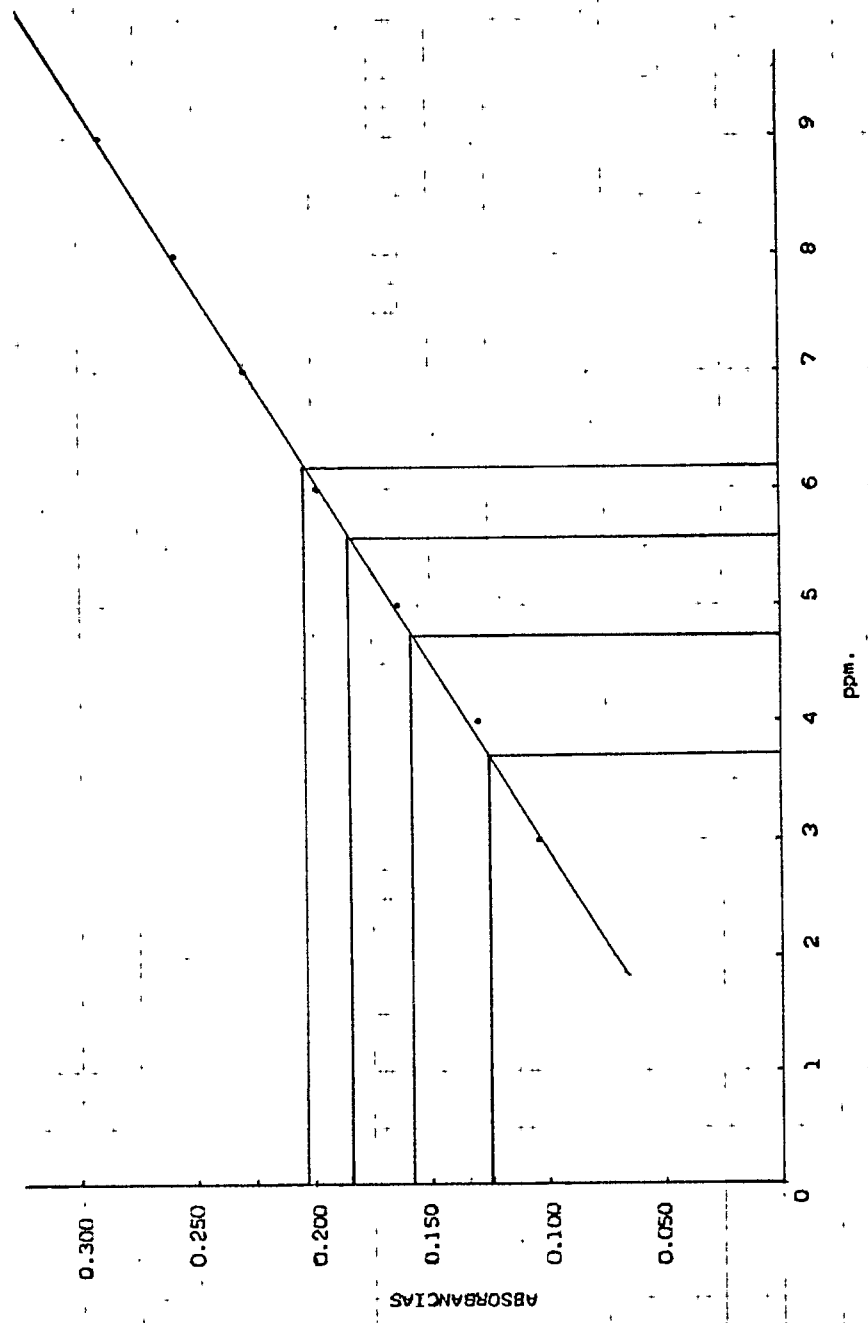
2a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN D-1.



3a. GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN D-1.



4a, GRAFICA DE CONCENTRACION DE FIERRO EN D-I.



METODO ESTADISTICO PARA FIERRO EN EL PRODUCTO D-1.

4 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
0.1032	3.8999	3.9027	1.00071	0.0001	0.00000001
0.1029	4.0199	3.8914	0.9680	-0.0326	0.00106276
0.1036	3.9499	3.9178	0.9918	-0.0088	0.00007744
0.1028	3.7299	3.8876	<u>1.04228</u>	0.0416	<u>0.00173720</u>
			4.0027		0.00287741
			$\bar{X}$ = 1.0006		

Desviación Standard = 0.03096

95 % Límites de Confianza = 0.9513 y 1.0498

5 ppm. PESO (g.)	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
0.1304	4.8999	4.7816	0.9758	-0.024875	0.00061876
0.1313	4.6499	4.8146	1.0354	0.034725	0.00120582
0.1300	4.8999	4.7670	0.9728	-0.027875	0.00077701
0.1303	4.6899	4.7780	<u>1.0187</u>	0.018025	<u>0.00032490</u>
			4.0027		0.00292659
			$\bar{X}$ = 1.0007		

Desviación Standard = 0.031233

95 % Límites de Confianza = 0.9510 y 1.0503

6 ppm.	<u>PESO (g.)</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
	0.1561	5.7999	5.8368	1.0063	0.005475	0.000029975
	0.1554	5.9999	5.8106	0.9684	-0.032425	0.001051380
	0.1557	5.9299	5.8218	0.9817	-0.019125	0.000365760
	0.1554	5.5499	5.8106	<u>1.0469</u>	0.056075	<u>0.002122900</u>
				4.0033		0.003570000

$$\bar{X} = 1.00082$$

Desviación Standard = 0.034496

95 % Límites de Confianza = 0.9459 y 1.0556

7 ppm.	<u>PESO (g.)</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>X</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)</u>	<u>(X-<math>\bar{X}</math>)<sup>2</sup></u>
	0.1818	6.6999	6.6081	0.9863	-0.014775	0.00021830
	0.1815	6.7299	6.5972	0.9803	-0.020775	0.00043160
	0.1817	6.7499	6.6045	0.9784	-0.022675	0.00051415
	0.1807	6.1999	6.5681	<u>1.0593</u>	0.058225	<u>0.00339015</u>
				4.0043		0.00455420

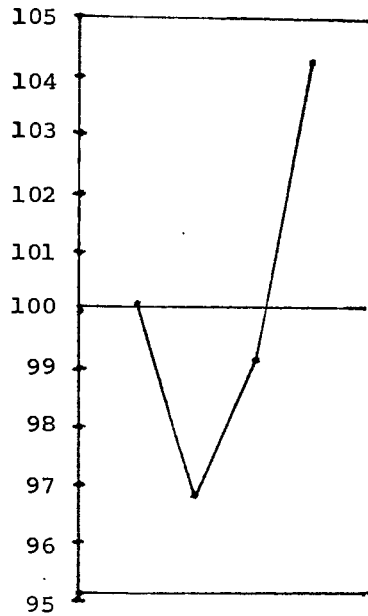
$$\bar{X} = 1.0010$$

Desviación Standard = 0.03896

95 % Límites de Confianza = 0.9391 y 1.0630

Ver gráfica de control, páginas 93, 94, 95 y 96

## GRAFICA DE CONTROL D-1 (FIERRO) (1).



$$X_1 = 100.07$$

$$X_2 = 96.80$$

$$X_3 = 99.18$$

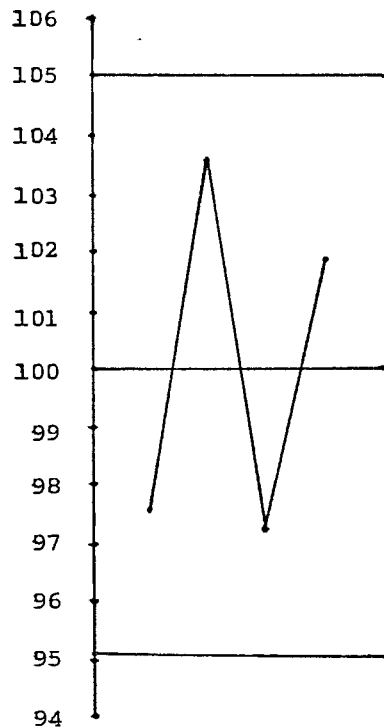
$$X_4 = 104.22$$

$$\bar{X} = 100.06$$

$$\text{Límite superior} = 104.98$$

$$\text{Límite inferior} = 95.13$$

## GRAFICA DE CONTROL. (D-1) (FIERRO) .(2).



$$x_1 = 97.58$$

$$x_2 = 103.54$$

$$x_3 = 97.28$$

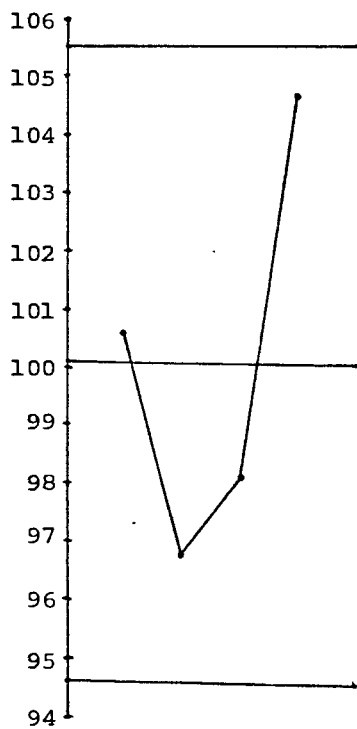
$$x_4 = 101.87$$

$$\bar{x} = 100.08$$

$$\text{Límite superior} = 105.03$$

$$\text{Límite inferior} = 95.10$$

## GRAFICA DE CONTROL D-1.(FIERRO) (3).



$$x_1 = 100.63$$

$$x_2 = 96.84$$

$$x_3 = 98.17$$

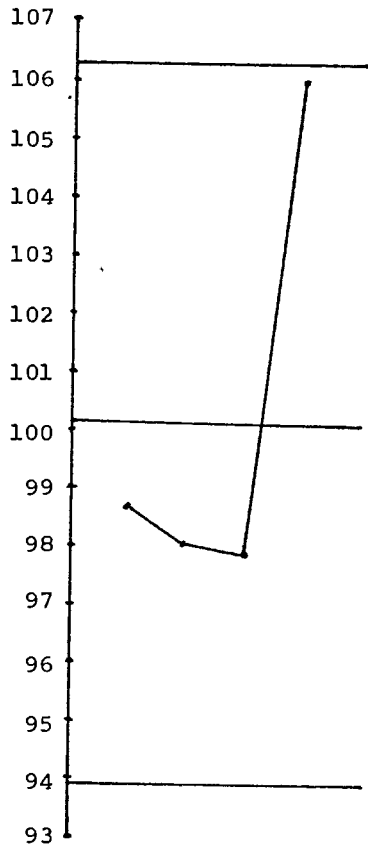
$$x_4 = 104.69$$

$$\bar{x} = 100.08$$

Límite superior = 105.56

Límite inferior = 94.59





GRAFICA DE CONTROL D-1 (FIERRO).(4).

$$X_1 = 98.63$$

$$X_2 = 98.03$$

$$X_3 = 97.84$$

$$X_4 = 105.93$$

$$\bar{X} = 100.10$$

$$\text{Límite superior} = 106.30$$

$$\text{Límite inferior} = 93.91$$

## CAPITULO VIII

### CONCLUSIONES.

Después de haber tratado los datos obtenidos en un modelo estadístico, podemos concluir para cada uno de los resultados de cada producto analizado en lo siguiente:

#### COBRE EN EL PRODUCTO A-2.

De acuerdo, con el método estadístico, se observa que la desviación estandar y los límites de confianza se mantienen constantes, a pesar de los distintos pesos de muestra usados, por lo que se recomienda usar el peso # 4, que es más representativo y que es de 2.9485 g., y cuyos límites de confianza son de 96 y 103 %.

#### FIERRO EN EL PRODUCTO A-1.

De acuerdo con el método estadístico, se observa una desviación estandar lo suficientemente grande en magnitud que nos da unos límites de confianza muy amplios, lo que puede deberse a la no uniformidad del granulado, ya que se observan gránulos de muy diferentes tamaños, así como también polvo fino.

Podemos concluir, que la distribución del ión fierro-

en este producto no es lo suficientemente uniforme.

No se considera, que la desviación estandard tan alta se deba a las condiciones analíticas, sino por la naturaleza misma del producto.

#### FIERRO EN EL PRODUCTO B-1.

De acuerdo con el método estadístico, se observa que la desviación estandard y los límites de confianza son muy similares en los pesos de muestra: 1, 2, 3, 4, por lo tanto vamos a considerar usar el más alto y que es el más representativo e igual a 0.674 g., con los siguientes límites de confianza: 95.0% y 105.0 %.

#### FIERRO EN EL PRODUCTO C-1.

De acuerdo con el método estadístico, se obtuvo que los cuatro pesos de muestra usados, se comportan de una manera similar, por lo que se recomienda usar el peso # 4 y que es de 0.4430 g., con sus límites de confianza 95.0 % y 105.0 % .

#### FIERRO EN EL PRODUCTO D-1.

De acuerdo con el método estadístico, este producto -- tiene el comportamiento del producto anterior, por lo que-

se propone usar el peso # 4 y que es de 0.181 g., con sus límites de confianza de 94.0 % y 106.0 %.

A todos los productos analizados se les representó por medio de gráficas de control, para una mejor comprensión y entendimiento.

Como conclusión final, podemos afirmar que la espectrofotometría por absorción atómica, usada en análisis de rutina de elementos en productos farmacéuticos, especialmente en multivitamínicos con minerales para ser llenados en cápsulas, tiene una gran ventaja en: tiempo y facilidad de análisis en comparación de otros métodos analíticos.

BIBLIOGRAFIA

Amer y R.V. Smith. "Applications of AAs. to Pharmaceu-  
tical Analysis "Lab. Instrument Division. U.S.A. Beckman -  
Instruments, Inc. Fullerton, California. March, 1973.

B.J. Stevens, y J.B. Sanders. "Lead Determination In-  
Blood an Urine, By Atomic Absorption Spectroscopy." Royal-  
Childrens Hospital, Varian Techtron Pty. Ltd. Melbourne -  
Australia. 1972.

B.J. Stevens. "Clinical Applications of Atomic Absorp-  
tion Spectroscopy "Department of Pathology. The Royal Chil-  
drens Hospital. Melbourne Australia. Copyright By Varian -  
Techtron Pty. Ltd. 1970.

C.J. Rowe. "Food Analysis By Atomic Absorption Spec--  
troscopy. Varian Techtron Pty. Ltd. Springvale Australia.-  
1973.

C.R. Parker. "Water Analysis By Atomic Absorption Spec-  
troscopy "Varian Techtron Pty. Ltd. Springvale Australia. -  
1972.

Elwell, W.T. and Gidley, J.A.F. "Atomic Absorption --  
Spectrophotometry "Pergamon, New York. 1966.

E.E. Angino and G.K. Billings. "Atomic Absorption -- Spectrometry in Geology. "Elsevier Publ. Co. Amsterdam, - 144 pp. 1967.

Gary D. Christian. "Medicine, Trace Elements, and Atomic Absorption Spectroscopy. "Department of Chemistry, University of Kentucky. Lexington, Kentucky. U.S.A.

Gale K. Billings. "The Preparation of Geological Samples for Analysis by Atomic Absorption." Louisiana State University, Department of Geology, Baton Rouge, Louisiana -- U.S.A. Copyright by Varian Techtron Pty. Ltd. 1971.

J.E. Allan. "The preparation of Agricultural Samples for Analysis by Atomic Absorption Spectroscopy." Ruakura - Soil Research Station, Hamilton, New Zealand. Copyright by Varian Techtron. 1971.

John A. Dean and Theodore C. Rainss. "Flame Emission- and Atomic Absorption Spectroscopy." Volume 1-Theory. Components and Techniques, Volume 2. Marcel Dekker.

Juan Ramirez Muñoz and Paul T. Gilbert. "Detectability of Elements by Atomic Absorption and Emission Flame Photometry". Beckman Instruments. Inc. Fullerton, California U.S.A. 1969.

John E. Hoover. "Remington's Pharmaceutical Sciences". Mack Publishing Company. Easton Pennsylvania. U.S.A. 1970.

Paul G. Stecher. "The Merck Index An Encyclopedia of Chemicals and Drugs." Merck y Co. Inc. Eight Edition. Rauway N.F. U.S.A. 1968.

Perkin Elmer. "Technique and Applications of Atomic - Absorption." Perkin-Elmer Corporation. Norwalk, Connecti--cut. U.S.A. 1973.

Sabina Slavin. "The New Model 460 Atomic Absorption - Spectrophotometer With microcomputer." Perkin-Elmer Corporation. Norwalk Connecticut. U.S.A. 1975.

Varian Techtron. "Instruction Manual for models 1100- and 1200 Atomic Absorption Spectrophotometers." Varian -- Techtron Pty. Ltd. Melbourne, Victoria, September 1973.

Varian Techtron. "Analytical Methods for Flame Spec--troscopy." Varian Techtron Pty. Ltd. Printed in Melbourne-Australia. 1972.