

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



Universidad de El Salvador
Hacia la libertad por la cultura

**COMPARACION DE LA PRECISION DE LOS METODOS: ULTRAVIOLETA
VISIBLE, ABSORCION ATOMICA Y VALORACION OXIDO-REDUCCION
PARA LA CUANTIFICACION DEL HIERRO EN TABLETAS Y JARABES**

TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR:

CLAUDIA JEANNETH RIVERA MAGAÑA

MARIA ISABEL VASQUEZ ALAS

**PARA OPTAR AL GRADO DE
LICENCIATURA EN QUIMICA Y FARMACIA**

JULIO 2010

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA.

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR:

MSc. RUFINO ANTONIO QUEZADA SANCHEZ.

SECRETARIO GENERAL:

LIC. DOUGLAS VLADIMIR ALFARO CHAVEZ

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

DECANO:

LIC. SALVADOR CASTILLO AREVALO.

SECRETARIA:

MSc. MORENA LIZETTE MARTINEZ DE DIAZ.

COMITE DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

COORDINADORA GENERAL:

Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo.

ASESORA DE AREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS FARMACEUTICOS, COSMETICOS Y VETERINARIOS

MSc. Rocío Ruano de Sandoval.

ASESORA DE AREA DE GESTION AMBIENTAL: TOXICOLOGIA Y QUIMICA LEGAL

Licda. María Luisa Ortiz de López.

DOCENTES DIRECTORES

Lic. Guillermo Antonio Castillo Ruíz

MSc. Eduardo Cortez García

AGRADECIMIENTOS

A DIOS TODO PODEROSO Y A NUESTRA MADRE MARIA, por habernos regalado sabiduría y guiarnos en el desarrollo de nuestros estudios.

A NUESTROS DOCENTES DIRECTORES:

MSc. Eduardo Cortez García y Lic. Guillermo Antonio Castillo Ruiz, por orientarnos con paciencia y comprensión durante la realización de nuestro trabajo.

A LA COORDINADORA GENERAL Y ASESORAS DE ÁREAS:

Lic. María Concepción Odette Rauda Acevedo, MSc. Rocío Ruano de Sandoval, Lic. María Luisa Ortiz de López. Por sus observaciones y recomendaciones las cuales ayudaron a la realización del trabajo de investigación.

A todas las personas que directa o indirectamente colaboraron en la realización de nuestro trabajo de graduación

DEDICATORIA

DIOS:

Por las bendiciones recibidas a lo largo de toda mi vida y por ser la luz, la fuerza, esperanza que me impulsa y me ayuda a superar todos los obstáculos.

LA SANTISIMAVIRGEN MARIA:

Por ser mi protección y mi refugio en los momentos mas difíciles.

MIS PADRES: Jorge Alberto Rivera Peñate.

Haydee Magaña de Rivera.

Porque con su amor, sacrificio y ejemplo me ayudaron a ser la persona que soy, motivándome a no rendirme nunca.

MI HERMANA: Maira Yasmína Rivera de Vindel.

Por apoyarme y darme fuerzas para no rendirme.

MI CUÑADO: José Anixar Vindel.

Quien con sus consejos y apoyo incondicional me ayudo durante toda la trayectoria de mi carrera.

MIS AMIGOS Y AMIGAS:

Por ayudarme y aconsejarme en los momentos de duda.

Claudia Jeanneth Rivera Magaña

DEDICATORIA

A Dios y La Santísima Virgen de Guadalupe: por darme fortaleza, salud, y vida para perseverar hasta el culmen de mi carrera.

A mi Familia:

Mis padres José Lucio Vásquez y Marlene Alas Lemus de Vásquez, por sus consejos, su apoyo y por los valores que solo juntos lograron inculcar en mi persona para seguir el camino correcto.

Mis hermanos Carlos René, Lucio Alberto y Eva Marcela, por estar siempre en los momentos más necesitados.

Mis abuelos †Alberto Alas (Q.D.D.G) y Eva Lemus de Alas, por sus oraciones y creer siempre que un día terminaría mis estudios Universitarios.

Mis sobrinos Karen María, José Javier y Johanna Marlene, por ser una fuente de inspiración en cada momento de mi vida.

Mi novio Nelson Lúe y a su familia, por brindarme su amor, apoyo y comprensión a cada instante.

Mis amigos por ayudarme en los momentos de duda.

María Isabel Vásquez Alas

INDICE

Abreviaturas	
Resumen	
Capítulo I	
1.0 Introducción	xviii
Capítulo II	
2.0 Objetivos	
Capítulo III	
3.0 Marco Teórico	22
3.1 Generalidades.	23
3.1.1. Precisión	23
3.2. Método Ultravioleta Visible.	24
3.2.1. Fundamento	25
3.2.2 Características	25
3.2.3 Aplicaciones	25
3.3. Espectroscopia Absorción Atómica.	25
3.3.1. Descripción	26
3.3.2. Características del método Absorción Atómica	27
3.3.3. Etapas de un análisis por Absorción Atómica	28
3.4. Valoraciones.	28
3.4.1. Requisito de la reacción de valoración	30

3.4.2. Diferentes procedimientos de valoración	31
3.4.3. Tipos de valoraciones	31
3.5. Hierro o Fierro (Metal de Transición).	33
3.5.1. Propiedades químicas	34
3.5.2. Aplicaciones y producción	35
Capítulo IV	
4.0 Diseño Metodológico	38
4.1 Tipo de Estudio	39
4.2 Investigación Bibliográfica.	39
4.3 Investigación de Campo	40
4.4 Investigación Experimental	40
4.4.1. Cuantificación de hierro por el método Ultravioleta Visible	40
4.4.1.1. Formulas para el método Ultravioleta Visible	43
4.4.1.2. Esquema de dilución para tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	47
4.4.1.3. Esquema de dilución para jarabes de Fe elemental	47
4.4.2. Cuantificación de hierro por el método Absorción Atómica	49
4.4.2.1. Formulas para el método Absorción Atómica	51
4.4.2.2. Esquema de dilución para tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	53
4.4.2.3. Esquema de dilución para jarabes de Fe elemental	54
4.4.3. Cuantificación de hierro por el método de valoración (REDOX)	56

4.4.3.1. Formulas para el método de valoración (REDOX)	57
4.4.3.2. Esquema de dilución para tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	58
4.4.3.3. Esquema de dilución para jarabes de Fe elemental	59
Capitulo V	
5.0 Resultados e Interpretación de Resultados	62
Capítulo VI	
6.0 Conclusiones	76
Capítulo VII	
7.0 Recomendaciones	79
Bibliografía	
Glosario	
Anexo	

INDICE DE ANEXOS

Anexos N°

1. Preparación del los estándares
2. Cálculos.
3. Monografía del $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en tabletas y Fe elemental de la Farmacopea de los Estados Unidos. Edición N° 27.
4. Métodos Normalizados para Agua Potable y Residual, APHA
5. Traducción de las monografías de la Farmacopea de los Estados Unidos Edición N° 27.
6. Preparación de reactivos.
7. Estandarización del permanganato de potasio 0.1N VS.
8. Reactivos, materiales y equipos.
9. Fotografías

INDICE DE CUADROS

Cuadro N°		página
1.	Algunos oxidantes comunes utilizados como soluciones patrones.	32
2.	Valores de propiedades físicas.	33
3.	Valores de los productos C, T y S del método Ultravioleta Visible.	63
4.	Valores de los productos F, H y B del método Ultravioleta Visible.	65
5.	Valores de los producto C, T y S del método Absorción Atómica.	67
6.	Valores de los productos F, H y B del método Absorción Atómica.	69
7.	Valores de los producto C, T y S del método Valoración Oxido- Reducción.	71
8.	Valores de los productos F, H y B del método Valoración Oxido- Reducción.	73
9.	Valores obtenidos del estándar de referencia $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a diferentes concentraciones.	

10. Valores obtenidos del estándar de referencia de Fe elemental a diferentes concentraciones.
11. Valores obtenidos del estándar de referencia de Fe elemental a diferentes concentraciones de lecturas directas.
12. Datos obtenidos para la estandarización del KMnO_4 0.1N VS.

INDICE DE FIGURAS

Figura N°	página
1. Equipo Ultravioleta Visible (UV/V)	23
2. Equipo de Absorción Atómica (AA)	25
3. Punto final de la titulación por cambio de color	27
4. Hierro elemental	32
5. Esquema de dilución de los estándares para el método Ultravioleta Visible.	
6. Esquema de dilución de los estándares para el método Ultravioleta Visible.	
7. Esquema de dilución de los estándares para el método Absorción Atómica.	
8. Presentación de formas farmacéuticas	
9. Preparación de muestras	
10. Determinaciones generales	

ABREVIATURAS ⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾

Abs.:	Absorbancia
B	Iberol
CV:	Coefficiente de variación o desviación estándar relativa
C:	Sulfato ferroso
Fe:	Hierro
F:	Ferrun
g:	Gramos
H:	Hierrum
Mg:	Miligramos
mL:	Mililitros
n:	Numero de muestras analizadas
Nm:	Nanometros
S_T:	desviación estándar
S:	Serrum
T:	Terrum

RESUMEN

La precisión en los métodos analíticos, ha cobrado interés y aplicación en los últimos tiempos, sobre todo cuando se quiere aplicar un método y no se cuenta con equipos, reactivos, etc. y se tiene que realizar modificaciones; por lo que es necesario obtener la precisión de estos métodos modificados. Por lo cual la presente investigación tiene como objetivo comparar la precisión de los tres métodos de análisis (Ultravioleta Visible, Absorción Atómica y Valoración Oxido-Reducción), se recolectaron muestras sólidas (tabletas) teniendo en su composición sulfato ferroso heptahidratado; y líquidas (jarabes) conteniendo hierro elemental, las cuales después de un previo tratamiento requerido para el análisis, se sometieron a cuantificación del hierro según procedimiento de cada uno de los métodos antes mencionados, encontrados en la bibliografía consultada. Cabe hacer ver, que los métodos analíticos utilizados en este trabajo, fueron modificados con el propósito de usar procedimientos alterno, sin pretender afectar su precisión, sino por el contrario, tratando de evitar con algunos reactivos posibles interferencias en la absorción de radiación que presenta el hierro de las muestras utilizadas. De esta manera, para el método de Absorción Atómica, el procedimiento que la bibliografía reporta, para tabletas y jarabes debe utilizarse cloruro de lantano, el cual fue omitido en dicha práctica, mientras que para el método Ultravioleta también se omitió el acetato de amonio y para el método de Valoración Oxido-Reducción se sustituyó el

sulfato cerico por permanganato de potasio 0.1N. De acuerdo a los resultados obtenidos, es posible comparar los métodos espectrofotométricos Ultravioleta Visible y Absorción Atómica, pues los valores obtenidos del porcentaje del coeficiente de variación estén dentro de los valores establecidos por la bibliografía⁽²⁾; pero no puede hacerse lo mismo con el método de Valoración Oxido-Reducción, cuyos valores de porcentaje de coeficiente de variación para el sulfato ferroso heptahidratado en tabletas y hierro elemental en jarabes, no es conforme a lo reportado en la bibliografía tomada como base. Se recomienda validar los métodos espectrofotométricos Ultravioleta Visible y Absorción Atómica, modificados en la presente investigación y propuestos como métodos en el análisis de jarabes y tabletas.

**CAPITULO I
INTRODUCCIO**

1.0 Introducción

La búsqueda de nuevos métodos de análisis más rápidos, selectivos y sensibles es uno de los objetivos esenciales de la química analítica. En la práctica, resulta muy difícil encontrar métodos analíticos que combinen estas tres cualidades en general, alguna de ellas debe ser sacrificada en beneficio de las otras. En cuanto a métodos de cuantificación, anteriormente los gravimétricos eran preferidos, por lo general, a los volumétricos. Con el avance de las ciencias y la tecnología, el siglo XX se ha caracterizado por la creación de nuevos instrumentos como el pH-metro y el gran desarrollo de los métodos Espectroscópicos, Ultravioleta Visible, Espectroscopia Infrarroja, Absorción Atómica entre otros.

En esta investigación se tomaron en cuenta tres métodos de análisis cuantitativos los cuales son: Espectrofotometría Ultravioleta Visible, Espectrofotometría de Absorción Atómica y un Trirrimetrico con la técnica de Valoración Oxido-Reducción. Debido a que no se han encontrado estudios donde se haya comparado la precisión de los métodos anteriores, utilizando la cuantificación del hierro presente en tres productos comerciales tabletas y jarabes, de origen nacional, se hace pertinente en este trabajo la utilización de tales métodos; para el cual se tomó como analito el hierro, por ser uno de los metales utilizado en la industria farmacéutica para preparados antianémicos. Para ello, las muestras se adquirieron en farmacias que se encuentran ubicadas a la periferia de la Universidad de El Salvador.

Las muestras recibieron un tratamiento previo para luego someterlas a la cuantificación de hierro por Espectrofotometría Ultravioleta Visible, Espectrofotometría de Absorción Atómica y Valoración de Oxido-Reducción. A la par de las muestras, también se llevó un estándar y un blanco. Con los valores obtenidos de las lecturas espectrofotométricas y volumétricas, se realizaron los cálculos respectivos para hacer la comparación de precisión entre los métodos mencionados, donde los cálculos del coeficiente de variación para los métodos Ultravioleta Visible y Absorción Atómica son precisos según bibliografía consultada⁽²⁾, no así para el método de Valoración Oxido- Reducción. Todo el proceso experimental para esta investigación se realizó en los laboratorios de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador y en el Instituto de Investigación y Desarrollo de Química Biológica S.A de C.V (IQB), el cual está ubicado en Santa Tecla en el departamento de la Libertad, todo esto se llevo a cabo en un período de un año.

CAPITULO II
OBJETIVOS

2.0 OBJETIVOS

2.1. Objetivo General

Comparar la precisión de los métodos Ultravioleta Visible, Absorción Atómica y Valoración Oxido-Reducción para la cuantificación de hierro en tabletas y jarabes.

2.2. Objetivos Específicos

- 2.2.1. Seleccionar seis productos comerciales que contengan hierro de los cuales tres en forma de tabletas y tres en forma de jarabes de origen nacional.
- 2.2.2. Cuantificar el hierro contenido en tabletas y jarabes por medio del método de Espectrofotometría Ultravioleta Visible y Absorción Atómica.
- 2.2.3. Cuantificar el hierro presente en tabletas y jarabes por el método de Valoración (Oxido- Reducción).
- 2.2.4. Obtener la precisión de los tres métodos de análisis según lo rotulado y compararlos con los valores teóricos requeridos según bibliografía.

CAPITULO III
MARCO TEORICO

3.0 MARCO TEORICO

3.1. GENERALIDADES

3.1.1. PRECISION ⁽²⁾

Es la cercanía o grado de concordancia entre los resultados de las pruebas individuales cuando se aplica el método repetidamente a múltiples muestreos de una muestra homogénea. Por lo general se expresa como la desviación estándar (S), varianza (S^2), o coeficiente de variación (= desviación estándar relativa, R.S.D) de una serie de mediciones. Está relacionada con la dispersión de las medidas alrededor de su valor medio o central y corresponde al grado de concordancia entre ensayos individuales cuando el método se aplica repetidamente a múltiples alícuotas de una muestra homogénea. Se puede calcular la precisión: **1. del sistema y 2. del método.**

Para la precisión del Sistema: se prepara una solución estándar correspondiente al 100% establecido en la linealidad del sistema y se analiza por sextuplicado (6), manteniendo las mismas condiciones: es decir el mismo analista, día e instrumento. Para la precisión del Método: se determina una muestra homogénea del producto cercana al 100% de la concentración teórica, analizada por dos analistas, en días e instrumentos diferentes. Se pueden considerar 3 niveles de precisión:

2.1 Repetibilidad: es la precisión considerada en 3 concentraciones, bajo las mismas condiciones de funcionamiento sobre un corto intervalo de tiempo o precisión intra ensayo.

2.2 Precisión intermedia (Precisión del método): que expresa variaciones dentro del mismo laboratorio: días, analistas y equipos.

2.3 Reproducibilidad: expresa la precisión entre diferentes laboratorios, laboratorio 1 y 2

Criterios de aceptación

CV ≤ 2% para métodos cromatográficos y volumétricos

CV ≤ 3% para métodos químicos o espectrofotométricos

3.2. METODO ULTRAVIOLETA VISIBLE ⁽⁵⁾⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾



Figura Nº 1 Equipo Ultravioleta Visible (UV/V)

Desde hace muchos años se ha usado el color como ayuda para reconocer las sustancias químicas; al reemplazar el ojo humano por otros detectores de radiación se puede estudiar la absorción de sustancias, no solamente en la zona del espectro visible, sino también en ultravioleta e infrarrojo. Se denomina espectrofotometría al análisis químico que utiliza la luz para medir la concentración de las sustancias químicas en función de las longitudes de onda.

3.2.1. Fundamento

Se basa en la absorción de radiación ultravioleta y visible por el analito, originándose un estado activado que posteriormente elimina su exceso de energía en forma de calor.

3.2.2. Características.

Una amplia aplicación del sistema orgánica, inorgánicas y bioquímicas, su sensibilidad, límites de detección relativamente altos (10^{-4} a 10^{-7} M), su sensibilidad moderada a alta, exactitud y precisión razonable (errores relativos son de 1 a 3%), son rápidos y convenientes. Además, los métodos espectrofotométricos se puede automatizar fácilmente.

3.2.3. Aplicaciones

Se emplean en análisis cuantitativo y cualitativo de soluciones conocidas o solución desconocida en un laboratorio de investigación, estandarización de

colores de diversos materiales, como medicamentos, plásticos y pinturas, detección de niveles de contaminación de aire y agua, y determinación de trazas de impurezas en alimentos y en reactivos.

3.3. ESPECTROSCOPIA ABSORCIÓN ATÓMICA. (12)(13)



Fig. Nº 2 Equipo de Absorción Atómica (AA)

La espectroscopia de absorción atómica (a menudo llamada AA) es un método instrumental de la química analítica que determina una gran variedad de elementos al estado fundamental como analitos.

3.3.1. Descripción

Es un método instrumental que está basado en la atomización del analito en matriz líquida y que utiliza comúnmente un nebulizador pre-quemador (o cámara de nebulización) para crear una niebla de la muestra y un quemador con forma de ranura que da una llama con una longitud de trayecto más larga. La niebla atómica es desolvatada y expuesta a una energía a una determinada longitud de onda emitida ya sea por una lámpara de cátodo hueco construida con el mismo analito a determinar o una lámpara de descarga de electrones. En

otras palabras la absorción atómica es el proceso que ocurre cuando átomos de un elemento en estado fundamental absorben energía radiante a una longitud de onda específica y luego la pierden en forma de calor. La temperatura de la llama es lo bastante baja para que la llama de por sí no excite los átomos de la muestra de su estado fundamental. El nebulizador y la llama se usan para desolvatar y atomizar la muestra, pero la excitación de los átomos del analito es hecha por el uso de lámparas que brillan a través de la llama a diversas longitudes de onda para cada tipo de analito.

En AA la cantidad de luz absorbida después de pasar a través de la llama determina la cantidad de analito existente en la muestra. Hoy día se utiliza frecuentemente una mufla de grafito (u horno de grafito) para calentar la muestra a fin de desolvatarla y atomizarla, aumentando la sensibilidad. El método del horno de grafito puede también analizar algunas muestras sólidas o semisólidas. Debido a su buena sensibilidad y selectividad, sigue siendo un método de análisis comúnmente usado para ciertos elementos traza en muestras acuosas (y otros líquidos). Otro método alternativo de atomización es el generador de hidruros.

3.3.2 Características de la Absorción Atómica

- Es un excelente método para la determinación de elementos a nivel de trazas.
- El método está basado en la absorción de radiación electromagnética, cumpliéndose la ley de Beer.

-Sensibilidad se define como la concentración en solución del elemento a determinar que origina una absorbancia de 0,004 (1% de absorción) unidades a la longitud de onda usada, respecto al disolvente (blanco).

-Límite de detección es la más baja concentración que estadísticamente puede distinguirse del cero (blanco).

3.3.3 Etapas de un análisis por Absorción Atómica

* Preparación y disolución de las muestras.

- sustancias inorgánicas

- sustancias orgánicas

* Selección de la longitud de onda adecuada para cada elemento.

3.4. VALORACIONES (6)(8)(11) (14)



Fig. Nº 3 Punto final de la titulación por cambio de color

Los métodos por valoración comprenden un grupo grande y poderoso de procedimientos cuantitativos que se basan en la medición de la cantidad de un reactivo de concentración conocida que se consume por el analito.

En general, las valoraciones se realizan agregando cuidadosamente un reactivo de concentración conocida a una solución de la sustancia, hasta que se verifique que la reacción entre ambos ha sido completa, luego se mide el volumen del reactivo empleado. La solución del reactivo de composición exactamente conocida que se utiliza en una valoración recibe el nombre de solución valorada o solución patrón.

La exactitud con que se conoce su concentración pone un límite definido a la exactitud del análisis. En general, la concentración de estas soluciones se determina por uno de los métodos siguientes.

- 1) Se valora con el reactivo una cantidad pesada exactamente de un compuesto puro, y se calcula la concentración de aquél a partir de la correspondiente medición del volumen consumido.
- 2) La solución patrón se prepara diluyendo una cantidad exactamente pesada del propio reactivo puro, a un volumen conocido exactamente.

En ambos casos se necesita un compuesto químico extremadamente puro llamado patrón primario o sustancia tipo primario como material de referencia.

El proceso por el cual se determina la concentración de una solución por valoración de un patrón primario se denomina estandarización o simplemente valoración. Para la detección del punto final en análisis volumétrico consiste en agregar unos determinados compuestos químicos que experimentan un cambio de color a consecuencia de las variaciones de concentración que tienen lugar en los alrededores del punto de equivalencia. Dichos compuestos reciben el nombre de indicadores.

3.4.1. Requisitos de las reacciones de valoración ⁽¹²⁾

- 1) Su estequiometría ha de estar definida en las condiciones experimentales en las que se lleve a cabo la valoración.
- 2) Debe poseer una constante de equilibrio elevada para garantizar que la reacción sea completa.
- 3) Debe ser rápida, es decir presentar una cinética adecuada. En las reacciones de precipitación y redox suelen ser necesarios catalizadores o elevar la temperatura.
- 4) Se debe disponer de sistemas indicadores del punto final. Mayor disponibilidad en las valoraciones ácido-base.
- 5) Deben presentar selectividad. Apropia selección de las condiciones experimentales.

3.4.2. Diferentes procedimientos de valoración

3.4.2.1. Valoración directa

El reactivo valorante se añade al analito hasta que la reacción es completa. Deben darse los requisitos de reacción estequiométrica, cuantitativa, rápida, selectiva y que disponga de sistemas indicadores del punto final adecuados.

3.4.2.2. Valoración por retroceso o indirecta

Se añade al analito un exceso medido del reactivo valorante y se determina este exceso. Este exceso se determina mediante un nuevo valorante. Este tipo de valoraciones se lleva a cabo cuando no se cumple alguno de los requisitos anteriores.

3.4.3. Tipos de valoraciones ⁽¹⁰⁾.

Los métodos volumétricos se pueden clasificar en cuatro categorías principales, según la naturaleza de la reacción.

Valoración ácido–base: basadas en la reacción de neutralización entre el analito y una disolución de ácido o base que sirve de referencia. Para determinar el punto final, usan un indicador de pH, un pH-metro, o un medidor de conductancia.

Valoración redox: basadas en la reacción de oxidación-reducción o reacción redox entre el analito y una disolución de oxidante o reductor que sirve de referencia. Para determinar el punto final, usan un potenciómetro o un indicador

redox aunque a veces o bien la sustancia a analizar o la disolución estándar de referencia tienen un color suficientemente intenso para que no sea necesario un indicador adicional.

Valoración complejométrica: basadas en la reacción de formación de un complejo entre el analito y la sustancia valorante. El agente quelante. EDTA es muy usado para titular iones metálicos en disolución. Estas valoraciones generalmente requieren indicadores especializados que forman complejos más débiles con el analito. Un ejemplo es Negro de Eritrocromo T para valoración de iones calcio, magnesio o cobre (II).

Valoraciones por precipitación: Son aquellas basadas en las reacciones de precipitación. Uno de los tipos más habituales son las Argentometrías: precipitación de aniones como los halógenos (F^- , Cl^- , Br^- , I^-) y el tiocianato (SCN^-) con el ión plata. Ag^+ . Esta titulación está limitada por la falta de indicadores apropiados.

Cuadro N° 1 Algunos oxidantes comunes utilizados como soluciones patrón ⁽³⁾

Reactivos y formulas	Productos de reducción	Potencial estándar, v	Valorado con	Indicador	Estabilidad
<i>Permanganato de potasio</i> $KMnO_4$	Mn^{2+}	1.51	$Na_2C_2O_4$, Fe , As_2O_3	MnO_4^-	Moderadamente estable
<i>Bromato de potasio</i> $KBrO_3$	Br^-	1.44	$KBrO_3$	α -Naftoflavona	Estable indefinidamente

Cuadro N° 1 continuación.

Cerio(IV), Ce ⁴⁺	Ce ³⁺	1.44	Na ₂ C ₂ O ₄ , Fe, As ₂ O ₃	Complejo de 1,10-fenantroli na con hierro(II) (ferroina)	Estable indefinidamen te
Dicromato de potasio K ₂ Cr ₂ O ₇	Cr ³⁺	1.33	K ₂ Cr ₂ O ₇ , Fe	Ácido difenilaminosulf onico	Estable indefinidamen te
Yodo I ₂	I ⁻	0.536	BaS ₂ O ₃ .H ₂ O , Na ₂ S ₂ O ₃	Almidón	Ligeramente inestable

3.5. Hierro o Fierro (Metal de Transición) ⁽¹⁷⁾



Fig. N° 4 Hierro Elemental

Etimología: La palabra Hierro proviene del latín Ferrum, la hematita proviene del griego haimatites, sanguíneo, en alusión a su color.

Cuadro N° 2 Valor de las propiedades físicas ⁽¹²⁾

Masa Atómica	55,845 uma
Punto de Fusión	1.535 °C
Punto de Ebullición	2.750 °C
Densidad	7874 kg/m ³
Dureza	4,5 Mohs
Potencial Normal de Reducción	- 0,04 V Fe ³⁺ Fe solución ácida

Cuadro N° 2 continuación.

Conductividad Térmica	72,80 J/m s °C
Conductividad Eléctrica	103,0 (mOhm.cm) ⁻¹
Calor Específico	459,80 J/kg °K
Calor de Fusión	14,9 kJ/mol
Calor de Vaporización	351,0 kJ/mol
Calor de Atomización	418,0 kJ/mol de átomos
Estados de Oxidación	-2, -1, +1, +2, +3, +4, +5, +6
1ª Energía de Ionización	759,3 kJ/mol
2ª Energía de Ionización	1561,1 kJ/mol
3ª Energía de Ionización	2957,3 kJ/mol
Afinidad Electrónica	15,7 kJ/mol
Radio Atómico	1,26 Å
Radio Covalente	1,17 Å
Radio Iónico	Fe ⁺² = 0,76 Å Fe ⁺³ = 0,64 Å
Volumen Atómico	7,1 cm ³ /mol
Polarizabilidad	8,4 Å ³
Electronegatividad (Pauling)	1,83

3.5.1. Propiedades Químicas

Químicamente, el hierro es un metal activo. Se combina con los halógenos, azufre, fósforo, carbono y silicio. Desplaza al hidrógeno de la mayoría de los ácidos diluidos. Expuesto al aire húmedo, se corroe lentamente, formando un

óxido férrico hidratado de color marrón rojizo y textura porosa, usualmente conocido como hollín. La formación de hollín es un fenómeno electroquímico, impurezas presentes en el hierro forma un par eléctrico con el hierro metal. El agua procedente de la atmósfera proporciona una solución electrolítica y se establece una pequeña corriente. En este proceso el hierro metal se descompone y reacciona con el oxígeno del aire para formar hollín. La reacción es más rápida en los lugares donde se acumula el hollín y también se favorece por la presencia de agua y electrolitos como la sal. El hierro se combina directamente con la mayoría de no metales. Calentado al rojo blanco, arde en el oxígeno formando óxido ferrosférrico y descompone el vapor de agua liberando hidrógeno. Se disuelve en los ácidos diluidos, pero cuando se sumerge en el ácido nítrico concentrado, forma una capa de óxido que lo hace pasivo, esto no reacciona químicamente con ácidos ni con otras sustancias. La capa protectora de óxido se rompe fácilmente y entonces vuelve a ser activo

3.5.2. Aplicaciones y producción.

El hierro es el metal más usado, con el 95% en peso de la producción mundial de metal. El hierro puro (pureza a partir de 99,5% no tiene demasiadas aplicaciones, salvo excepciones para utilizar su potencial magnético. El hierro tiene su gran aplicación para formar los productos siderúrgicos, utilizando este como elemento matriz para alojar otros elementos aleantes tanto metálicos como no metálicos, que confieren distintas propiedades al material.

Se considera que una aleación de hierro es acero si contiene menos de un 2% de carbono; si el porcentaje es mayor, recibe el nombre de fundición.

Algunos compuestos de hierro son empleados para propósitos medicinales en el tratamiento de la anemia, cuando la cantidad de hemoglobina o el número de los glóbulos rojos de la sangre disminuye. El hierro se usa también en la preparación de tónicos. Forma compuestos ferrosos en los que actúa con valencia +2 y férricos en los que tiene valencia +3. Los compuestos ferrosos se oxidan fácilmente a férricos. El más importante compuesto ferroso es el sulfato ferroso (FeSO_4), llamado vitriolo verde; normalmente se presenta en cristales de color verde pálido hidratados con siete moléculas de agua y se usa como un mordiente en el teñido, como medicina en tónicos y en la fabricación de tinta y pigmentos. El óxido férrico, un polvo rojo amorfo, se obtiene por tratamiento de sales férricas con una base o por oxidación de la pirita. Se usa como pigmento, conocido como rojo hierro o rojo Veneciano; como un abrasivo para pulir y como medio magnetizable sobre discos y cintas magnéticas. El cloruro férrico, cristales brillantes de color verde oscuro, se obtiene calentando hierro en cloro, se usa en la medicina como una solución alcohólica llamada tintura de hierro. Los iones ferroso y férrico se combinan con el cianuro para formar compuestos complejos de cianuro. El ferrocianuro férrico ($\text{Fe}_4 [\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$), azul oscuro, sólido amorfo formado por la reacción de ferrocianuro de potasio con una sal férrica, se llama azul Prusia. Se usa como

pigmento en la pintura y en lavandería para corregir el matiz amarillento que dejan las sales ferrosas en el agua. El ferrocianuro de potasio ($K_3Fe(CN)_6$), se obtiene a partir del ferrocianuro ferroso ($Fe_3[Fe(CN)_6]_2$) y se usa en procesar papel de copia. El hierro también experimenta reacciones fisicoquímicas con el carbono que son esenciales en la formación de acero.

CAPITULO IV
DISEÑO METODOLOGICO.

4.0 DISEÑO METODOLOGICO.

4.1 Tipo de estudio:

Prospectivo: Debido a que la investigación pueda ser utilizada en el futuro.

Experimental: Se incluyeron determinaciones prácticas, llevándose a cabo en los laboratorios de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador e Instituto de Investigación y Desarrollo de Química Biológica S.A de C.V (IQB), el cual está ubicado en Santa Tecla, Departamento de la Libertad.

4.2. Investigación bibliográfica:

Se realizaron consultas en las siguientes bibliotecas:

Benjamín Orozco de la Facultad de Química y Farmacia Universidad de El Salvador.

Facultad de Química y Farmacia de la Universidad Alberto Masferrer (USAM).

Facultad de Medicina de la Universidad Nueva San Salvador (UNSSA).

Información virtual (Internet)

4.3. Investigación de campo

Universo: Formas farmacéuticas sólidas y líquidas que contienen hierro.

Muestra: Tres productos comerciales sólidos (tabletas) y tres productos líquidos (jarabes) de origen nacional, comercializadas en farmacias que se encuentran ubicadas en la periferia de la Universidad de El Salvador.

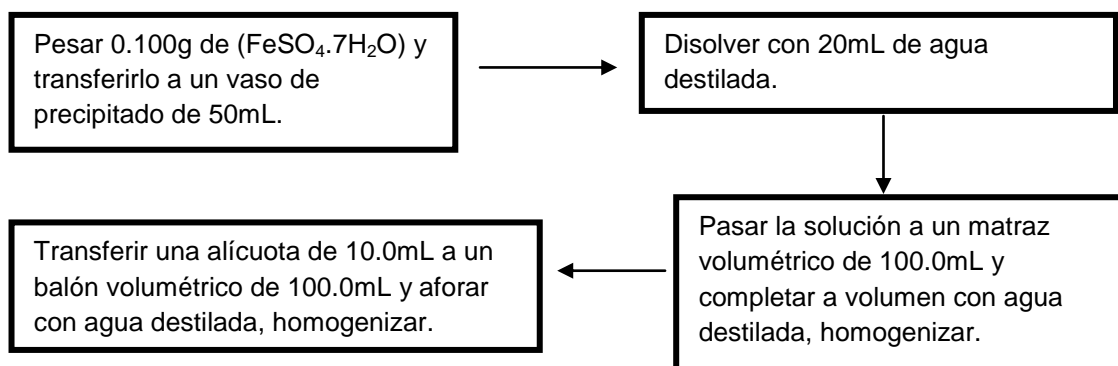
Tipo de muestreo: Dirigido y puntual; porque los productos comerciales que se adquirieron son de origen nacional y en su formulación contienen hierro.

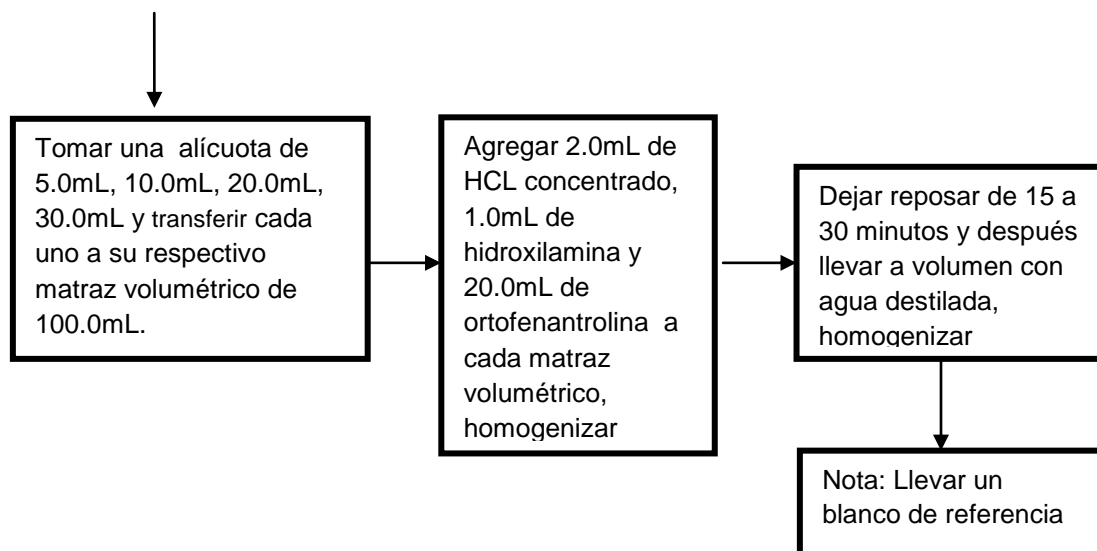
4.4. Parte experimental

4.4.1. Cuantificación de hierro por el método Ultravioleta Visible:

A) Tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$:⁽³⁾⁽¹⁶⁾

Preparación de la solución estándar de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 30 $\mu\text{g}/\text{mL}$).

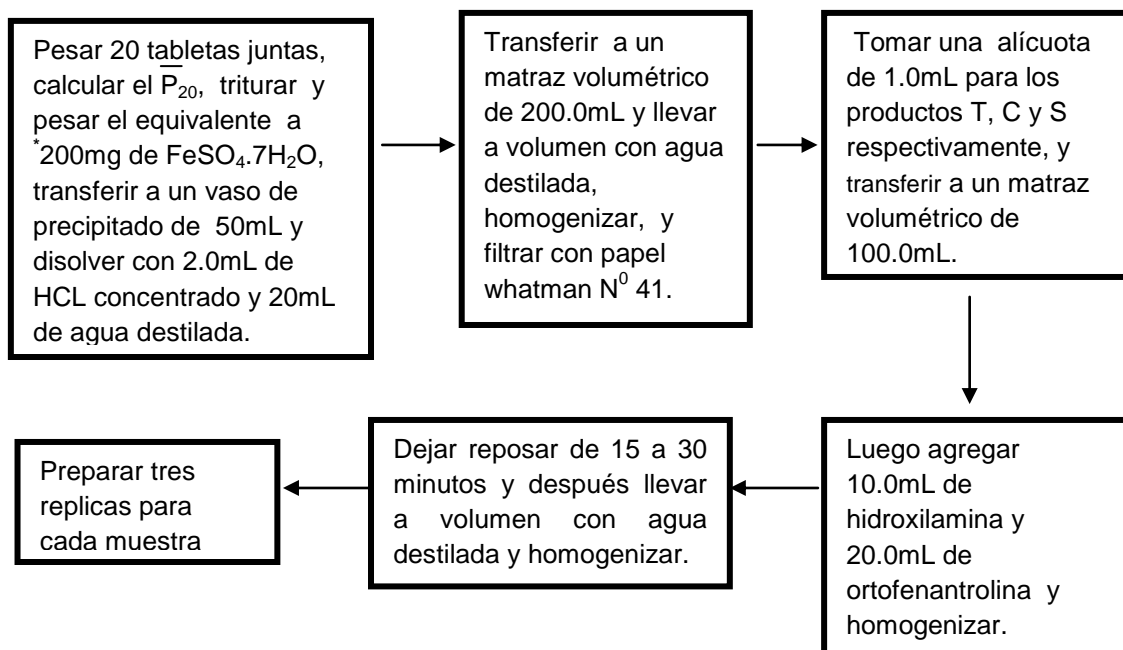




Preparación de la muestra $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Para efectos de identificación de las muestras se usaron las siguientes

Abreviaturas: T, C y S. Ver página de abreviaturas.

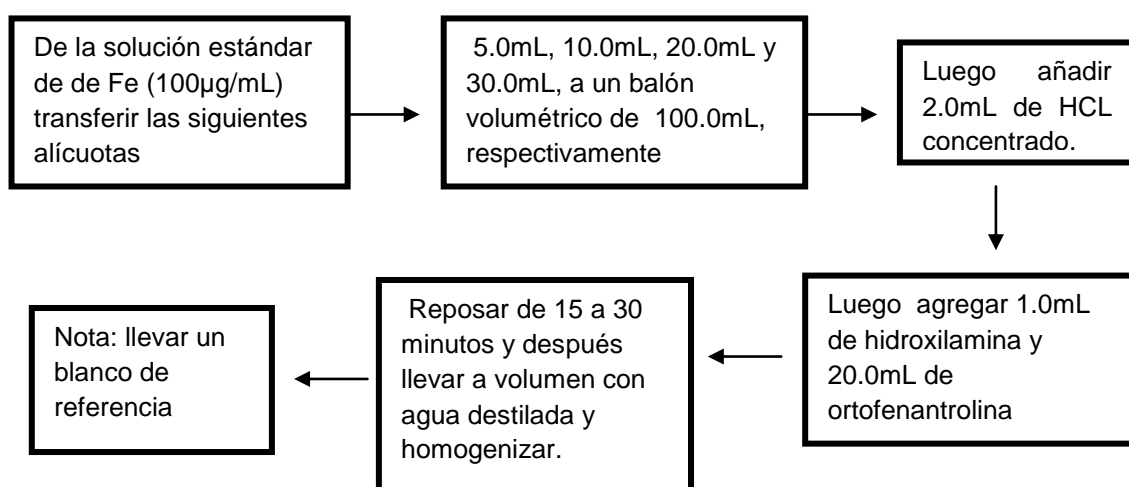


* Ver anexo N° 2

Nota: Se tomó de base el método del APHA₍₃₎, al cual se le realizó modificaciones para efectos de esta investigación.

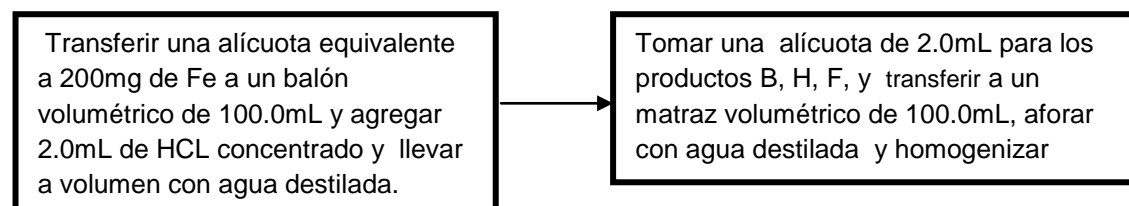
B) Jarabes. :₍₃₎₍₁₆₎

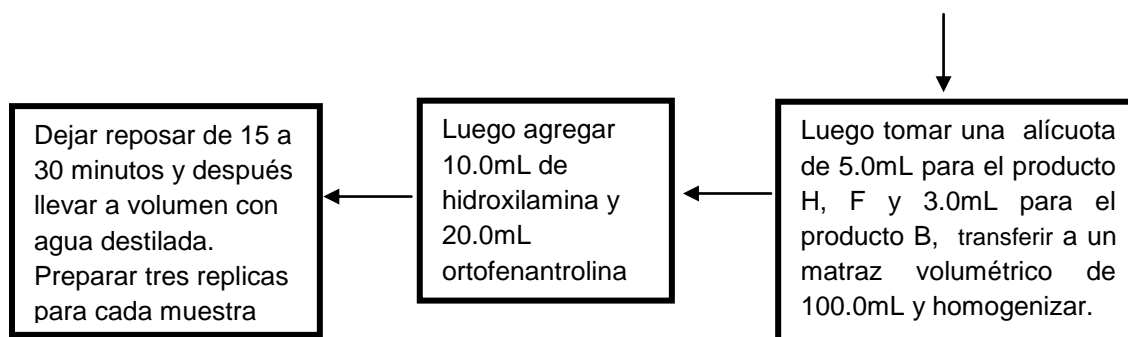
Soluciones estándar de Fe (5 µg/mL, 10 µg/mL, 20 µg/mL, 30µg/mL).



Preparación de la muestra de Fe.

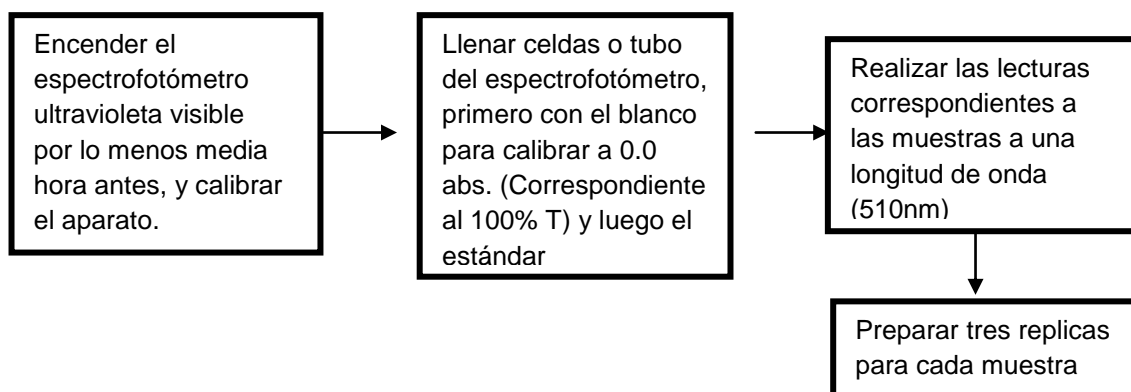
Para efectos de identificación de las muestras se usaron las siguientes abreviaturas: H, F y B.





Procedimiento para la cuantificación de muestras de tabletas

($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), jarabes (Fe) y estándar de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y Fe.



Nota: Se tomó de base el método del APHA₍₃₎, al cual se le realizó modificaciones para efectos de esta investigación. Ver anexo N° 4.

4.4.1.1. FORMULAS PARA EL METODO ULTRAVIOLETA VISIBLE (2)

Calcular el peso equivalente para tableta de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Peso promedio de 20 tabletas juntas (\bar{P}_{20})g → mg rotulados de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

X (g a pesar) ← mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Calcular la alícuota equivalente para jarabes de Fe elemental.

mg rotulados de Fe \longrightarrow mL contenidos en la unidad de dosis.

mg de Fe \longrightarrow X (mL equivalentes a tomar)

Factor de Dilución de la muestra de tabletas y jarabes.

$$FD = \frac{\text{Volúmenes hechos}}{\text{Alícuotas tomadas}}$$

Cálculos para encontrar los miligramos de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en tabletas y Fe elemental en jarabes en el peso de muestra.

$$C_{mx} = \frac{A_{mx} \times C_{st} \times FD}{A_{st}}$$

C_{mx} : concentración de la muestra.

C_{st} : concentración del estándar.

A_{mx} : absorbancia de la muestra.

A_{st} : absorbancia del estándar.

FD: Factor de dilución.

Cálculos para encontrar los miligramos de sulfato ferroso heptahidratado en el peso promedio de veinte tabletas.

mg encontrados de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \longrightarrow Peso real de muestra (g)

X \longleftarrow Peso promedio de 20 tabletas juntas (g)

X = mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ de tabletas.

Cálculos para encontrar los miligramos de Fe elemental por unidad de dosis en jarabes.

mg de Fe encontrados \longrightarrow en mL de alícuota de muestra original
 $X \longleftarrow$ y (mL de dosis).

$X =$ mg de Fe por unidad de dosis.

Cálculos para encontrar el porcentaje sobre lo rotulado en tabletas y jarabes.

mg rotulados de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ o Fe elemental \longrightarrow 100%
 (según forma farmacéutica)

mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ /tab o mg de Fe/unidad de dosis \longrightarrow X%

$X =$ porcentaje sobre lo rotulado de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ o Fe elemental.

Fórmula para encontrar la Media Aritmética para tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y jarabes de Fe elemental.

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

Donde:

$\bar{y} =$ Media aritmética

$y =$ porcentaje sobre lo rotulado.

$n =$ número de muestras analizadas.

Fórmula para encontrar la Desviación Estándar para tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y jarabes de Fe elemental.

$$S_T = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$$

Donde:

S_T = Desviación estándar

y = porcentaje sobre lo rotulado

n = número de muestras analizadas.

Fórmula para encontrar el Coeficiente de Variación para tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y jarabes de Fe elemental.

$$\%CV = \frac{S_T \times 100}{\bar{y}}$$

Donde:

\bar{y} = Media aritmética

%CV = Coeficiente de Variación

S_T = Desviación estándar

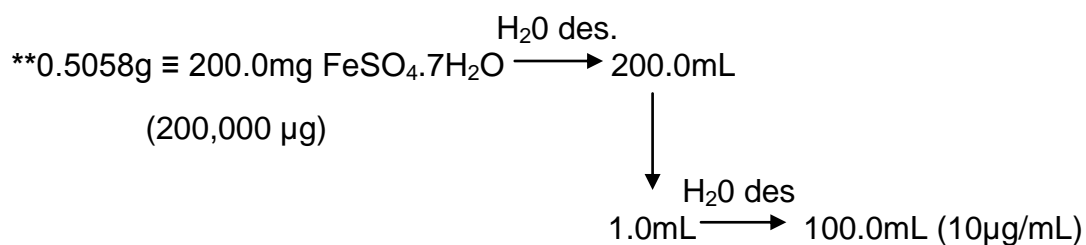
4.4.1.2. ESQUEMA DE DILUCIÓN PARA TABLETAS DE $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Producto C y T

Rotulan: 300.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Producto S

Rotula: 200.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$



** Ver cálculo en anexo N° 2.

Factor de Dilución de la muestra de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

$$\text{FD} = \frac{200 \times 100}{1} = 20,000$$

4.4.1.3. ESQUEMA DE DILUCIÓN PARA JARABES DE Fe ELEMENTAL

PRODUCTOS F Y H.

Rotula: cada 5.0mL contiene 50.0mg de Fe elemental.

Alícuota equivalente de Fe elemental.

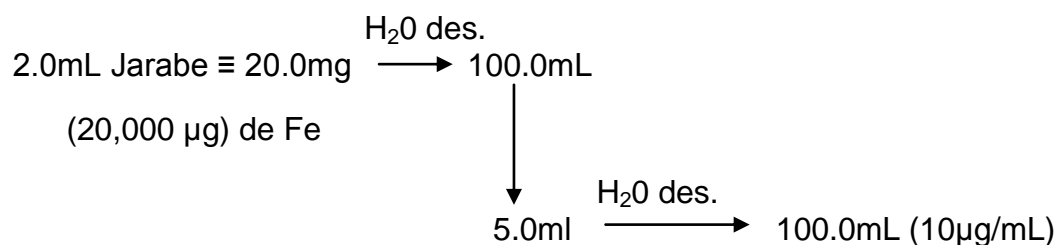
$$\begin{array}{ccc}
 50.0\text{mg de Fe} & \longrightarrow & 5.0\text{mL} \\
 200.0\text{mg} & \longrightarrow & X \qquad X = 20.0\text{mL de jarabe}
 \end{array}$$

Miligramos de Fe elemental presentes en 2.0mL de jarabe.

50.0mg rotulados de Fe \longrightarrow 5.0mL de unidad de dosis.

X \longleftarrow 2.0mL de jarabe

X = 20.0mg de Fe elemental teóricos

**Factor de Dilución de la muestra de Fe elemental.**

$$FD = \frac{100 \times 100}{5} = 2,000$$

PRODUCTO B

Rotula: cada 100.0mL contiene 80.0mg de Fe elemental.

Alícuota equivalente de Fe elemental.

80.0mg rotulado de Fe \longrightarrow 100.0mL de jarabe

200.0mg de Fe \longrightarrow X

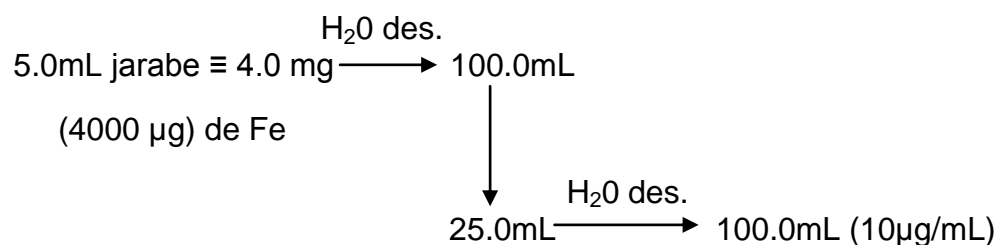
X = 250mL de jarabe.

Miligramos de Fe elemental presentes en 5.0mL de jarabe.

80.0mg rotulado de Fe ← 100.0mL de jarabe

X ← 5.0mL contenidos en unidad de dosis

X = 4.0mg de Fe elemental teóricos.



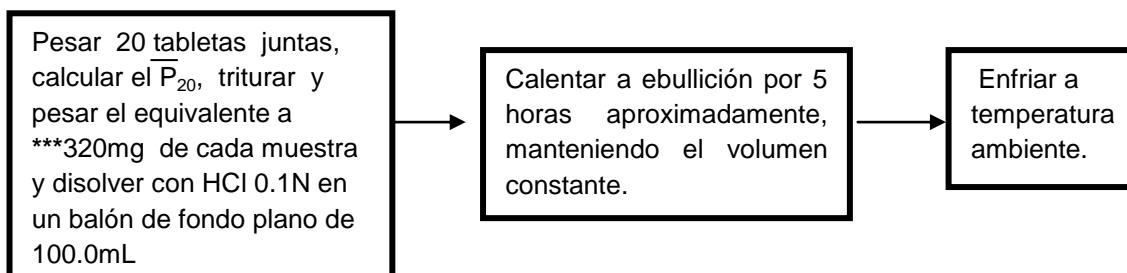
Factor de Dilución de la muestra de Fe elemental.

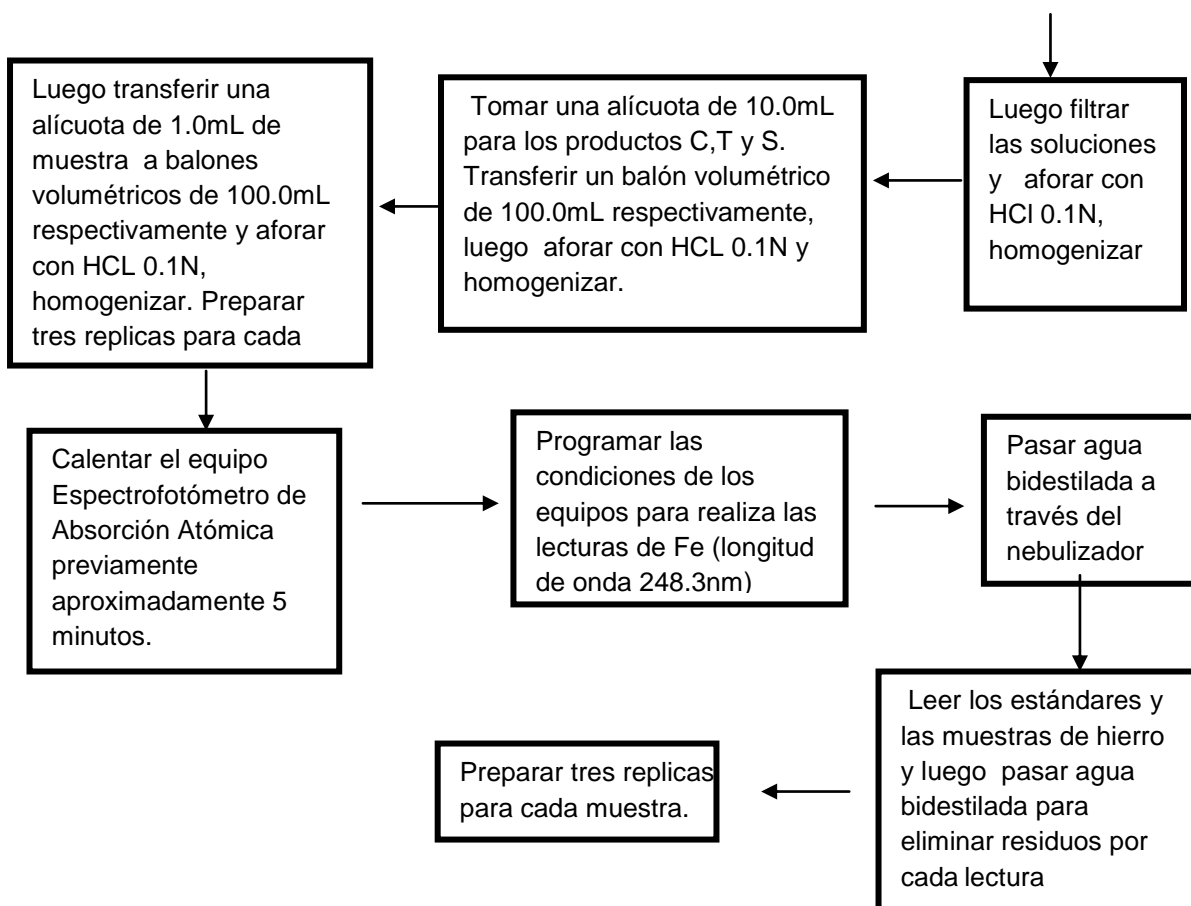
$$FD = \frac{100 \times 100}{25} = 400$$

Nota: Los esquemas de dilución para los estándares. Ver anexos N° 1.

4.4.2. Cuantificación de hierro por el método Absorción Atómica

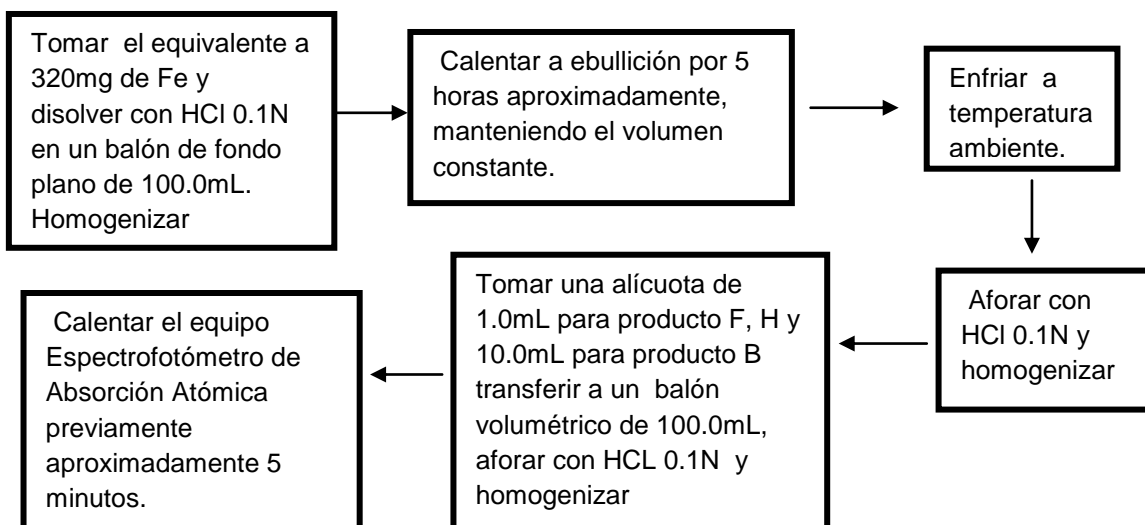
A) Tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ⁽⁹⁾

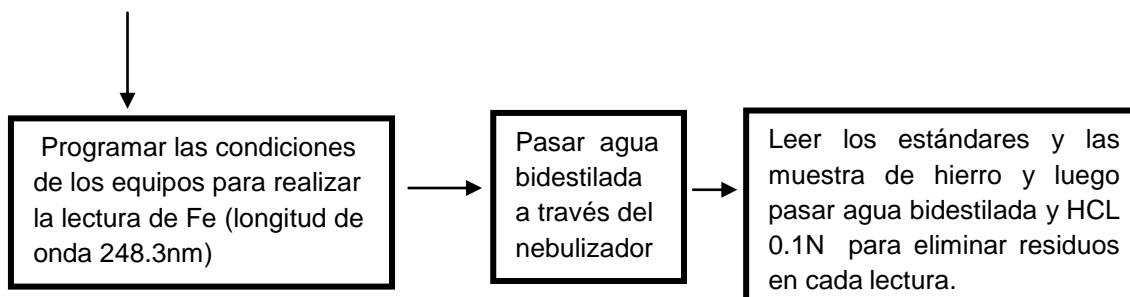




*** Ver anexo N° 2.

B) Jarabes de Fe ⁽⁹⁾





Nota: Se tomó de base el método de la Farmacopea al cual se le realizó modificaciones para efectos de esta investigación, teniendo en cuenta que se obtuvieron lecturas directas de concentraciones con unidades de mg/mL.

4.4.2.1. FORMULAS PARA EL METODO ABSORCION ATOMICA ⁽²⁾

Calcular el peso equivalente para tableta de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Peso promedio de las 20 tabletas juntas (\bar{P}_{20})g → mg rotulados de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

X (g a pesar) ← mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Calcular la alícuota equivalente para jarabes de Fe elemental.

mg rotulados de Fe → mL contenidos en la unidad de dosis.

mg de Fe → X (mL equivalentes a tomar)

Factor de Dilución de la muestra para tabletas y jarabes.

$$\text{FD} = \frac{\text{Volúmenes hechos}}{\text{Alícuotas tomadas}}$$

Las lecturas fueron directas obteniendo como resultados las concentraciones, por lo tanto los miligramos de hierro presentes en tabletas y jarabes se calculan con la siguiente formula.

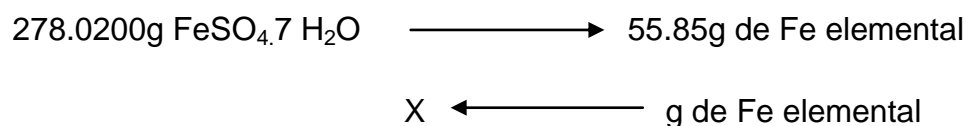
Concentración (mg/L) X FD

El equipo de Absorción Atómica lee directamente el hierro presente en tabletas y jarabes, por lo que fue necesario hacer la conversión de gramos de hierro elemental a gramos de sulfato ferroso heptahidratado con el objetivo de tener en los mismos términos de concentración para las tabletas.

Conversión de g de Fe elemental a g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

PM= 55.85g de Fe elemental

PM 278.0200g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$



Nota: Para calcular los miligramos de sulfato ferroso heptahidratado por tableta, los miligramos de hierro por unidad de dosis, el porcentaje sobre lo rotulado, la media aritmética, la desviación estándar y el coeficiente de variación aplicar las mismas fórmulas paginas 43, 44 y 45.

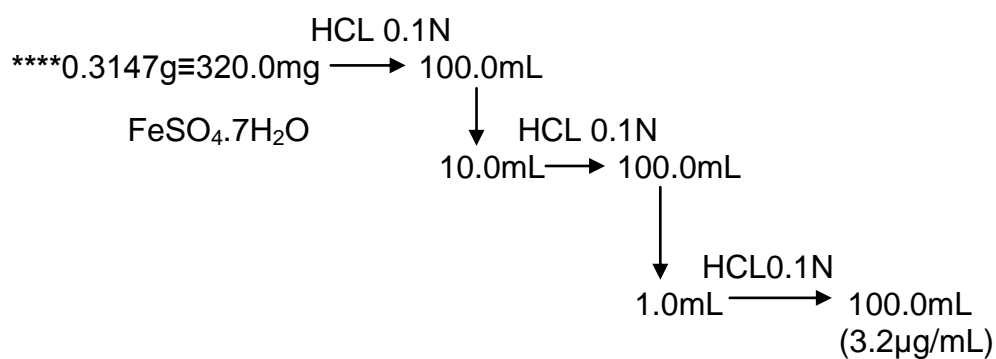
4.4.2.2 ESQUEMAS DE DILUCION PARA TABLETAS DE $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Producto C y T

Rotulan: 300.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Producto S

Rotula: 200.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$



**** Ver anexo N° 2.

Factor de Dilución de la muestra $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

$$\text{FD} = \frac{100 \times 100 \times 100}{10 \times 1} = 100,000$$

Conversión de unidades de μg a mg al Factor de Dilución (FD).

$$\frac{100,000}{1,000} = 100 \text{ mg de muestra}$$

4.4.2.3. ESQUEMAS DE DILUCION PARA JARABES DEL Fe ELEMENTAL

Producto F y H

Rotula: cada 5.0mL contiene 50.0mg de Fe elemental.

50.0mg rotulado de Fe \longrightarrow 5.0mL de jarabe

320.0mg \longrightarrow X

X= 32.0mL de jarabe.

Miligramos de Fe elemental presentes en 3.0mL de jarabe.

50.0mg rotulado de Fe \longrightarrow 5.0mL de unidad de dosis.

X \longleftarrow 3.0mL

X = 30.0mg de Fe elemental teórico.

3.0mL de jarabe \equiv 30.0mg $\xrightarrow{\text{HCL 0.1N}}$ 100.0mL
 (30,000 μ g)

↓

1.0mL $\xrightarrow{\text{HCL 0.1N}}$ 100.0mL (3.0 μ g/mL)

Factor de Dilución de la muestra

$$FD = \frac{100 \times 100}{1} = 10,000$$

Conversión de unidades de μg a mg al Factor de Dilución (FD)

$$\frac{10,000}{1,000} = 10$$

Producto B

Rotula: cada 100.0mL contiene 80.0mg de Fe elemental.

80.0mg rotulado de Fe \longrightarrow 100.0mL de jarabe

320.0mg de Fe \longrightarrow X

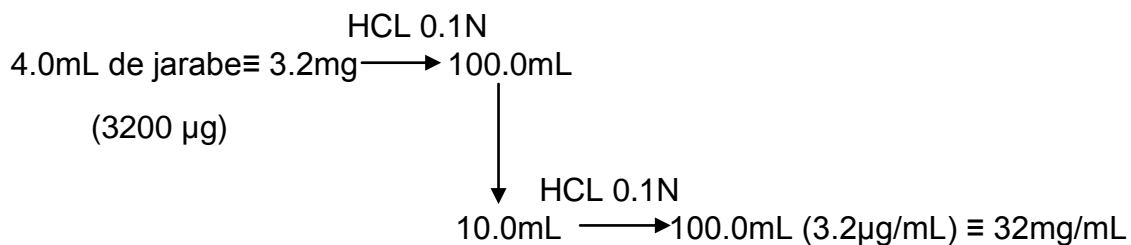
X = 400mL de jarabe.

Miligramos presentes en 4.0mL de Fe elemental.

80.0mg rotulado de Fe \longleftarrow 100.0mL en unidad de dosis.

X \longleftarrow 4.0mL

X = 3.2mg de Fe elemental teórico presentes en 4.0mL.

**Factor de Dilución de la muestra de Fe elemental.**

$$\text{FD} = \frac{100 \times 100}{10} = 1,000$$

Conversión de unidades de μg a mg al Factor de Dilución (FD).

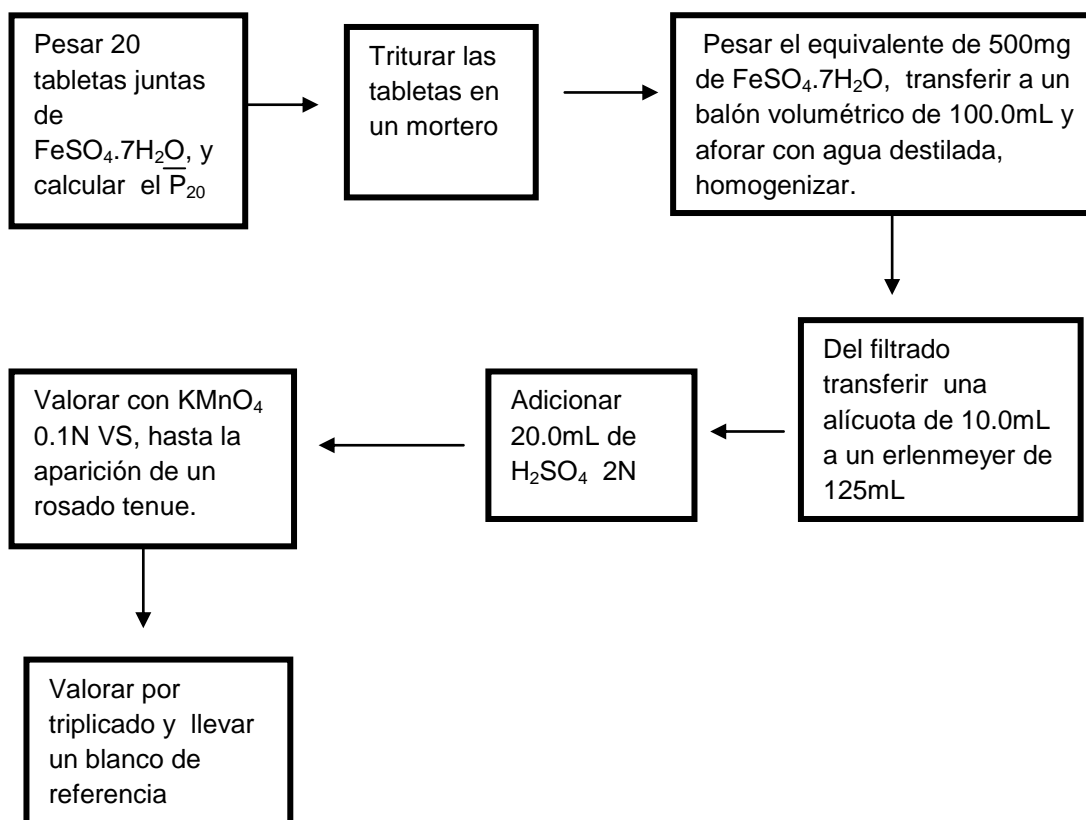
$$\frac{1,000}{1,000} = 1$$

Los esquemas de dilución para los estándares ver anexos N^o 1.

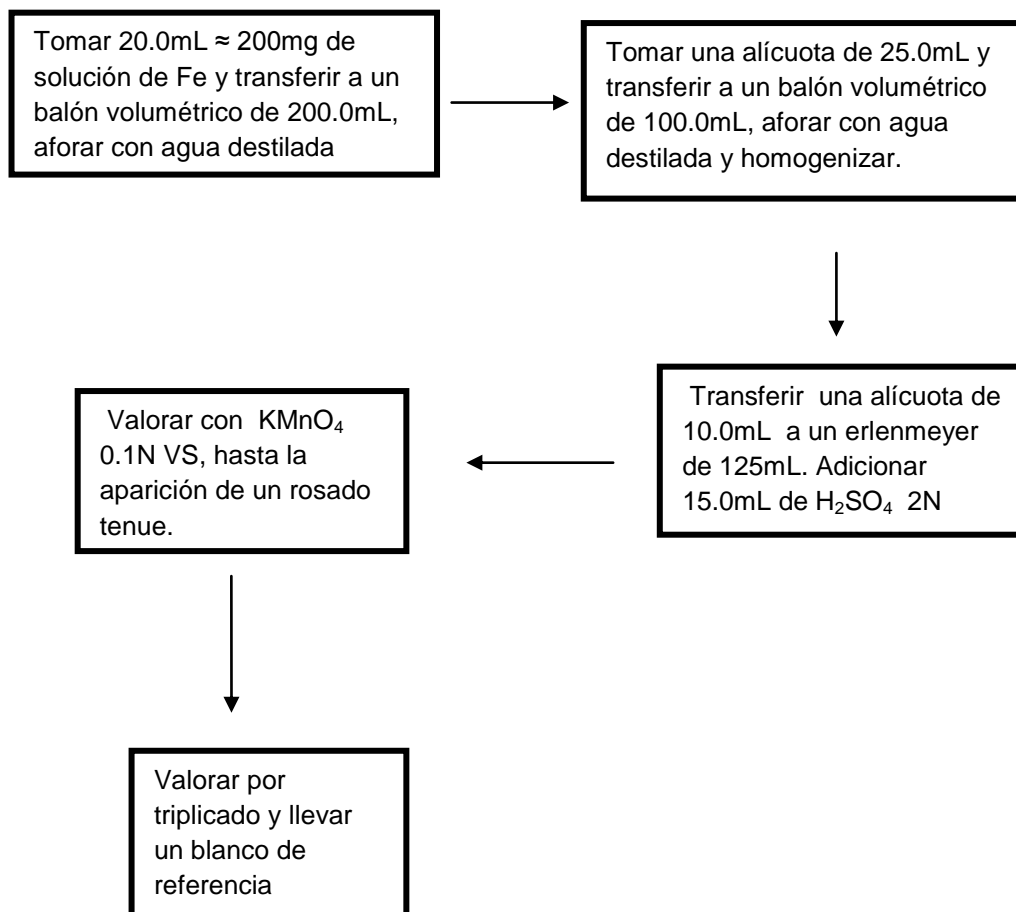
4.4.3 Cuantificación de hierro por el método valoración (REDOX):

Se tomó de base el método de la Farmacopea adaptado a la presente investigación realizada.

A) Tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.



B) Jarabes de Fe.



4.4.3.1 FORMULAS PARA EL METODO VALORACION (REDOX) ⁽²⁾

Calcular el peso equivalente para tableta de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Peso promedio de las 20 tabletas juntas (\bar{P}_{20})g \rightarrow mg rotulados $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

X (g a pesar) \leftarrow mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Factor de Dilución de la muestra para tabletas y jarabes.

$$FD = \frac{\text{Volúmenes hechos}}{\text{Alícuotas tomadas}}$$

Miligramos equivalentes para tabletas y jarabes en volumen gastado de KMnO_4 0.1N

1mL de KMnO_4 0.1N \longrightarrow mg equivalentes de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ o Fe

Volumen gastado de KMnO_4 0.1N \longrightarrow X

X= mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ o Fe presentes.

Miligramos de para tabletas y jarabes en volumen gastado de KMnO_4 0.1N

X Factor de dilución.

Nota: para calcular los miligramos de sulfato ferroso heptahidratado por tableta, los miligramos de hierro por unidad de dosis, el porcentaje sobre lo rotulado, la media aritmética, la desviación estándar y el coeficiente de variación aplicar las mismas formulas paginas 43, 44 y 45.

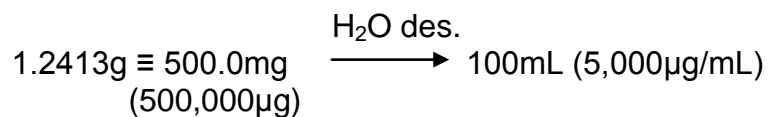
4.4.3.1. ESQUEMAS DE DILUCION PARA TABLETAS DE $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Producto C y T

Rotulan: 300.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Producto S

Rotula: 200.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

**Factor de Dilución**

$$\text{FD} = 100$$

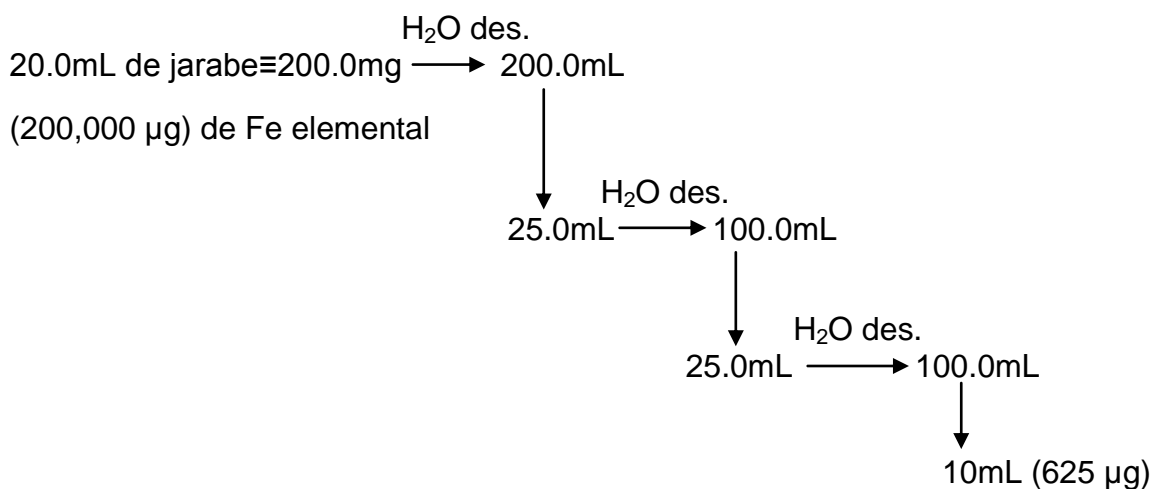
4.4.3.2. ESQUEMAS DE DILUCION PARA JARABES DE Fe ELEMENTAL.**PRODUCTO F y H.**

Rotula: cada 5.0mL contiene 50.0mg de Fe elemental.

50.0mg rotulados de Fe \longrightarrow 5.0mL unidad de dosis

X \longleftarrow 20.0 mL

X = 200.0mg de Fe elemental teórico.



Factor de Dilución de la muestra de Fe elemental.

$$FD = \frac{200 \times 100 \times 100}{25 \times 25 \times 10} = 320$$

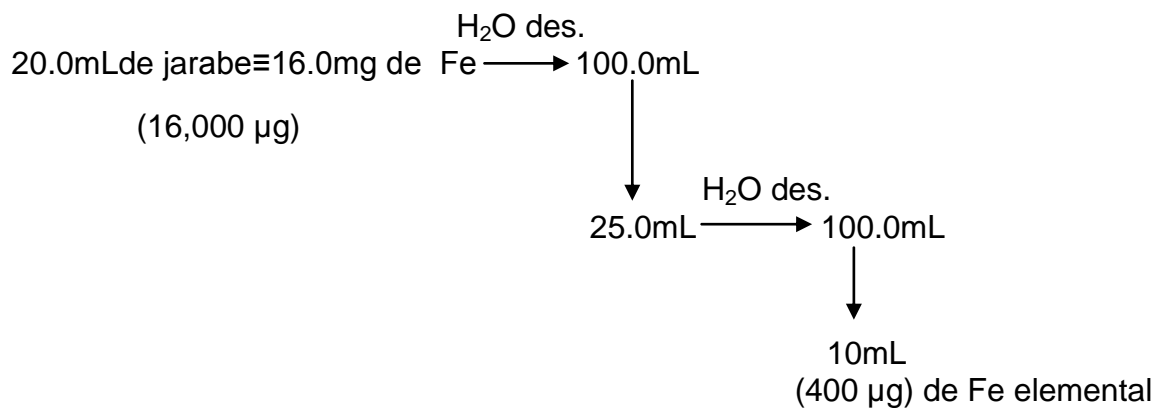
PRODUCTO B

Rotula: cada 100.0mL contiene 80.0mg de Fe elemental.

80.0mg rotulados de Fe elemental \longrightarrow 100.0mL de jarabe.

X \longleftarrow 20.0 mL

X = 16.0 mg de Fe elemental teórico.

**Factor de Dilución de la muestra de Fe elemental.**

$$FD = \frac{100 \times 100}{25 \times 10} = 40$$

CAPITULO V
RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

5.0 RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

A continuación se presentan los resultados de determinaciones de hierro elemental en el caso de los jarabes y sulfato ferroso heptahidratado en el caso de las tabletas; los cuadros incluyen miligramos por tabletas, miligramos de hierro por unidad de dosis, porcentaje sobre lo rotulado, desviación estándar y coeficiente de variación para tabletas y jarabes respectivamente, dichos productos farmacéuticos se adquirieron en la segunda semana de mayo en farmacias que se encuentran ubicadas en la periferia de la Universidad de El Salvador, y que se identificaron con las letras T, C y S para tabletas y F, H, y B para jarabes.

Una vez adquirida las formas farmacéuticas se prosiguió a cuantificar el hierro presente en las muestras, tomando por cada producto tres muestras y para cada muestra tres replicas haciendo un total de 9 lecturas para cada producto, utilizando los métodos: Ultravioleta Visible (ver cuadros N^o 3 y 4), Absorción Atómica (ver cuadros N^o 5 y 6) y Valoraciones Oxido- Reducción (ver cuadros N^o 7 y 8), con el objetivo de obtener la precisión de los métodos antes mencionados y comparar con los valores teóricos del coeficiente de variación (CV), cuyo criterio de aceptación conforme a los valores teóricos reportados en la validación de métodos₍₂₎ son:

CV ≤ 2% para métodos cromatográficos y volumétricos.

CV ≤ 3% para métodos químicos o espectrofotométricos.

5.1 METODO ULTRAVIOLETA VISIBLE

A) Tabletas de FeSO₄.7H₂O

Cuadro N° 3. Valores para los productos C, T y S

# de muestras	Pesadas (g)	# de replicas	abs.	mg/tab.	%/sobre lo rotulado (y)	y ²	\bar{y}	S _T	CV (%)
C1	0.2097	C1-1	0.070	309.0	103.00	10,609.0000	102.05	1.03	1.00
		C1-2	0.069	304.6	101.53	10,308.3409			
		C1-3	0.069	304.6	101.53	10,308.3409			
C2	0.2097	C2-1	0.068	300.4	100.13	10,026.0169			
		C2-2	0.070	309.3	103.10	10,629.6100			
		C2-3	0.069	304.9	101.63	10,328.6569			
C3	0.2097	C3-1	0.069	304.6	101.53	10,308.6569			
		C3-2	0.070	309.0	103.00	10,609.0000			
		C3-3	0.070	309.0	103.00	10,609.0000			
						$\Sigma y^2=93,736.3065$			
T1	0.5057	T1-1	0.071	313.3	104.43	10,905.6249	103.61	1.68	1.62
		T1-2	0.072	317.8	105.93	11,221.1649			
		T1-3	0.071	313.3	104.43	10,905.6249			
T2	0.5057	T2-1	0.070	308.9	102.97	10,602.8209			
		T2-2	0.072	317.8	105.93	11,221.1649			
		T2-3	0.070	308.9	102.97	10,602.8209			
T3	0.5057	T3-1	0.070	308.9	102.97	10,602.8209			
		T3-2	0.069	304.4	101.47	10,296.1709			
		T3-3	0.069	304.4	101.47	10,296.1709			
						$\Sigma y^2=96,654.3841$			
S1	0.4966	S1-1	0.069	202.9	101.45	10,292.1025	101.78	1.42	1.39
		S1-2	0.068	200.0	100.00	10,000.0000			
		S1-3	0.069	202.9	101.45	10,292.1025			
S2	0.4966	S2-1	0.071	208.8	104.40	10,899.3600			
		S2-2	0.070	205.8	102.90	10,588.4100			
		S2-3	0.068	200.0	100.00	10,000.0000			
S3	0.4966	S3-1	0.070	205.8	102.90	10,588.4100			
		S3-2	0.069	202.9	101.45	10,292.1025			
		S3-3	0.069	202.9	101.45	10,292.1025			
						$\Sigma y^2=93,244.5900$			
St.10µg/mL	0.1010				$\Sigma y=916.00$				

En el cuadro N° 3 se presentan los resultados obtenidos, para los productos “C, T y S”, se tomó 3 muestras por cada producto, a los cuales se realizaron 3 replicas, con un total de 9 lecturas por cada producto, se aplicó el método Espectrofotométrico Ultravioleta Visible por la técnica de la ortofenantrolina; a las muestras se les calculó los pesos equivalentes a partir del peso promedio de las 20 tabletas juntas, se les realizó sus diluciones para obtener una concentración de $10\mu\text{mL}$, (ver página N° 47), al igual que el estándar (ver anexo N° 1), además se trataron antes de su respectivo análisis (ver página N° 41), dando la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado ($\sum y$)=918.45, 932.57, 916.00 y al cuadrado ($\sum y^2$)=93,736.3065; 96,654.3841; 93,244.5900, media aritmética (\bar{y})=102.05; 103.61; 101.78, desviación estándar (S_T)=1.03; 1.68; 1.42 y el coeficiente de variación (CV)=1.00%; 1.62%; 1.39% respectivamente para cada producto, a partir de ello se puede decir que la precisión que tiene este método con el cual se trabajo está dentro de lo permitido según el valor teórico presente en la validación de métodos analíticos que es $\leq 3\%$ ₍₂₎ para este tipo de método espectrofotométrico Ultravioleta Visible. Para efecto de los cálculos ver anexo N° 2.

B) Jarabes de Fe

Cuadro N° 4. Valores para los productos F, H y B

# de muestras	Alícuota (mL)	# de replicas	abs.	mg/dosis.	%/sobre lo rotulado (y)	y ²	ȳ	S _T	CV(%)
F1	3.0	F1-1	0.589	51.8	103.60	10,732.9600	103.18	2.18	2.11
		F1-2	0.580	50.9	101.80	10,363.2400			
		F1-3	0.690	49.9	99.80	9,960.0400			
F2	3.0	F2-1	0.573	50.2	100.40	10,080.1600			
		F2-2	0.587	51.5	103.00	10,609.0000			
		F2-3	0.590	51.8	103.60	10,732.9600			
F3	3.0	F3-1	0.598	52.5	105.00	11,025.0000			
		F3-2	0.600	52.6	105.20	11,067.0400			
		F3-3	0.605	53.1	106.20	11,278.4400			
					$\sum y = 928.60$				
						$\sum y^2 = 95,848.84$			
B1	5.0	B1-1	0.415	58.0	72.50	5,256.2500	73.61	2.20	2.99
		B1-2	0.421	60.0	75.00	5,625.0000			
		B1-3	0.418	58.0	72.50	5,256.2500			
B2	5.0	B2-1	0.425	60.0	75.00	5,625.0000			
		B2-2	0.436	62.0	77.50	6,000.2500			
		B2-3	0.424	60.0	75.00	5,625.0000			
B3	5.0	B3-1	0.405	56.0	70.00	4,900.0000			
		B3-2	0.410	58.0	72.50	5,256.2500			
		B3-3	0.420	58.0	72.50	5,256.2500			
					$\sum y = 662.50$				
						$\sum y^2 = 48,806.2500$			
H1	3.0	H1-1	0.280	24.6	49.20	2,420.6400	51.11	1.49	2.93
		H1-2	0.283	24.8	49.60	2,460.1600			
		H1-3	0.285	25.0	50.00	2,500.0000			
H2	3.0	H2-1	0.288	25.2	50.40	2,540.1600			
		H2-2	0.290	25.4	50.80	2,580.6400			
		H2-3	0.293	25.7	51.40	2,641.9600			
H3	3.0	H3-1	0.299	26.2	52.40	2,745.7600			
		H3-2	0.300	26.3	52.60	2,766.7600			
		H3-3	0.305	26.8	53.60	2,872.9600			
St. 10µg/mL	3.0		0.570		$\sum y = 460.00$				
						$\sum y^2 = 23,529.0400$			

En el cuadro N° 4, se presentan los resultados obtenidos, para los productos “F, B y H”, se tomó 3 muestras por cada producto, a los cuales se realizaron 3 replicas, con un total de 9 lecturas por cada producto, se aplicó el método Espectrofotométrico Ultravioleta Visible con la técnica de la ortofenantrolina, a las muestras se les calculó las alícuotas equivalentes, se les realizó sus diluciones para obtener una concentración de 10µg/mL, (ver página N° 48), al igual que el estándar (ver anexo N° 1), además se trataron antes de su respectivo análisis (ver página N° 42 y 43); dando la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado ($\sum y$)=928.60; 662.50; 460.00 y al cuadrado ($\sum y^2$)=95,848.84; 48,806.2500; 23,529.0400; media aritmética (\bar{y})=103.18; 73.61; 51.11; desviación estándar (S_T)= 2.18; 2.20; 1.49 y el coeficiente de variación (CV)=2.11%; 2.99% y 2.93%; lo que indica que la precisión que tiene este método con el cual se trabajó, es que si es aceptable; para la validación de métodos analíticos, en cuanto a precisión se refiere que debe de ser $\leq 3\%$ ₍₂₎ para este tipo de método espectrofotométrico. Para efecto de los cálculos ver anexo N°2.

5.2 METODO ABSORCION ATOMICA.

A) Tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Cuadro N° 5. Valores para los productos C, T y S

# de muestras	Pesadas (g)	# de replicas	Ppm (mg/L)	mg/tab.	%sobre lo rotulado (y)	Y ²	\bar{y}	S _T	CV(%)
C1	0.3355	C1-1	0.655	305.9	101.97	10,363.2400	101.90	0.69	0.68
		C1-2	0.661	308.2	102.73	10,553.4529			
		C1-3	0.651	303.5	101.17	10,235.3689			
C2	0.3355	C2-1	0.652	303.9	101.30	10,261.6900			
		C2-2	0.650	303.0	101.00	10,201.0000			
		C2-3	0.653	304.4	101.47	10,296.1609			
C3	0.3356	C3-1	0.659	307.1	102.40	10,485.7600			
		C3-2	0.660	307.6	102.53	10,512.4009			
		C3-3	0.661	308.1	102.69	10,545.2361			
				$\Sigma y = 917.09$	$\Sigma y^2 = 93,454.3097$				
T1	0.8093	T1-1	0.687	320.1	106.70	11,384.8900	106.37	0.81	0.76
		T1-2	0.690	321.6	107.20	11,491.8400			
		T1-3	0.692	322.5	107.50	11,556.2500			
T2	0.8094	T2-1	0.683	318.2	106.07	11,250.8449			
		T2-2	0.689	321.0	107.00	11,449.0000			
		T2-3	0.685	319.2	106.40	11,320.9600			
T3	0.8095	T3-1	0.677	315.4	105.13	11,052.3169			
		T3-2	0.679	316.3	105.43	11,115.4849			
		T3-3	0.682	317.7	105.90	11,414.8100			
				$\Sigma y = 957.33$	$\Sigma y^2 = 101,836.3967$				
S1	0.7942	S1-1	0.679	211.0	105.50	11,130.2500	105.34	0.78	0.74
		S1-2	0.675	209.7	104.85	10,993.5225			
		S1-3	0.678	210.7	105.35	11,098.6225			
S2	0.7943	S2-1	0.680	211.3	105.65	11,161.9225			
		S2-2	0.684	212.5	106.25	11,289.0625			
		S2-3	0.686	213.2	106.60	11,363.5600			
S3	0.7941	S3-1	0.676	210.1	105.05	11,035.5025			
		S3-2	0.674	209.4	104.70	10,962.0900			
		S3-3	0.670	208.2	104.10	10,836.8100			
				$\Sigma y = 948.05$	$\Sigma y^2 = 99,871.3425$				

En el cuadro N° 5 se presentan los resultados obtenidos, para los productos “C, T y S”, se tomó 3 muestras por cada producto, a las cuales se realizaron 3 replicas, con un total de 9 lecturas por cada producto, se aplicó el método Espectrofotométrico de Absorción Atómica; a las muestras se les calculó los pesos equivalentes a partir del peso promedio de las 20 tabletas juntas, se les realizó sus diluciones para obtener una concentración de 3 µg/mL (ver página N° 53), al igual que el estándar (ver anexo N° 1), obteniendo lecturas directas de concentración en términos de mg/L, además se trataron antes de su respectivo análisis (ver página N° 49 y 50); dando la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado ($\sum y$)= 917.09; 957.33; 948.05 y al cuadrado $\sum y^2$)= 93,454.3097; 101,836.3967; 99,871.3425; media aritmética (\bar{y})=101.90; 106.37; 105.34; desviación estándar (S_T)=0.69; 0.81; 0.78 y el coeficiente de variación (CV)=0.68%; 0.76% y 0.74%. Con estos resultados se puede decir que la precisión de este método espectrofotométrico se encuentra dentro de lo permitido según el valor teórico que manda la validación de métodos analíticos $\leq 3\%$ ₍₂₎. Para efecto de los cálculos ver anexo N° 2.

B) Jarabes de Fe

Cuadro N° 6. Valores para los productos F, H y B

# de muestras	Alicuota (mL)	# de replicas	Ppm (mg/L)	mg/dosis.	%/sobre lo rotulado (y)	y ²	ȳ	S _T	CV(%)
F1	3.0	F1-1	2.984	49.7	99.40	9,880.3600	97.63	1.93	1.98
		F1-2	2.882	48.0	96.00	9,216.0000			
		F1-3	2.893	48.2	96.40	9,292.9600			
F2	3.0	F2-1	2.980	49.7	99.40	9,880.3600	97.63	1.93	1.98
		F2-2	2.877	48.0	96.00	9,216.0000			
		F2-3	2.864	47.7	95.40	9,101.1600			
F3	3.0	F3-1	2.909	48.5	97.00	9,409.0000	97.63	1.93	1.98
		F3-2	3.005	50.2	100.40	1,008.1600			
		F3-3	2.992	49.8	99.60	9,920.1600			
					$\Sigma y = 879.60$	$\Sigma y^2 = 85,996.160$			
B1	4.0	B1-1	1.997	49.9	62.40	3,893.7600	62.57	0.75	1.19
		B1-2	1.985	49.6	62.00	3,844.0000			
		B1-3	2.014	50.3	62.88	3,953.8944			
B2	4.0	B2-1	2.009	50.2	62.75	3,937.5625	62.57	0.75	1.19
		B2-2	2.049	51.2	64.00	4,096.0000			
		B2-3	1.999	50.0	62.50	3,906.2500			
B3	4.0	B3-1	2.020	50.5	63.13	3,985.3969	62.57	0.75	1.19
		B3-2	1.988	49.7	62.13	3,860.1369			
		B3-3	1.964	49.1	61.38	3,767.5044			
					$\Sigma y = 563.17$	$\Sigma y^2 = 35,244.5051$			
H1	3.0	H1-1	1.643	27.3	54.60	2,981.1600	54.30	1.35	2.48
		H1-2	1.632	27.2	54.40	2,959.3600			
		H1-3	1.598	26.7	53.40	2,851.5600			
H2	3.0	H2-1	1.645	27.5	55.00	3,025.0000	54.30	1.35	2.48
		H2-2	1.535	25.7	51.40	2,641.9600			
		H2-3	1.646	27.5	55.00	3,025.0000			
H3	3.0	H3-1	1.666	27.8	55.60	3,091.3600	54.30	1.35	2.48
		H3-2	1.604	26.7	53.40	2,851.5600			
		H3-3	1.665	27.8	55.60	3,091.3600			
					$\Sigma y = 488.40$	$\Sigma y^2 = 26,518.3200$			

En el cuadro N° 6, se presentan los resultados obtenidos, para los productos “F, B y H”, se tomó 3 muestras por cada producto, a los cuales se realizaron 3 replicas, con un total de 9 lecturas por cada producto, aplicando el método Espectrofotométrico de Absorción Atómica, a las muestras se les calculó las alícuotas equivalentes, se les realizó sus diluciones para obtener una concentración de $3\mu\text{g/mL}$, (ver página N° 54 y 55), al igual que el estándar (ver anexo N° 1), obteniendo lecturas directas de concentración en términos de mg/L ; además se trataron antes de su respectivo análisis (ver página N° 50 y 51) donde la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado ($\sum y$)=879.60; 563.17; 488.40; sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado al cuadrado ($\sum y^2$)=85,996.160; 35,244.5051; 26,518.3200; media aritmética (\bar{y})=97.63; 62.57; 54.30; desviación estándar (S_T)=1.93; 0.75; 1.35 y el coeficiente de variación (CV)=1.98%; 1.19%; 2.48%; dichos valores indican, que la precisión que presenta el método espectrofotométrico de Absorción Atómica es aceptable para la validación de métodos analíticos en cuanto a precisión se refiere que es $\leq 3\%_{(2)}$ para este tipo de método. Para efecto de los cálculos ver anexo N° 2.

5.3 METODO VALORACION OXIDO-REDUCCION

A) Tabletas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Cuadro N° 7. Valores para los productos C₁, T y S

# de muestras	Pesadas (g)	# de replicas	volumenes gastados por KMnO_4 (mL)	mg/tab.	%sobre lo rotulado (y)	y ²	\bar{y}	S _T	CV(%)
C1	0.5247	C1-1	1.9	299.9	99.97	9,994.0009	101.87	2.82	2.77
		C1-2	1.9	299.9	99.97	9,994.0009			
		C1-3	1.9	299.9	99.97	9,994.0009			
C2	0.5245	C2-1	1.9	300.0	100.00	10,000.0000	102.51	2.96	2.89
		C2-2	1.9	300.0	100.00	10,000.0000			
		C2-3	2.0	316.8	105.60	11,151.3600			
C3	0.5244	C3-1	2.0	316.9	105.63	11,157.6969	103.71	2.79	2.70
		C3-2	2.0	316.9	105.63	11,157.6969			
		C3-3	1.9	300.1	100.03	10,006.0009			
						$\Sigma y = 916.80$	$\Sigma y^2 = 93,454.7574$		
T1	1.2647	T1-1	2.0	316.7	105.57	11,145.0249	103.71	2.79	2.70
		T1-2	1.9	300.0	100.00	10,000.0000			
		T1-3	2.0	316.7	105.57	11,145.0249			
T2	1.2649	T2-1	1.9	299.9	99.97	9,994.0009	102.51	2.96	2.89
		T2-2	2.0	316.7	105.57	11,145.0249			
		T2-3	1.9	316.7	105.57	11,135.0249			
T3	1.2649	T3-1	1.9	299.9	99.97	9,994.0009	102.51	2.96	2.89
		T3-2	2.0	316.7	105.57	11,145.0249			
		T3-3	2.0	316.7	105.57	11,145.0249			
						$\Sigma y = 933.36$	$\Sigma y^2 = 96,858.1512$		
S1	1.2412	S1-1	1.9	200.0	100.00	10,000.0000	102.51	2.96	2.89
		S1-2	1.9	200.0	100.00	10,000.0000			
		S1-3	2.0	211.2	105.60	11,151.3600			
S2	1.2412	S2-1	2.0	211.2	105.60	11,151.3600	102.51	2.96	2.89
		S2-2	1.9	200.0	100.00	10,000.0000			
		S2-3	1.9	200.0	100.00	10,000.0000			
S3	1.2409	S3-1	1.9	200.1	100.05	10,010.0025	102.51	2.96	2.89
		S3-2	2.0	211.3	105.65	11,161.9225			
		S3-3	2.0	211.3	105.65	11,161.9225			
Blanco			0.1		$\Sigma y = 922.55$	$\Sigma y^2 = 94,636.5675$			

En el cuadro N° 7 se presentan los resultados obtenidos, de los productos “C, T y S”, se tomó 3 muestras por cada producto, a las cuales se realizaron 3 replicas, con un total de 9 lecturas por cada producto, aplicando el método Valoración (Oxido-Reducción), se utilizó permanganato de potasio al 0.1N como autoindicador, a las muestras se les calculó los pesos equivalentes a partir del peso promedio de las 20 tabletas juntas, además se trataron antes de su respectivo análisis (ver página N° 56); donde la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado ($\sum y$)= 916.80; 933.36; 922.55 y al cuadrado ($\sum y^2$)= 93,454.7574; 96,858.1512; 94,636.5675; media aritmética (\bar{y})= 101.87; 103.71; 102.51; desviación estándar (S_T)= 2.82; 2.79; 2.96 y el coeficiente de variación (CV)=2.77%; 2.70% y 2.89%; lo que indica que el método de análisis empleado no es apto para cuantificar y de esta manera determinar la precisión del mismo para cuando se ha trabajado con muestras de tabletas que contienen hierro; debido a que el valor al que hace referencia la validación de métodos analíticos cuando se trata de precisión debe de ser $\leq 2\%_{(2)}$. Para efectos de cálculos ver anexo N° 2.

B) Jarabes de Fe
Cuadro N° 8. Valores para los productos F, H y B

# de muestras	Alicuota (mL)	# de replicas	volumenes gastados por KMnO_4 (mL)	mg/dosis.	%/sobre lo rotulado (y)	y^2	\bar{y}	S_T	CV(%)
F1	20.0	F1-1	0.15	44.8	89.60	8,028.1600	99.56	1075	19.84
		F1-2	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
		F1-3	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
F2	20.0	F2-1	0.20	67.2	134.40	18,063.3600			
		F2-2	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
		F2-3	0.20	67.2	134.40	18,063.3600			
F3	20.0	F3-1	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
		F3-2	0.15	44.8	89.6	8,028.1600			
		F3-3	0.15	44.8	89.6	8,028.1600			
					$\Sigma y=896.00$	$\Sigma y^2=92323.8400$			
B1	20.0	B1-1	0.10	56.0	70.00	4,900.0000	85.56	30.87	36.08
		B1-2	0.15	112.0	140.00	19,600.0000			
		B1-3	0.10	56.0	70.00	4,900.0000			
B2	20.0	B2-1	0.10	56.0	70.00	4,900.0000			
		B2-2	0.10	56.0	70.00	4,900.0000			
		B2-3	0.10	56.0	70.00	4,900.0000			
B3	20.0	B3-1	0.15	112.0	140.00	19,600.0000			
		B3-2	0.10	56.0	70.00	4,900.0000			
		B3-3	0.10	56.0	70.00	4,900.0000			
					$\Sigma y=770.00$	$\Sigma y^2=73,500.0000$			
H1	20.0	H1-1	0.10	22.4	44.8	2,007.0400	79.64	19.75	24.80
		H1-2	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
		H1-3	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
H2	20.0	H2-1	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
		H2-2	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
		H2-3	0.10	22.4	44.80	2,007.0400			
H3	20.0	H3-1	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
		H3-2	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
		H3-3	0.15	44.8	89.60	8,028.1600			
					$\Sigma y=716.80$	$\Sigma y^2=60,211.2000$			
Blanco			0.05						

Para el cuadro N° 8 anterior, se presentan los resultados obtenidos, de los productos "F, H y B", se tomó 3 muestras por cada producto, a las cuales se realizaron 3 replicas, con un total de 9 lecturas por cada producto, aplicando el método Valoración (Oxido-Reducción), se utilizó permanganato de potasio al 0.1N como autoindicador, a las muestras se les calculó las alícuotas equivalentes, además se trataron antes de su respectivo análisis (ver página N° 57); donde la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado ($\sum y$)=896.00; 770.00; 716.80 y al cuadrado ($\sum y^2$)=92323.8400; 73,500.0000; 60,211.2000; media aritmética (\bar{y})=99.56; 85.56; 79.64; desviación estándar (S_T)=1075; 30.87; 19.75 y el coeficiente de variación (CV)=19.84%; 36.08%; 24.80%; lo que indica que este método de análisis empleado solo sirve para identificar y no cuantificar, ya que los valores obtenidos cuando se utilizaron las muestras de jarabes que contienen hierro han sobrepasado los valores teóricos que se encuentran indicados en la validación de métodos analíticos el cual debe ser $\leq 2\%$ ₍₂₎. Para efectos de cálculo ver anexo N° 2.

**CAPITULO VI
CONCLUSIONES**

6.0 CONCLUSIONES

1. De acuerdo a los resultados obtenidos con las modificaciones hechas a los procedimientos analíticos utilizados en este trabajo, en el cual se emplean métodos de Absorción Atómica y Ultravioleta Visible, se concluye que ambos métodos son precisos y se pueden utilizar para la cuantificación de sulfato ferroso heptahidratado en tabletas y hierro elemental en jarabes, puesto que tales valores están dentro de lo permitido según la bibliografía utilizada.
2. Al comparar los valores obtenidos en el método de Valoración Oxido-Reducción con los reportados en la bibliografía utilizada en este trabajo, se concluye que este método no es preciso ya que los valores del coeficiente de variación no se encuentran dentro del valor teórico que se encuentra establecido en el manual de validación de métodos analíticos.
3. Comparando los tres métodos utilizados en este trabajo se puede decir, que para el análisis de tabletas y jarabes, los métodos de Absorción Atómica y Ultravioleta Visible, si son confiables con las modificaciones hechas en los procedimientos; pero el método de Valoración Oxido-Reducción no lo es confiable, debido al margen de error que presentan no se puede cuantificar.

4. En base a los resultados obtenidos con los métodos espectrofotométricos Ultravioleta Visible y Absorción Atómica, en las condiciones experimentales en que se realizó la presente investigación, se puede afirmar que los productos comercializados en la periferia de la Universidad de El Salvador de tabletas que contienen sulfato ferroso heptahidratado y jarabes que contienen hierro elemental fueron aptas para llevar a cabo la cuantificación de tal elemento y así comparar la precisión de ambos métodos.

CAPITULO VII
RECOMENDACIONES

7.0 RECOMENDACIONES

1. Validar los métodos Espectrofotométricos Ultravioleta Visible y Absorción Atómica, modificado en la presente investigación y propuestos como métodos alternos en análisis de jarabe y tabletas.
2. Respetar el orden de la técnica, el tiempo de reposo y la adición de reactivos en cada método para cuantificar el hierro.
3. Utilizar agua ultra pura al realizar análisis por el método de Absorción Atómica para evitar interferencias.
4. Trabajar con material de vidrio certificado y equipo analítico calibrado para minimizar la incertidumbre en los resultados obtenidos en los métodos utilizados.
5. Emplear ácido clorhídrico en los métodos propuestos en lugar de ácido sulfúrico 2N, ya que este último presenta cierta viscosidad que puede formar a través del azufre sales insolubles con el analito lo que presentan interferencias en el resultado.
6. Hacer ensayos con el método de Valoración Oxido-Reducción para otros metales, usando como agente oxidante el permanganato de potasio 0.1N para determinar si para ellos es preciso

BIBLIOGRAFIA

1. Chang, R. "Química General" Sexta edición. México, D.F. McGraw-HILL INTERAMERICANA EDITORES S.A. de C.V. 1999. Página A-16
2. Colegio Nacional de Químicos y Farmacéuticos Biólogos. "Guía de Validación de Métodos Analíticos". Edición 2002. México
3. Días de S. 1989. Métodos normalizados para análisis de agua potable y residual (APHA). 17 ed. Madrid. Es. 3-117p Versión en español.
4. Harris D. C. "Análisis Químico Cuantitativo". Segunda Edición. Editorial Reverte S.A. 2001. Barcelona. España.
5. Kellner, M, O., W, "Analytical Chemistry" Modern Approach to Analytical Science Second Edition. 2004 Córdoba, España.
6. Luna Ragel R. "Fundamentos de Química Analítica" Primera Edición, Volumen II editorial Limusa 1977 México DF.
7. Rouessac, Francis, y otros. "Métodos y Técnicas Instrumentales Modernas. Análisis Químico". 2003 Madrid, España.
8. Skoog y otros. "Química Analítica". Séptima edición. México, D.F. McGraw-HILL INTERAMERICANA EDITORES S.A. de C.V. 2001. Capítulos 11y 18.

9. The United States Pharmacopeial Convention, Inc, 2004. The United States Pharmacopeia. Twenty-seven Revisions. Washington, D.C, United States.
10. Universidad de El Salvador. Facultad de Química y Farmacia, "Manual de Química Analítica II" 2009 El Salvador Centro América.
11. es.wikipedia.org/wiki/Valoración_química - 71k, (18/03/09).
12. <http://cencomed.sld.cu/hta2008/trabajoshta2008/carteles/tera...>-15k. (20/03/09).
13. http://es.wikipedia.org/wiki/espectroscopia_de_absorción_ató...-39k.. (20 /03/09).
14. 16knaxetem.googlepages.com/VALORACIONES.pdf. quimica.utn.edu.mx/contenido/temas/tema%20/tema9.htm -. (24/03/09).
15. www.pauta.us.es/pautadatos/publico/personal/pdi/1790/14322/8%20%20eam%20ultravioleta-visible%2006-07.pdf. (25/03/09)
16. www.pdvsa.com/lexico/museo/minerales/hierro.htm-34k -. (12/03/09).
17. www.romin.com/2008/catalogos/ultravioleta.pdf. (20/03/09)

GLOSARIO⁽¹⁾⁽²⁾

- Agente oxidante** Sustancia que puede aceptar electrones de otra sustancia o aumentar el número de oxidación de otra sustancia.
- Agente reductor** Sustancia que puede donar electrones o disminuir los números de oxidación de esta.
- Analito:** Componente específico de una muestra, a medir en un análisis.
- Análisis cuantitativo** Determinación de las cantidades de sustancias presentes en una muestra.
- Calibración:** conjunto de operaciones que determinan , bajo condiciones especificadas , la relación entre los valores indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medición material y los valores conocidos correspondientes a un patrón de referencia.
- Especificaciones:** Descripción del material, sustancia o producto, que incluye la definición de sus propiedades y características, con las tolerancias de variación de los parámetros de calidad.

Método analítico:	Descripción de la secuencia de las actividades, recursos materiales y parámetros que se deben cumplir para llevar a cabo el análisis de un componente específico de la muestra.
Mohs:	Es una relación de diez materiales ordenados en función de su dureza, de menor a mayor.
Muestra adicionada:	Porción representativa del material a evaluar, a la que se le adicionan cantidades conocidas del analito.
Precisión:	La precisión de un método analítico es el grado de concordancia entre los resultados de las pruebas individuales cuando se aplica el método repetidamente a múltiples muestreos de una muestra homogénea.
Sustancia de referencia:	Sustancia de uniformidad reconocida destinada a utilizarse en comprobaciones analíticas físicas, químicas o microbiológicas en el transcurso de las cuales sus propiedades se comparan con la sustancia en evaluación.
Validación:	Es la confirmación por análisis y la provisión de evidencias objetivas de que se cumplen los requisitos particulares para el uso específico propuesto.

ANEXOS

ANEXO N° 1
PREPARACION DE ESTANDARES
DE TRABAJO

METODO ULTRAVIOLETA VISIBLE

A) TABLETAS

Compensación del estándar

Pureza del estándar de sulfato ferroso heptahidratado = 98% (p/p)

98g \longrightarrow 100g

0.1000g \longleftarrow X

X = 0.1020 g peso teórico.

Peso real del estándar = 0.1010g

Corrección del peso real del estándar

98g \longrightarrow 100g

X \longleftarrow 0.1010g

X = 0.0990g al 100% de sulfato ferroso heptahidratado.

Estándar de (99 μ g/mL) de FeSO₄·7H₂O

0.1010g \equiv 990,000 μ g $\xrightarrow{\text{H}_2\text{O}}$ 100.0mL
98% 100%

100.0mL \downarrow
10.0mL $\xrightarrow{\text{H}_2\text{O}}$ 100mL (99 μ g/mL)

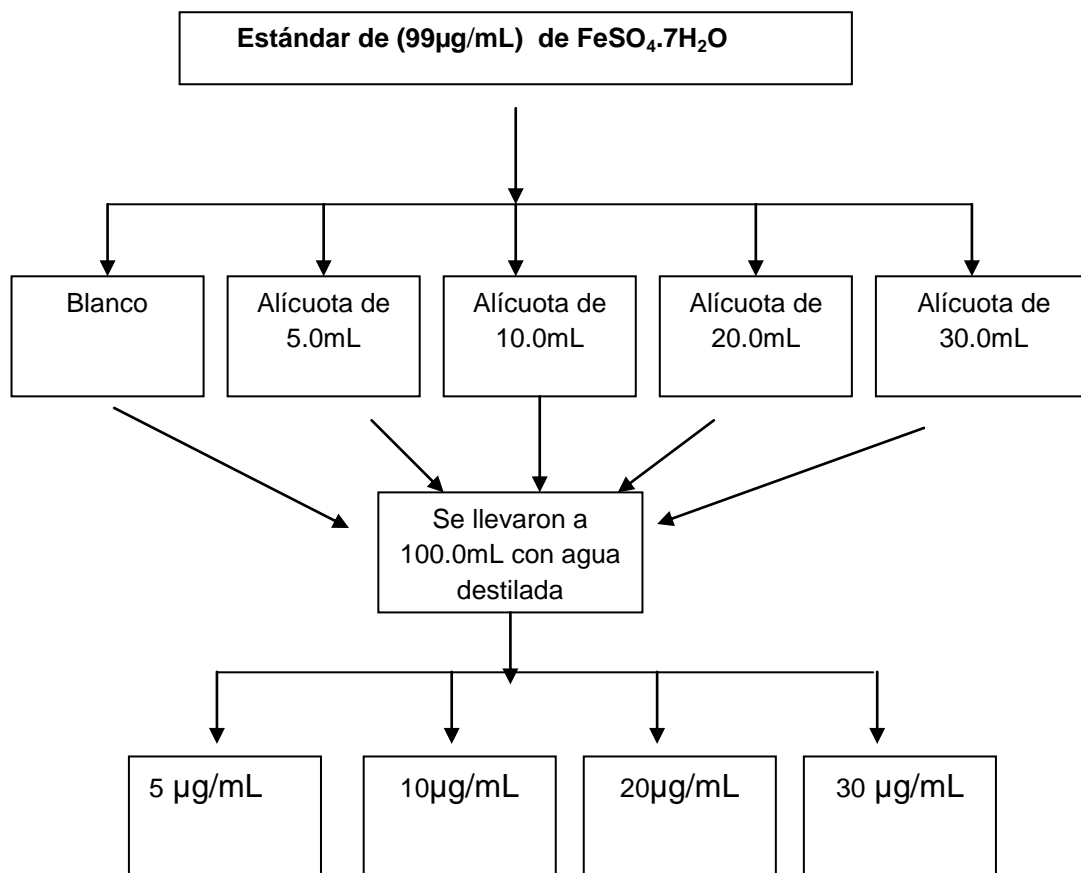


Figura N° 5 Esquema de dilución de los estándares

Cuadro N° 9 Valores obtenidos en el estándar de referencia FeSO₄.7H₂O a diferentes concentraciones

Estándares	Absorbancia
Blanco	0.000
5	0.035
10	0.068
20	0.133
30	0.0193

B) JARABES

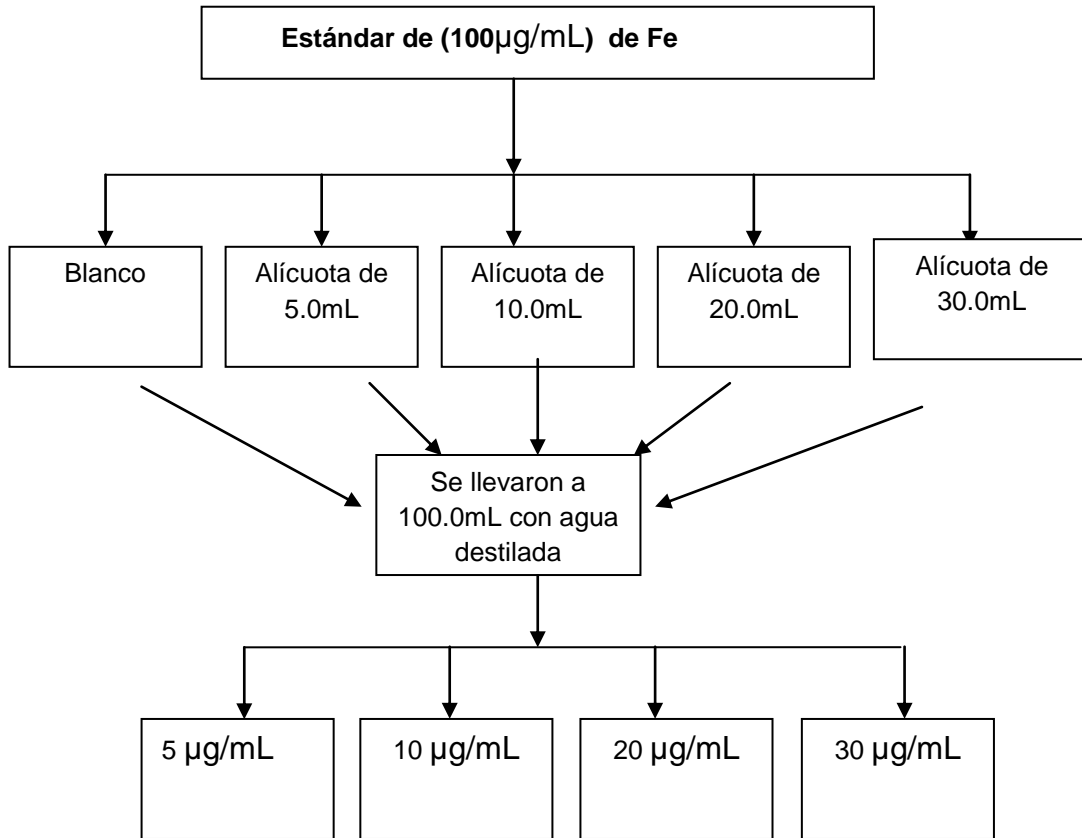


Figura N° 6 Esquema de dilución de los estándares

Cuadro N° 10 Valores obtenidos del estándar de referencia de Fe a diferentes concentraciones

Estándares	Absorbancia
Blanco	0.000
5	0.306
10	0.570
20	1.230
30	1.890

METODO ABSORCION ATOMICA

PARA TABLETAS Y JARABES

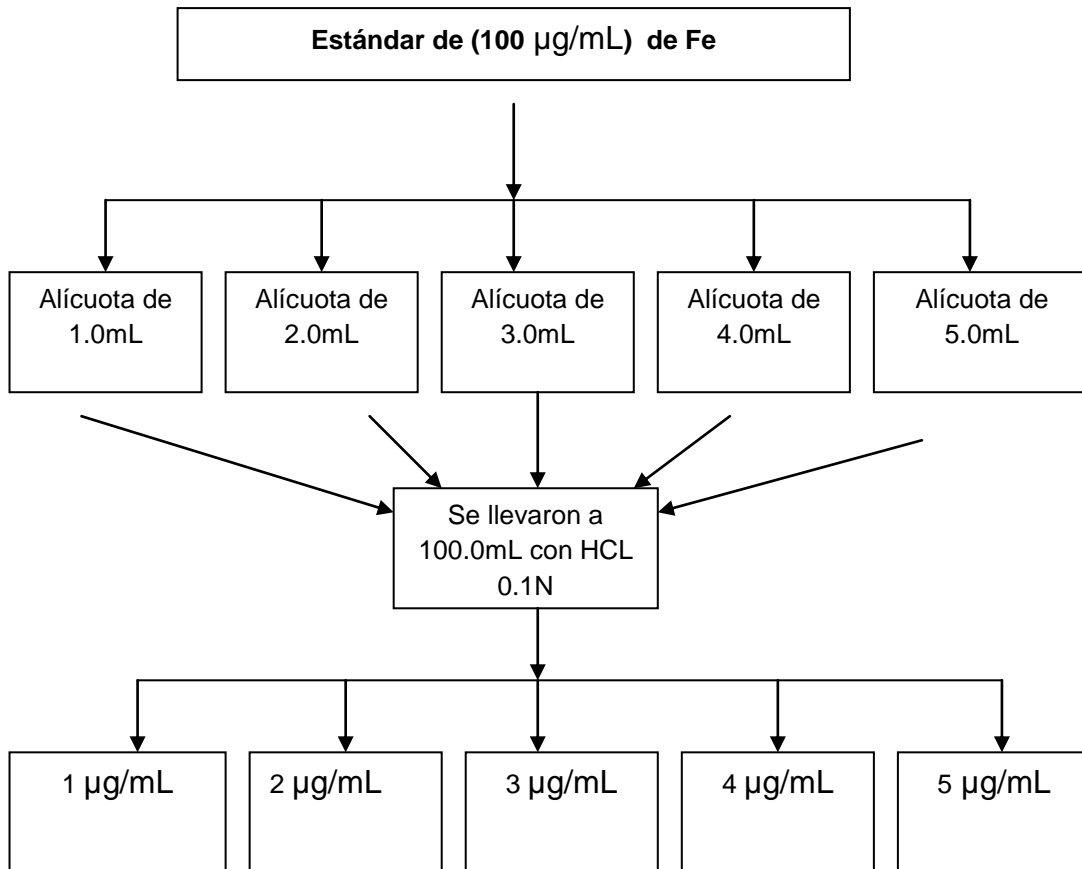


Figura N° 7 Esquema de dilución de los estándares

Cuadro N° 11 Valores obtenidos del estándar de referencia de Fe a diferentes concentraciones lecturas directas.

Estándares	Concentraciones (ppm) de Fe
1	0.065
2	0.131
3	0.181
4	0.252
5	0.306

ANEXO N° 2
CALCULOS

METODO ULTRAVIOLETA VISIBLE ⁽²⁾

A) TABLETAS

PRODUCTO T

Datos:

Declaración de potencia según la Farmacopea de los Estados Unidos ⁽³⁾

Contiene no menos de 95% y no más del 110% de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Peso promedio de las 20 tabletas $(\bar{P}_{20}) = 15.1749\text{g}/20 \text{ tab.} = 0.7587\text{g/tab.}$

Peso equivalente de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

0.7587g/tab \longrightarrow 300.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

X \longleftarrow 200.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

X = 0.5058g de peso de muestra teórico

Factor de Dilución (FD) = 20,000. Ver página N° 47.

Concentración del estándar = 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

Absorbancia del estándar = 0.068

Muestra T1-1

Cálculos para encontrar los miligramos de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en el peso de muestra.

$$C_{mx} = \frac{A_{mx} \times C_{st} \times FD}{A_{st}}$$

$$C_{mx} = \frac{0.071 \times 10.0 \mu\text{g/mL} \times 20,000}{0.068} = 208,823.8 \mu\text{g} \equiv 208.8 \text{mg/peso muestra}$$

Miligramos de sulfato ferroso heptahidratado por tabletas

208.8mg/peso muestra de $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ \longrightarrow 0.5057g peso de muestra real.

$$X \longleftarrow 0.7587 \text{ g } (\bar{P}_{20})$$

$$X = 313.3 \text{mg/tab}$$

Porcentaje sobre lo rotulado

300.0 mg rotulados \longrightarrow 100%

313.3mg/tab \longrightarrow X

$$X = 104.43\%$$

Calcular $\sum y$, $\sum y^2$ y determinar n. Ver cuadro N° 3.

$$\sum y = 104.43 + \dots + 101.47 = 932.57$$

$$\sum y^2 = 10,905.6249 + \dots + 10,296.1709 = 96,654.3841$$

$$n = 9$$

Calculo para encontrar la Media Aritmética, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado. Ver cuadro N° 3.

$$\tilde{y} = \frac{\sum y}{n}$$

$$\tilde{y} = \frac{932.57}{9} = 103.61$$

Calculo para encontrar la Desviación estándar, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado al cuadrado y^2 . Ver cuadro N° 3.

$$S_T = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$$

$$S_T = \sqrt{\frac{(9 \times 96,654.3841) - (932.57)^2}{9(9-1)}}$$

$$S_T = 1.68$$

Calculo para encontrar el Coeficiente de Variación. Ver cuadro N° 3.

$$\% CV = \frac{S_T}{\tilde{y}} \times 100$$

$$\%CV = \frac{1.68}{103.61} \times 100\%$$

$$\%CV = 1.62\%$$

B) JARABES

PRODUCTO F

Datos:

Declaración de potencia según la Farmacopea de los Estados Unidos (3)

Contiene no menos de 0.75g y no más de 0.85g de Fe.

Factor de Dilución (FD) = 2,000. Ver página N° 48.

Alícuota de muestra tomada = 2.0mL.

mL de presentación de dosis = 5.0mL.

Concentración del estándar: 10.0 µg/mL

Absorbancia del estándar: 0.570

MUESTRA F1-1

Cálculos para encontrar los miligramos de Fe en el peso de muestra.

$$C_{mx} = \frac{A_{mx} \times C_{st} \times FD}{A_{st}}$$

$$C_{mx} = \frac{0.589 \times 10.0 \mu\text{g/mL} \times 2,000}{0.570} = 206666.6667 \mu\text{g} \equiv 20.7 \text{mg/peso muestra}$$

Miligramos de Fe por unidad de dosis

$$\begin{array}{ccc} 20.7\text{mg/peso muestra} & \longrightarrow & 2.0\text{mL} \\ & & \longleftarrow \\ & X & 5.0\text{mL} \end{array}$$

$$X = 51.8 \text{ mg de Fe por unidad de dosis.}$$

Porcentaje sobre lo rotulado

$$\begin{array}{ccc} 50.0\text{mg de Fe rotulados} & \longrightarrow & 100\% \\ & & \longleftarrow \\ 51.8\text{mg de Fe por unidad de dosis} & \longrightarrow & X \end{array}$$

$$X = 103.6\%$$

Calcular $\sum y$, $\sum y^2$ y determinar n . Ver cuadro N° 4.

$$\sum y = 106.20 + \dots + 103.60 = 928.60$$

$$\sum y^2 = 10,732.9600 + \dots + 11,278.4400 = 95848.84$$

$$n = 9$$

Calculo para encontrar la Media Aritmética, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado y. Ver cuadro N° 4.

$$\tilde{y} = \frac{\sum y}{n}$$

$$\tilde{y} = \frac{928.60}{9} = 103.18$$

Calculo para encontrar la Desviación estándar, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado al cuadrado y^2 . Ver cuadro N° 4.

$$S_T = \sqrt{\frac{n (\sum y^2) - (\sum \bar{y})^2}{n (n-1)}}$$

$$S_T = \sqrt{\frac{(9 \times 95848.84) - (928.18)^2}{9(9 - 1)}}$$

$$S_T = 2.18$$

Calculo para encontrar el Coeficiente de Variación. Ver cuadro N° 4.

$$\%CV = \frac{S_T}{\bar{y}} \times 100$$

$$\%CV = \frac{2.18}{103} \times 100\%$$

$$\%CV = 2.11\%$$

METODO ABSORCION ATOMICA ⁽¹⁾

A) TABLETAS

PRODUCTO C

Datos:

Declaración de potencia según la Farmacopea de los Estados Unidos ⁽⁸⁾

Contiene no menos de 95% y no más del 110% de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Peso promedio de las 20 tabletas (\bar{P}_{20}) = 6.2936 g/20 tab. = 0.3147g/tab.

Peso equivalentes de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

0.3147g/tab \longrightarrow 300.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
X \longleftarrow 320.0mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

X = 0.3357g peso de muestra

Factor de Dilución (FD) = 100. Ver página N° 53.

Muestra C1-1

Concentración (mg/L) X FD

0.655mg/L de Fe elemental X 100 = 65.5mg \equiv 0.0655g de Fe elemental

Conversión de g de Fe a g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

PM $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ = 278.02g \longrightarrow PM Fe = 55.85g
X \longleftarrow 0.0655g de Fe elemental

X = 0.3261g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \equiv 326.1mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Miligramos de sulfato ferroso heptahidratado por tabletas

326.1mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \longrightarrow 0.3355g peso de muestra real
X \longleftarrow 0.3147g (\bar{P}_{20})

X = 305.9mg/tab

Porcentaje sobre lo rotulado

300.0 mg rotulados \longrightarrow 100%

305.9mg/ tab \longrightarrow X

$$X = 101.97\%$$

Calcular $\sum y$, $\sum y^2$ y determinar n. Ver cuadro N° 5.

$$\sum y = 101.97 + \dots + 102.69 = 917.09$$

$$\sum y^2 = 10,363.2400 + \dots + 10,545.2361 = 93454.3097 \quad n = 9$$

Calculo para encontrar la Media Aritmética, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado \tilde{y} . Ver cuadro N° 5.

$$\tilde{y} = \frac{\sum y}{n}$$

$$\tilde{y} = \frac{917.09}{9} = 101.90$$

Calculo para encontrar la Desviación estándar, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado al cuadrado y^2 . Ver cuadro N° 5.

$$S_T = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$$

$$S_T = \sqrt{\frac{(9 \times 93454.3097) - (917.09)^2}{9(9-1)}}$$

$$S_T = 0.69$$

Calculo para encontrar el Coeficiente de Variación. Ver cuadro N° 5.

$$\%CV = \frac{S_T}{\bar{y}} \times 100\%$$

$$\%CV = \frac{1.69}{101.90} \times 100\% \quad \%CV = 1.68\%$$

B) JARABES

PRODUCTO B

Datos:

Declaración de potencia según la Farmacopea de los Estados Unidos (4)

Contiene no menos de 0.75g y no más de 0.85g de Fe.

Factor de Dilución (FD) = 1. Ver páginas N° 54 y 55.

Alícuota de muestra tomada = 4.0mL.

mL de presentación de dosis = 100.0mL.

Muestra B1-1

Concentración (mg/L) X FD

1.997 (mg/L) X 1.0 = 1.997mg de Fe contenidos en una alícuota de 4.0mL

Miligramos de Fe por unidad de dosis

1.997mg de Fe elemental \longrightarrow 4.0mL muestra de jarabe
X \longleftarrow 100.0mL

X = 49.9 mg de Fe elemental por unidad de dosis

Porcentaje sobre lo rotulado

80.0mg de Fe elemental rotulado \longrightarrow 100%

49.9mg de Fe elemental por unidad de dosis \longrightarrow X

X= 62.40%

Calcular $\sum y$, $\sum y^2$ y determinar n. Ver cuadro N° 6.

$$\sum y = 62.40 + \dots + 61.38 = 563.17$$

$$\sum y^2 = 3,893.7600 + \dots + 3,767.5044 = 35244.5051$$

$$n = 9$$

Calculo para encontrar la Media Aritmética, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado y. Ver cuadro N° 6.

$$\tilde{y} = \frac{\sum y}{n}$$

$$\tilde{y} = \frac{563.17}{9} = 62.57$$

Calculo para encontrar la Desviación estándar, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado al cuadrado y^2 . Ver cuadro N° 6.

$$S_T = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$$

$$S_T = \sqrt{\frac{(9 \times 35244.5051) - (563.17)^2}{9(9-1)}}$$

$$S_T = 0.75$$

Calculo para encontrar el Coeficiente de Variación. Ver cuadro N° 6.

$$\%CV = \frac{S_T}{\tilde{y}} \times 100$$

$$\%CV = \frac{0.75}{62.57} \times 100\%$$

$$\%CV = 1.19\%$$

METODO VALORACION OXIDO-REACCION ⁽¹⁾

A) TABLETA

PRODUCTO S

Datos:

Declaración de potencia según la Farmacopea de los Estados Unidos ⁽⁸⁾

Contiene no menos de 95% y no más del 110% de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Peso promedio de 20 tabletas (\bar{P}_{20}) = $9.9292 \text{ g}/20 \text{ tab.} = 0.4965 \text{ g/tab.}$

Peso equivalente de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

0.4965 g/tab \longrightarrow $200.0 \text{ mg de FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

X \longleftarrow $500.0 \text{ mg de FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

$X = 1.2413 \text{ g}$ peso de muestra

Factor de corrección del (FC) KMnO_4 $0.1 \text{ N} = 0.9845$. Ver anexo N° 6.

Calculo para encontrar los mL KMnO_4 0.1 N VS equivalentes a mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

PM $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 278.02 \text{ g/mol}$

$278.02 \text{ g de FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \longrightarrow $1000.0 \text{ mL de solución}$

X \longleftarrow 1.0 mL

$X = 0.2780\text{g}$ de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ por cada mL de KMnO_4 1N

$0.2780\text{g FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \longrightarrow 1\text{N}$

$X \longleftarrow 0.1\text{N}$

$X = 0.0278\text{g} \approx 27.8\text{mg FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Cada 1mL de KMnO_4 0.1N VS es equivalente a 27.8mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Blanco: 0.1mL

Muestra S1-1

(Muestra – blanco) X F.C del KMnO_4 0.1N.

$(1.9\text{mL} - 0.1\text{mL}) \times 0.9845 = 1.7721 \text{ mL} \approx 1.8 \text{ mL}$

Calculo para encontrar los mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en alícuota gastada por el permanganato de potasio al 0.1N VS.

$1\text{mL KMnO}_4 0.1\text{N} \longrightarrow 27.8\text{mg FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

$1.8\text{mL gastados de KMnO}_4 0.1\text{N} \longrightarrow X$

$X = 50.0\text{mg}$ de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Miligramos de sulfato ferroso heptahidratado en muestra

50.0 mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \longrightarrow 10.0 mL de alícuota de muestra

X \longleftarrow 100.0 mL de solución

X = 500.0 mg en 100 mL de solución.

Miligramos de sulfato ferroso heptahidratado por tabletas

500.0 mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \longrightarrow 1.2412 g peso de muestra real

X \longleftarrow 0.4965 g (\bar{P}_{20})

X = 200.0 mg/tab de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Porcentaje sobre lo rotulado

200.0 mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \longrightarrow 100%

200.0 mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ \longrightarrow X

X = 100.00%

Calcular $\sum y$, $\sum y^2$ y determinar n. Ver cuadro N° 7.

$$\sum y = 100.00 + \dots + 105.65 = 922.55$$

$$\sum y^2 = 10,000.0000 + \dots + 11,161.9225 = 94,636.5675 \quad n=9$$

Calculo para encontrar la Media Aritmética, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado y. Ver cuadro N° 7.

$$\tilde{y} = \frac{\sum y}{n}$$

$$\tilde{y} = \frac{922.55}{9} = 102.51$$

Calculo para encontrar la Desviación estándar, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado al cuadrado y^2 . Ver cuadro N° 7.

$$S_T = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$$

$$S_T = \sqrt{\frac{(9 \times 94,636.5675) - (922.55)^2}{9(9-1)}}$$

$$S_T = 2.96$$

Calculo para encontrar el Coeficiente de Variación. Ver cuadro N° 7.

$$\%CV = \frac{S_T}{\tilde{y}} \times 100\%$$

$$\%CV = \frac{2.96}{102.51} \times 100\%$$

$$\%CV = 2.89\%$$

B) JARABES

PRODUCTO B

Datos:

Declaración de potencia según la Farmacopea de los Estados Unidos ⁽³⁾

Contiene no menos de 0.75g y no más de 0.85g de Fe elemental.

Calculo para encontrar los mL KMnO_4 0.1N VS equivalentes a mg Fe.

PM Fe= 55.933g/mol

55.933g de Fe elemental \longrightarrow 1000.0mL de solución

X \longleftarrow 1.0mL

X = 0.0559g por cada mL de KMnO_4 1N

0.0559g \longrightarrow 1N

X \longleftarrow 0.1N

X = 0.000559 g \equiv 5.6mg Fe elemental.

Cada 1mL de KMnO_4 0.1N VS es equivalente a 5.6mg de Fe.

Factor de corrección del (FC) KMnO_4 0.1N = 0.9845. Ver anexo N° 6.

Factor de Dilución (FD)= 40. Ver página N° 60.

Alícuota de muestra tomada = 20.0mL.

mL de presentación de dosis = 100.0mL.

Blanco= 0.05mL gastados.

MUESTRA B1-1

Muestra – Blanco X F.C KMnO_4 0.1N

0.1mL – 0.05mL X 0.9845 = 0.05mL

Calculo para encontrar los mg de Fe en alícuota gastada por el permanganato de potasio al 0.1N VS.

1mL de Fe elemental \longrightarrow 5.6mg Fe

0.05mL \longrightarrow X

X = 0.28mg de Fe elemental.

Miligramos de Fe en volumen gastado de KMnO_4 0.1N VS X Factor de Dilución

0.28mg X 40 = 11.2mg de Fe elemental

Miligramos por unidad de dosis

11.2mg de Fe elemental \longrightarrow 20.0 mL de alícuota de muestra
X \longleftarrow 100.0 mL de dosis.

$$X = 56.0 \text{ mg de Fe elemental por dosis}$$

Porcentaje sobre lo rotulado

80.0mg rotulados Fe elemental \longrightarrow 100%
56.0mg de Fe elemental \longrightarrow X

$$X = 70.0\%$$

Calcular $\sum y$, $\sum y^2$ y determinar n. Ver cuadro N° 8.

$$\sum y = 70.00 + \dots + 70.00 = 770.00$$

$$\sum y^2 = 4,900.0000 + \dots + 4,900.0000 = 73,500.0000$$

$$n = 9$$

Calculo para encontrar la Media Aritmética, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado y. Ver cuadro N° 8.

$$\tilde{y} = \frac{\sum y}{n}$$

$$\tilde{y} = \frac{770.00}{9} = 85.56$$

Calculo para encontrar la Desviación estándar, obtenida a partir de la sumatoria del porcentaje sobre lo rotulado al cuadrado y^2 . Ver cuadro N° 8.

$$S_T = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$$

$$S_T = \sqrt{\frac{(9 \times 73,500.0000) - (770.00)^2}{9(9-1)}}$$

$$S_T = 30.87$$

Calculo para encontrar el Coeficiente de Variación. Ver cuadro N° 6.

$$\% CV = \frac{S_T}{\bar{y}} \times 100\%$$

$$\% CV = \frac{30.87}{85.56} \times 100\%$$

$$\% CV = 36.08\%$$

ANEXO N° 3
MONOGRAFIA DEL $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ EN TABLETAS Y Fe ELEMENTAL
DE LA FARMACOEPA DE LOS ESTADOS UNIDOS
EDICION N° 27

Ferrous Sulfate Syrup

» Ferrous Sulfate Syrup contains, in each 100 mL, not less than 3.75 g and not more than 4.25 g of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, equivalent to not less than 0.75 g and not more than 0.85 g of elemental iron.

Ferrous Sulfate	40 g
Citric Acid, hydrous.	2.1 g
Peppermint Spirit.	2 mL
Sucrose.	825 g
Purified Water, a sufficient quantity, to make	1000 mL

Dissolve the Ferrous Sulfate, the Citric Acid, the Peppermint Spirit, and 200 g of the Sucrose in 450 mL of Purified Water, and filter the solution until clear. Dissolve the remainder of the Sucrose in the clear filtrate, and add Purified Water to make 1000 mL. Mix, and filter, if necessary, through a pledget of cotton.

Packaging and storage—Preserve in tight containers.

Labeling—Label Syrup in terms of the content of ferrous sulfate ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) and in terms of the content of elemental iron.

Identification—Dissolve 1 mL of Syrup with water to about 100 mL: the solution responds to the tests for *Ferrous Salts* (191) and for *Sulfate* (191).

Assay—Transfer 25 mL of Syrup, accurately measured, to a 250-mL conical flask. Add 15 mL of 2 N sulfuric acid and 100 mL of water, and shake well. Add 3 drops of orthophenanthroline TS, and titrate with 0.1 N ceric sulfate VS. Perform a blank determination, and make any necessary correction. Each mL of 0.1 N ceric sulfate is equivalent to 27.80 mg of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Ferrous Sulfate Tablets

» Ferrous Sulfate Tablets contain not less than 95.0 percent and not more than 110.0 percent of the labeled amount of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

NOTE—An equivalent amount of Dried Ferrous Sulfate may be used in place of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ in preparing Ferrous Sulfate Tablets.

Packaging and storage—Preserve in tight containers.

Labeling—Label the Tablets in terms of ferrous sulfate ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) and in terms of elemental iron.

Identification—Dissolve a quantity of powdered Tablets, equivalent to about 250 mg of ferrous sulfate, in sufficient water, acidified with hydrochloric acid, to make 25 mL of solution: the solution responds to the tests for *Ferrous Salts* (191) and for *Sulfate* (191).

Dissolution (711)—

Medium: 0.1 N hydrochloric acid; 900 mL.

Apparatus 2: 50 rpm.

Time: 45 minutes.

Procedure—Determine the amount of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dissolved, employing atomic absorption spectrophotometry at a wavelength of about 248.3 nm using filtered portions of the solution under test, suitably diluted with *Dissolution Medium* if necessary, in comparison with a Standard solution having a known concentration of iron in the same medium.

Tolerances—Not less than 75% (Q) of the labeled amount of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ is dissolved in 45 minutes.

Uniformity of dosage units (905): meet the requirements.

Assay—Weigh and finely powder not less than 20 Tablets. Dissolve a portion of the powder, equivalent to about 500 mg of ferrous sulfate and accurately weighed, in a beaker containing a mixture of 20 mL of 2 N sulfuric acid and 80 mL of freshly boiled and cooled water. Filter the solution rapidly as soon as all soluble ingredients in the tablets are dissolved, and wash the container and the filter with small portions of a mixture of 20 mL of 2 N sulfuric acid and 80 mL of freshly boiled and cooled water. Add orthophenanthroline TS, and immediately titrate the combined filtrate and washings with 0.1 N ceric sulfate VS. Each mL of 0.1 N ceric sulfate is equivalent to 27.80 mg of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Dried Ferrous Sulfate

$\text{FeSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

Sulfuric acid, iron(2+) salt (1 : 1), hydrate.

Iron(2+) sulfate (1 : 1) hydrate [13463-43-9].

Anhydrous 151.91 [7720-78-7].

» Dried Ferrous Sulfate contains not less than 86.0 percent and not more than 89.0 percent of anhydrous ferrous sulfate (FeSO_4).

Packaging and storage—Preserve in well-closed containers.

Identification—It responds to the tests for *Ferrous Salts* (191) and for *Sulfate* (191).

Insoluble substances—Dissolve 2.0 g in 20 mL of freshly boiled dilute sulfuric acid (1 in 100), heat to boiling, and digest in a covered beaker on a steam bath for 1 hour. Filter through a tared filtering crucible, wash thoroughly, and dry at 105°: the weight of the insoluble residue does not exceed 1 mg (0.05%).

Arsenic—It meets the requirements of the test for *Arsenic* under *Ferrous Sulfate*.

Lead—Using Dried Ferrous Sulfate, proceed as directed in the test for *Lead* under *Ferrous Sulfate*: the limit is 0.001%.

Mercury—It meets the requirements of the test for *Mercury* under *Ferrous Fumarate*.

Organic volatile impurities, Method IV (467): meets the requirements.

Assay—Dissolve about 800 mg of Dried Ferrous Sulfate, accurately weighed, in a mixture of 25 mL of 2 N sulfuric acid and 25 mL of freshly boiled and cooled water. Add orthophenanthroline TS, and immediately titrate with 0.1 N ceric sulfate VS. Perform a blank determination, and make any necessary correction. Each mL of 0.1 N ceric sulfate is equivalent to 15.19 mg of FeSO_4 .

Ferumoxides Injection

» Ferumoxides Injection is a sterile colloidal suspension of superparamagnetic iron oxide associated with dextran in Water for Injection. It contains not less than 95 percent and not more than 105 percent of the labeled amount of iron. It contains in each mL not less than 5.6 mg and not more than 9.1 mg of dextran. It contains in each mL not less than 0.25 mg and not more than 0.53 mg of citrate. It also contains mannitol. It contains no antimicrobial agents. Ferumoxides is a nonstoichiometric iron oxide magnetite of average formula $\text{FeO}_{1.44}$, with particles having a diameter between 100 and 250 nm.

Packaging and storage—Preserve in single-dose containers of Type I glass, at controlled room temperature. Avoid freezing.

ANEXO N° 4
METODOS NORMALIZADOS PARA
AGUA POTABLE Y RESIDUAL, APHA

ca a 15-20 ml. (Si la muestra ha sido sometida a combustión seca, disuélvase el residuo en 2 ml de HCl conc. y 5 ml de agua). Enfríese hasta temperatura ambiente y pásese a un matraz volumétrico de 50 o 100 ml o a un tubo de Nessler. Añádanse 10 ml de solución tampón de $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ y 4 ml de solución de fenantrolina y dilúyase con agua hasta la señal. Mézclase cuidadosamente y déjese al menos durante 10 a 15 minutos para que se desarrolle el color al máximo.

b) *Hierro disuelto*: Inmediatamente después de tomada, filtrese la muestra a través de un filtro de membrana de $0,45 \mu\text{m}$ a un matraz de vacío que contenga 1 ml de HCl conc./100 ml de muestra. Analícese el filtrado en cuanto al hierro total disuelto (apartado 4a) y/o hierro ferroso disuelto (apartado 4c). (Este procedimiento también puede emplearse en el laboratorio sabiendo que la exposición normal de la muestra al aire durante el traslado puede dar lugar a la precipitación del hierro.)

Calcúlese el hierro suspendido restando el hierro disuelto del hierro total.

c) *Hierro ferroso*: Determinése el hierro ferroso en el lugar donde se ha tomado la muestra, pues con el tiempo puede cambiar la relación ferroso-férrico en soluciones ácidas. Para determinar el hierro ferroso solamente, acidúlese una muestra separada con 2 ml de HCl conc./100 ml de muestra en el momento de su toma. Léanse una botella directamente de la fuente de donde se toman las muestras y tápese. Extráigase a continuación una porción de 50 ml de muestra acidulada y añádanse 20 ml de solución de fenantrolina y 10 ml de solución de $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ agitando con energía. Dilúyase hasta 100 ml y mídase la intensidad del color dentro de los 5 a 10 minutos. No hay que exponerla a la luz del sol. (El desarrollo de color es rápido en presencia de exceso de fenantrolina. El volumen de fenantrolina dado es adecuado para menos de $50 \mu\text{g}$ de hierro total;

si existen cantidades mayores, utilícese un volumen de fenantrolina correspondientemente mayor a un reactivo más concentrado. Se necesita un exceso de fenantrolina por la cinética del proceso de formación de complejo.)

Calcúlese el hierro férrico por sustracción del hierro ferroso del hierro total.

d) *Medida del color*: Prepárese una serie de patrones llevando con la pipeta volúmenes calculados con precisión de soluciones de hierro patrón (utilícese una solución más débil para medir porciones de 1 a $10 \mu\text{g}$) a matraces erlenmeyer de 125 ml, diluyendo hasta 50 ml por adición de volúmenes medidos de agua y realizando los pasos indicados en el apartado 4a.

Para comparación visual, prepárese una serie de 10 patrones por lo menos, cuyo contenido varíe de 1 a $100 \mu\text{g}$ Fe en el volumen final de 100 ml. Compárense los colores en tubos de Nessler de 100 ml de forma alargada.

Para la medida fotométrica, utilícese la tabla 3500-Fe:I como una guía aproximada para la selección del apropiado trayecto luminoso a 510 nm. Léanse los patrones frente a agua destilada fijada a absorbancia cero y trácese una curva de calibración, incluyendo un blanco (véase apartado 3c y la Introducción general).

TABLA 3500-Fe:I. SELECCIÓN DE LONGITUD DEL RECORRIDO DE LUZ PARA DIVERSAS CONCENTRACIONES DE HIERRO

Fe μg		Recorrido de luz cm
50 ml de volumen final	10 ml de volumen final	
50-200	100-400	1
25-100	50-200	2
10-40	20-80	5
5-20	10-40	10

ANEXO N° 5
TRADUCCION DE LAS MONOGRAFIAS DE LA FARMACOPEA
DE LOS ESTADOS UNIDOS EDICION N° 27

Traducción de Monografías.

Jarabe de sulfato Ferroso

Jarabe de sulfato ferroso contiene; por cada 100.0mL, no menos de 3.75g y no más de 4.25g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ equivalente a no menos de 0.75g y no más de 0.85g de hierro elemental.

Sulfato Ferroso----- 40g

Acido cítrico hidratado----- 2.1g

Espíritu de menta piperita----- 2mL

Sucrosa----- 825g

Agua purificada en csp-----1000mL

Disolver El sulfato ferroso, El acido cítrico, espíritu de menta piperita y 200g de sucrosa en 450mL de agua purificada, filtrar La solución hasta que sea transparente. Disolver el remanente de sucrosa en el filtrado transparente, y llevar a volumen a 100mL con agua purificada. Mezclar, y si es necesario filtrar con una torunda de algodón.

Empaque y almacenamiento: Preservar en contenedores cerrados.

Etiquetado- Etiquetar el jarabe en términos de contenido de sulfato ferroso ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) y en términos del contenido de hierro elemental.

Identificación- Disolver 1mL de jarabe con agua hasta 100mL: La solución responde a las pruebas de las sales ferrosas <191> y de sulfato <191>.

Ensayo- Transferir 25mL de jarabe, exactamente medido, en un erlenmeyer de 250mL. Adicionar 15mL de ácido sulfúrico 2N y 100mL de agua, y agitar bien. Adicionar 3 gotas de ortofenantrolina TS, y titular con sulfato cérico 0.1N VS. Llevar un blanco de referencia y hacer cualquier corrección necesaria. Cada mL de sulfato cérico es equivalente 27.80mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Tabletas de Sulfato Ferroso

Las tabletas de sulfato ferroso contienen no menos del 95% y no más de 110% de lo rotulado.

Nota- Cualquier porcentaje equivalente de sulfato ferroso seco puede ser utilizado en lugar de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en la preparación de las tabletas de sulfato ferroso.

Empaque y Almacenamiento- Preservar en contenedores cerrados.

Etiquetado- Etiquete las tabletas en términos de sulfato ferroso ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) y en términos de hierro elemental.

Identificación- Disuelva una cantidad de tabletas trituradas, equivalente a 250mL de sulfato ferroso, en suficiente agua, acidificar con ácido clorhídrico para hacer 25mL de solución: la solución responde a las pruebas de sales ferrosas <191> y para sulfato<191>

Disolución <711>

Medio: Ácido clorhídrico 0.1N; 900mL

Aparato 2: 50 rpm

Tiempo: 45 minutos

Procedimiento: Determine el porcentaje de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ disuelto, empleando un espectrofotómetro de absorción atómica a una longitud de onda cerca de 248.3nm utilizando las porciones filtradas de la solución de prueba correctamente diluidas con el medio de disolución si es necesario comparándolo con una solución estándar de concentración conocida de hierro en el mismo medio

Tolerancia No menos del 75% (Q) del porcentaje etiquetado de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ es disuelto en 45 minutos.

Uniformidad de dosificación<905>: conocer los requerimientos

Ensayo: Triturar 20 tabletas pesadas. Disuelva una porción del polvo exactamente pesada equivalente a 500mg de sulfato ferroso, en un beaker que contiene una mezcla de 20mL de ácido sulfúrico 2N y 80mL de agua hervida recientemente y enfriada. Filtre la solución rápidamente con todos los ingredientes solubles de las tabletas, lave con pequeñas cantidades de la mezcla de ácido sulfúrico 2N y agua hervida recientemente enfriada. Añada ortofenantrolina TS e inmediatamente titule el filtrado combinado y los lavados con sulfato cérico VS 0.1N.

Cada mL de sulfato cérico VS es equivalente a 27.80mg de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

ANEXO N° 6
PREPARACION DE REACTIVOS

Solución de Clorhidrato de Hidroxilamina ⁽³⁾

Adicionar 10g del reactivo en un vaso de precipitado de 250.0mL y disolver completamente con 100.0mL de agua destilada.

Solución de Ortofenantrolina ⁽³⁾

Disolver completamente 0.2g del compuesto en 200.0mL de agua tibia.

Nota: Es necesario enfriar la solución a temperatura ambiente, antes de usarla.

Acido clorhídrico 0.1N ⁽³⁾

Medir en una probeta graduada de 10.0mL, 8.28mL de HCL concentrado, colocar en un balón volumétrico de 1L conteniendo agua destilada y aforar.

$$\text{PM HCL} = 36.46\text{g/mol} \text{ ----- } 1 \text{ N --- } 1\text{L}$$

$$\text{Pureza de HCL} = 37\% \text{ p/p}$$

$$\text{Densidad} = 1.19\text{g/mL}$$

Como la solución no está al 100% hacer lo siguiente

$$37.0\text{g} \longrightarrow 100.0\text{g}$$

$$36.46\text{g/mol} \longrightarrow X$$

$$X = 98.54\text{g de HCL}$$

$$\text{Densidad} = \text{masa} / \text{volumen}$$

$$\text{Volumen} = \text{masa} / \text{densidad}$$

$$V = 98.54\text{g} / 1.19\text{g/ml}$$

V = 82.80mL de HCL concentrado

82.8mL para hacer 1L en 1N

82.8mL----- 1N -----1L

X ----- 0.1 N ----1L

X = 8.28mL de HCL concentrado para 1L [0.1N]

Preparación de la Solución Estandarizada de Permanganato de Potasio 0.1N ₍₁₀₎

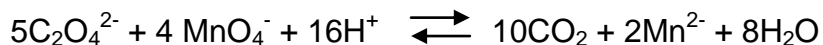
Pesar 3.2g de permanganato de potasio solidó sobre un vidrio de reloj, pasarlo aun beaker de 1000.0mL, agregar 50.0mL de agua, cubrir el beaker con un vidrio de reloj y calentar la solución a ebullición, hervir nuevamente durante 30 minutos, enfriar a temperatura ambiente, filtrar médiante un crisol Gooch, recoger el filtrado en un kitasato previamente lavado y guardar en un frasco ámbar.

Valoración de la solución de permanganato de potasio con oxalato de sodio. ₍₁₀₎

Tomar con una pipeta volumétrica 10.0mL de la solución estándar primario (oxalato de sodio) y transferir a un erlenmeyer de 250.0mL, adicionar con bureta 7.5mL de H₂SO₄ 2N y calentar la solución hasta que aparezca en el cuello del erlenmeyer gotas de liquido, valorar en caliente con la solución de permanganato de potasio aproximadamente 0.1N agitando constantemente

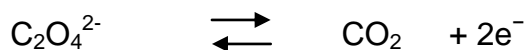
hasta la aparición de un color rosado pálido que persiste por 30 segundos, efectuar 3 valoraciones.

Reacción.



Cálculos:

1. El equivalente gramos de oxalato de sodio se calcula a partir de la siguiente reacción:



2. La normalidad de KMnO_4 se calcula mediante la fórmula:

$$N \text{ KMnO}_4 = \frac{\text{Peso Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ en alícuota}}{V \text{ (mL) KMnO}_4 \times \text{meq. Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$$

Estandarización de Permanganato de Potasio (KMnO_4 0.1N)

Cuadro N° 12 Datos obtenidos para la estandarización de KMnO_4 0.1N

Numero de muestras	Volumen gastado de KMnO_4 (mL)	Normalidad (N)
1	10.2	0.0977
2	10.1	0.0987
3	10.1	0.0987
4	10.1	0.0987

Ejemplo para muestra N°1 calculo de Normalidad

$$N \text{ KMnO}_4 = \frac{\text{Peso Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ en alícuota}}{V \text{ (mL) KMnO}_4 \times \text{meq. Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$$

$$N \text{ KMnO}_4 = \frac{0.0668\text{g/mL}}{(10.2\text{mL}) \times (0.067\text{meq})}$$

$$N \text{ KMnO}_4 = 0.0977N$$

Normalidad Promedio (\bar{N})

$$\bar{N} = \frac{N_1+N_2+N_3+N_4}{4}$$

$$\bar{N} = \frac{0.0977+0.0987+0.0987+0.0987}{4}$$

$$\bar{N} = 0.09845N$$

Factor de corrección del KMnO_4 0.1N

$$FC = \frac{N \text{ real}}{N \text{ teórica}}$$

$$FC = \frac{0.09845N}{0.1N}$$

$$FC = 0.9845N$$

Solución patrón de oxalato de sodio 0.1N. ⁽¹⁰⁾

Pesar aproximadamente 0.335g de oxalato de sodio en balanza analítica (previamente secado a 105-110 °C por 2 horas y enfriado en un desecador),

pasar a un beaker de 30mL y disolver con 10mL de agua desecada, pasar a un frasco de 50mL, aforar y homogenizar.

Acido sulfúrico 2N ₍₁₀₎

Medir en una probeta graduada de 10mL, 8mL de HCL concentrado, colocar en un balón volumétrico de 1.0L conteniendo agua destilada y aforar.

$$\text{PM H}_2\text{SO}_4 = 98\text{g/mol}$$

$$\text{Pureza de H}_2\text{SO}_4 = 96\%$$

$$\text{Densidad} = 1.84\text{g/mL}$$

Como la solución no está al 100% hacer lo siguiente

$$96\text{g} \longrightarrow 100.0\text{g}$$

$$98\text{g/mol} \longrightarrow X$$

$$X = 102.08\text{g de H}_2\text{SO}_4 \text{ concentrado}$$

$$\text{Densidad} = \text{masa} / \text{volumen}$$

$$\text{Volumen} = \text{masa} / \text{densidad}$$

$$V = 102.08\text{g} / 1.84\text{g/mL}$$

$$V = 55.5\text{mL de H}_2\text{SO}_4 \text{ concentrado 1N}$$

55.5mL para hacer 1.0L al 1N

$$55.5\text{mL} \text{-----} 1\text{N} \text{-----} 1\text{L}$$

$$X \text{-----} 2\text{N} \text{----} 1\text{L}$$

$$X = 111\text{mL de H}_2\text{SO}_4 \text{ concentrado}$$

ANEXO N° 7
REACTIVOS, MATERIALES Y EQUIPO

Reactivos

Acido sulfúrico concentrado

Acido clorhídrico concentrado

Agua destilada

Clorhidrato de hidroxilamina solido

Oxalato de sodio sólido

Permanganato de potasio sólido

Solución de ortofenantrolina

Materiales

Agitador de vidrio

Balones volumétricos (250.0mL, 1000.0mL)

Balón de fondo plano (250.0mL)

Baño María

Beakers (10ml, 400ml, 250mL, 1000mL)

Bureta (50.0mL)

Embudo de vidrio

Erlenmeyer (125mL)

Espátula

Goteros

Gradilla

Malla de asbesto

Mascara extractor de gases

Matraz volumétrico (1000.0mL, 250.0mL, 100.0mL)

Mortero y pistilo

Papel filtro

Perilla

Pinza para bureta

Pipeta volumétrica (10.0mL, 25.0mL)

Pizeta

Probetas (10mL, 15mL, 25mL, 50mL)

Soporte metálico

Vidrio de reloj

Equipos

Balanza Semianalitica

Balanza Analítica

Cámara extractora de gases

Espectrofotómetro ultravioleta visible modelo Perkin Elmer Lambda 12

Espectrofotómetro de Absorción Atómica Modelo Perkin Elmer AAnalyst 300

Hot plate

ANEXO N° 8
FOTOGRAFIAS



a) Blíster parte delantera



b) Blíster parte trasera



c) Jarabe parte delantera y trasera

Figura N° 8. Presentación de formas farmacéuticas



a) Trituración de tabletas y toma de pesos para cuantificar Hierro para los métodos Ultravioleta Visible, Absorción Atómica y Valoración Oxido-Reducción.



b) Filtración de muestras y preparación de diluciones de jarabes.



c) Preparación de muestras de tabletas y jarabes para ser leídas en el Aparato Ultravioleta Visible.

Figura N° 9. Preparación de muestras



a) Preparación de muestras para la cuantificación de hierro para ser leídas en el Aparato Absorción Atómica



b) Determinación de Hierro por Absorción Atómica



c) Cuantificación de hierro por el método de Valoración por Oxido-Reducción.

Figura N° 10. Determinaciones generales