

T
545.83
M385c
1979
F. CC. Q. Q.

095159

E-7

UES BIBLIOTECA CENTRAL



INVENTARIO: 10120450

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

“Cuantificación de Minerales en Preparaciones Líquidas
Multivitamínicas por Espectroscopía de
Absorción Atómica”

TRABAJO PRESENTADO COMO REQUISITO PARA
OPTAR AL GRADO DE LICENCIADO EN
QUIMICA Y FARMACIA POR:

ANA ILMA MARTINEZ MARTIR



SAN SALVADOR.

JUNIO DE 1979.

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR: DOCTOR EDUARDO CADIA SERRA

SECRETARIO: DOCTOR JORGE FERRER DENIS

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

DECANO: DOCTOR JOSE ATILIO AVENDAÑO JUAREZ

SECRETARIO: DOCTORA LUZ MARTINEZ DE MIPALDA

JURADO CALIFICADOR

DOCTORA AMINTA ACEITUNO DE KAFIE

DOCTORA ANA JULIA LAINEZ DE LARA

DOCTORA BERTA ALICIA PINO DE BELLEGARRIGUE

ASESOR

DOCTORA LUCIA ELIZABETH BANEGAS DE SALAZAR

A G R A D E C I M I E N T O

POR LA ACERTADA ORIENTACION Y ASESORIA CONSTANTE DE LA DOCTORA ELIZABETH BANEGAS DE SALAZAR, QUIEN DEDICO SUS CONOCIMIENTOS Y CAPACIDAD PROFESIONALES PARA DIRIGIRME EN EL DESARROLLO DE LAS DIFERENTES ETAPAS DEL PROCESO INVESTIGATIVO; ASI COMO A CORRIGIRME LOS ERRORES Y FALLAS COMETIDAS, Y A RECOMENDARME UNA MEJOR ESQUEMATIZACION DEL TRABAJO A REALIZAR.

D E D I C A T O R I A

A DIOS TODO PODEROSO

A MIS PADRES: Sebastián de Jesús Martínez
 Margarita Mártir de Martínez

A MIS HERMANOS: Flérida, José Miguel, Sebastián
 de Jesús, Dalia Margarita. José
 Orlando, Evelyn Delfina.

A mis familiares, compañeros y amigos

INDICE DE CONTENIDO

CAPITULO	PAGINA
INDICE DE CONTENIDO	i
INDICE DE TABLAS	iii
INDICE DE GRAFICAS	v
I INTRODUCCION	1
II GENERALIDADES	4
A METODOS CLASICOS	4
1. METODOS VOLUMETRICOS	5
2. METODOS GRAVIMETRICOS	6
3. METODOS ESPECTROFOTOMETRICOS	6
B MINERALES INVESTIGADOS	13
1 Sodio	13
2. Potasio	14
3 Hierro	15
4. Calcio	16
5. Magnesio	18
6. Manganeso	19

CAPITULO		PAGINA
III	ANÁLISIS DE MINERALES	21
A	EQUIPO	21
B	CRISTALERIA	21
C	PARTE EXPERIMENTAL	22
1	Análisis de Minerales por Métodos Clásicos	22
2.	Análisis de Minerales por Absorción Atómica	34
IV	RESULTADOS DE LAS EXPERIMENTACIONES	43
	DISCUSIÓN	63
	CONCLUSIONES	65
	ANEXO No. 1: FLESTRAS COMERCIALES	66
	BIBLIOGRAFÍA	71

INDICE DE TABLAS

TABLAS		PAGINA
1.	CARACTERISTICAS DE LOS METODOS OFICIALES	8
2.	ELEMENTOS DETERMINADOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA	10
3.	COMPONENTES DE LA FORMULA PATRON	23
4.	RESULTADOS DE LA DETERMINACION DEL CALCIO POR EL METODO VOLUMETRICO	45
5.	RESULTADOS DE LA DETERMINACION DEL MAGNESIO POR EL METODO GRAVIMETRICO	46
6.	RESULTADOS DE LA DETERMINACION DEL SODIO POR EL METODO GRAVIMETRICO	47
7.	RESULTADOS DE LA DETERMINACION DE POTASIO POR EL METODO GRAVIMETRICO	48
8.	RESULTADOS DE LA DETERMINACION DEL MANGANESO POR EL METODO COLORIMETRICO	49
9.	RESULTADOS DE LA DETERMINACION DEL HIERRO POR EL METODO COLORIMETRICO	50
10.	DETERMINACION DEL CALCIO METODO DE ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA	51

TABLAS		PAGINA
11.	DETERMINACION DEL MAGNESIO METODO DE ES <u>PECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</u>	53
12.	DETERMINACION DEL MANGANESO METODO DE ES <u>PECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</u>	55
13.	DETERMINACION DE SODIO METODO DE ESPEC <u>TROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</u>	57
14.	DETERMINACION DE POTASIO METODO DE ES- <u>PECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</u>	59
15.	DETERMINACION DE HIERRO METODO DE ESPEC <u>TROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</u>	61

I N D I C E D E G R A F I C A S

GRAFICAS		PAGINA
1.	CURVA DE CALIBRACION DEL CALCIO	52
2.	CURVA DE CALIBRACION DEL MAGNESIO	54
3.	CURVA DE CALIBRACION DEL MANGANESO	56
4.	CURVA DE CALIBRACION DEL SODIO	58
5.	CURVA DE CALIBRACION DEL POTASIO	60
6.	CURVA DE CALIBRACION DEL HIERRO	62

C A P I T U L O I

I N T R O D U C C I O N :

El presente trabajo sobre la Cuantificación de Minerales en Preparaciones Líquidas Multivitamínicas mediante la aplicación del Método de Absorción Atómica, tiene como objetivo establecer un método rápido, sencillo y preciso que permita determinar la cantidad de minerales existentes en los productos líquidos multivitamínicos utilizados en El Salvador.

El método está basado en la espectroscopía de Absorción Atómica, y en este trabajo ha sido aplicado a los siguientes minerales: Calcio, Magnesio, Manganeso, Hierro, Potasio y Sodio.

El interés surgió, debido a que la Espectroscopía de Absorción Atómica ha sido aplicada para la determinación de la presencia de minerales en agua, fertilizantes, alimentos y otros productos combinados de minerales y compuestos orgánicos; pero en El Salvador no se han efectuado estudios para la determinación cuantitativa de minerales en líquidos multivitamínicos.

Además, debido a que dichos productos son de gran utilidad para pacientes en estado de convalecencia, así como elementos eficaces en la nutrición del ser humano, y para un control de la cantidad rotulada en el producto comercial; se plantea este método que puede --

ser aplicado por los laboratorios farmacéuticos sin que ello implique pérdida de tiempo y aunque el equipo es costoso, con el correr del tiempo resulta cómodo porque los beneficios y utilidades que proporciona compensan en gran medida la inversión realizada.

Por otra parte, se logrará mantener un eficiente control de calidad como es el de asegurar la cantidad existente de minerales -- asociados a los productos multivitamínicos elaborados y consumidos en El Salvador.

En el desarrollo del trabajo se ha realizado la comparación de las técnicas en los métodos tradicionales o clásicos como los Gravimétricos , Volumétricos, Espectrofotométrico, con el Método de Absorción Atómica propuesto.

Esto ha permitido establecer las diferencias y ventajas de la Absorción Atómica con respecto a los métodos clásicos antes citados.

Es conveniente aclarar que durante el desarrollo del proceso investigativo, tanto bibliográfico como experimental , no hubo mayores dificultades; por lo que, la realización de la presente investigación fue satisfactoria.

Se hace necesario aclarar, que además de las experimentaciones -- realizadas en los seis minerales citados anteriormente, así como -

con las muestras seleccionadas, se hizo uso de las técnicas de la investigación de campo: La observación y la Entrevista. Ambas permitieron la complementación y clarificación de aquellas dudas existentes en el desarrollo de este trabajo.

C A P I T U L O I I

GENERALIDADES:

En la presente investigación se utilizaron preparaciones líquidas multivitaminicas combinadas con minerales.

Estas son soluciones utilizadas como suplemento de la alimentación, sobre todo en la nutrición; también son empleadas en terapéutica y en los procesos biológicos en los que tienen funciones fisiológicas.

Los minerales combinados con las preparaciones líquidas multivitaminicas, y analizados en este trabajo, son los que están más incluidos en los productos farmacéuticos comerciales. Estos son: Potasio, Hierro, Sodio, Magnesio, Calcio y Manganeso.

En el análisis de dichos elementos se utilizaron los Métodos Oficiales para la cuantificación: Volumétrico, Gravimétrico y Espectrofotométrico. Estos fueron comparados con el método propuesto: Absorción Atómica.

A. METODOS CLASICOS. Se les conoce como analíticos ¹ porque permiten la determinación de la cantidad y cualidades de los elementos químicos.
1. FISHER, Robert B., y Peters, Demis G., Análisis Químico Cuantitativo, 3a. edición, Editorial Interamericana S.A. México D.F. (México), 1970, pp.28.

cos, presentes en una muestra.

En sus inicios, estos se aplicaban con procedimientos volumétricos y gravimétricos; por lo que son conocidos como Métodos Clásicos².

Posteriormente se cambiaron los procedimientos iniciales, al utilizarse la medición de las propiedades ópticas, eléctricas, térmicas y otras.

Por eso se les conoce como Métodos Instrumentales, los cuáles consisten en lo siguiente:

1.- Métodos Volumétricos. Se les conoce con este nombre porque el análisis se hace mediante la medición del volumen de una solución determinada, cuya cantidad y cualidades se desean establecer.

El proceso para la determinación cuantitativa y cualitativa de la muestra, consiste en evitar las interferencias²; luego, se mide la cantidad de la muestra a utilizar, por medio de pipetas volumétricas. Una vez medida se coloca en un erlenmeyer, donde se le agregan los indicadores³. y por último se revisan

2. SKOOG, Douglas, y West, Donald, Introducción a la Química Analítica, la edición, Editorial Reverté, México D.F. (México), 1966 pp.3

2. INTERFERENCIAS, son todas aquellas sustancias orgánicas o inorgánicas que pueden hacer variar la cantidad o cualidades de la muestra.

3. INDICADORES, son compuestos químicos que hacen cambiar el color de la muestra analítica, como consecuencia de la variación de la concentración.

los cálculos para determinar la cuantificación de la muestra a investigar.

2. Métodos Gravimétricos. Estos consisten en el siguiente procedimiento: Primero se prepara la muestra a la que se le evitan -- las interferencias; a continuación se aísla la sustancia a determinar, mediante la precipitación de la misma. Esto se hace agregándole los reactivos químicos necesarios; luego se pasa -- el precipitado y por último se realizan los cálculos para determinar lo cuantitativo de dicha muestra.

3. Métodos Espectrofotométricos. Están fundamentados en la cantidad de radiación absorbida por la solución y está relacionada con la concentración de la especie absorbente.

La aplicación espectrofotométrica en la región visible, requiere que la muestra tenga un máximo de absorción a determinada -- longitud de onda, y una de sus aplicaciones es la determinación de trazas de iones inorgánicos. Este método tiene el siguiente proceso:

Primero se toma una alícuota de la sustancia que se quiere analizar; luego se le agregan los reactivos químicos necesarios para formar un complejo coloreado que se concentra; a continuación se realiza la lectura mediante la utilización de parámetros como la longitud de onda.

Con este método se pueden determinar los iones metálicos que pueden formar complejos en el rango de concentración de 10^{-4} a 10^{-5} por ciento.

La determinación cuantitativa de un mineral requiere en general, de los pasos ¹ siguientes:

- a. Obtención de la muestra que se analizará,
- b. Separación del componente deseado, en una forma mensurable,
- c. Medición y cálculos de los resultados y
- d. Conclusiones.

Estos cuatro pasos sintetizan el procedimiento a realizar en la cuantificación de minerales en los que se incluyen los investigados en el presente trabajo,

Naturalmente que el número de etapas varía entre algunos investigadores, quienes determinan etapas intermedias, pero que están incluidas en las citadas anteriormente.

Para mayor claridad y complementación de los métodos analíticos - se indica a continuación, la Tabla No.1, que trata de algunas características de los métodos oficiales:

1. FISHER- Peters, Ob cit, pp.29

TABLA N° 1
 CARACTERISTICAS DE LOS METODOS OFICIALES

CLASIFICACION GENERAL	SUBCLASIFICACION	MAGNITUD QUE SE MIDE
Gravimétrico	Métodos directos	Peso del compuesto que contiene a la especie buscada.
	Métodos indirectos	Pérdida de peso debido a la volatilización de la especie
Volumétrico	Métodos de Valoración	Volumen de solución que equivale químicamente a la especie buscada.
	Análisis de Gases	Volumen de especie gaseosa producido o consumido
Opticos	Espectroscopía de emisión	Radiación emitida por la especie
	Espectroscopía de Absorción, colorimetría	Radiación absorbida por la especie.
	Polarimetría	Rotación del plano de la luz polarizada, debida a la especie.
	Refractrometría	Indice de refracción de una solución de la especie
Electroanalíticos	Turbidimetría, nefelometría.	Dispersión de la luz por la especie
	Potenciometría	Potencial de un electrodo en equilibrio con la especie
	Conductimetría	Conductividad de una solución de la especie
	Coulumbimetría	Cantidad de electricidad equivalente a la especie
	Polarografía	Corriente asociada con una reacción en un electrodo polarizable
	Métodos de Alta Frecuencia	Capacitancia de una solución de la especie.

De los métodos citados, la industria farmacéutica de El Salvador, sólo utiliza fundamentalmente, los Volumétricos, Gravimétricos y Ópticos.

Naturalmente que la utilización se refiere a la determinación de los compuestos orgánicos e inorgánicos; pero no al control de calidad de las preparaciones multivitamínicas, combinadas con minerales.

Sin embargo, se considera que podría aplicarse el Método Directo de Absorción Atómica, para la determinación cuantitativa de los minerales existentes en las preparaciones líquidas multivitamínicas; ya que la utilidad potencial de la Absorción Atómica para el análisis de elementos metálicos ha sido empleada en otros países desde hace cerca de 20 años. En la actualidad, se han logrado determinar 65 minerales ¹, como puede comprobarse en la Tabla No.2.

Con relación a las aplicaciones que puedan hacerse con el Método Directo de Absorción Atómica, se tienen las siguientes¹:

1. PERKIN-ELMER, Corporation, Boletín sobre Técnicas de Aplicación de Absorción Atómica, s/n, Connecticut (Estados Unidos) 1970, pp.3

1. PERKIN ELMER, Corporation, Ib idem, pp. 5-8

a) Bioquímica . Para determinar la presencia de minerales en la orina, sueros, sangre y otros materiales biológicos.

b) Industria. En el área de la economía es donde más se utiliza, sobre todo, en la industria del petróleo, para establecer la presencia de plomo en los derivados de ese producto.

También en el análisis de alimentos, entre los que sobresalen los productos lácteos (para comprobar el porcentaje de calcio, magnesio, sodio, potasio), las bebidas alcohólicas (determinar la cantidad de cobre que contienen), y otros.

En la industria del cemento, para determinar la calidad del producto y la presencia de calcio, silicios y otros minerales contenidos en el cemento.

c) Industria Farmacéutica. Para el control de calidad de los fármacos. Las investigaciones que hay al respecto son:

- i. La de Bárbara A. Dalrymple y Charles T. Kenner¹, quienes establecieron la presencia de calcio, en preparaciones farmacéuticas, en el año 1969.

1. DARRYPLE, Bárbara, y Kenner, Charles, Journal of Pharmaceutical Sciences, No. 58, s/1, 1969, pp. 604.

- ii. R.E. Garner y E. Mario², quienes establecieron la presencia de plomo en las lociones.
 - iii. Mokomoto M., y Kanda I, Matsumoto³, quienes determinaron la presencia de plomo en los cosméticos.
 - iv. La determinación de Zinc en la insulina, investigación realizada por G.I Spielhatz⁴ y G.C. Terralballa.
- d) Metalurgia. Para la determinación de los porcentajes de los minerales que forman las aleaciones.
- e) Agricultura. En el análisis de suelos y en el control de calidad de los fertilizantes, lo que permite establecer la cantidad de nutrientes del suelo; así como la mayor abundancia de fósforo y potasio, en determinados suelos del país. También se puede determinar la cantidad de los macronutrientes en los fertilizantes.
- f) Análisis de Agua. La espectroscopía de Absorción Atómica permite establecer la presencia de calcio, sodio, bario, manganeso, magnesio, arsénico, plomo, cobre y otros metales, en el agua.
-
2. GARNER, R.E., y E., Mario, Journal Pharmaceutical Sciences, No. 57, s/1, 1968, pp.1243
3. MATSUMOTO, Kanda I., y Mokomoto, M., Boletín de la Sociedad Química de Cosméticos, No.22, s/1, 1971, pp.589
4. SPIELHATZ, G. I., y Terralballa, G.C, Análisis, No.94, s/1, 1969, pp.1072.

B. MINERALES INVESTIGADOS. Los minerales que fueron analizados en el presente trabajo son: Sodio, Potasio, Hierro, Calcio Magnesio y Manganeso. A continuación se hace breve reseña de cada uno de ellos:

1.- Sodio. Tiene como símbolo químico: Na. Este elemento tiene como peso atómico: 22.9898 gramos y como número atómico, 11.

El sodio es un elemento que fue descubierto por Sir H.Davy, el H.Davy, el año 1807. Para obtenerlo se empleó la electrólisis de soda caústica. Este mineral es abundante en forma de compuestos; ya que nunca se le encuentra libre debido a su intensa actividad química; ; por lo que la característica principal del Sodio es que químicamente es muy reactivo.

a. Utilidades. Tiene muchas utilidades para el hombre, desde un elemento necesario para la nutrición del ser humano hasta la formación de compuestos empleados en la industria y el comercio. Este mineral es requerido por el hombre adulto a razón de un gramo/día.

Entre las funciones del sodio en el cuerpo humano, están las siguientes: Es necesario para la excitabilidad del nervio, músculo y células glandulares; así como la regulación del pH, e isotonía.

Este elemento se encuentra en los líquidos extracelulares y -

se ingiere en forma de sales minerales, entre las que se encuentran el Cloruro de Sodio, Bicarbonato de Sodio, Citrato de Sodio, Fosfato de Sodio y otros.

2.- Potasio. Tiene como símbolo químico: K; y el peso atómico de este elemento es 39,102 gramos y el número atómico es diecinueve.

El Potasio fue descubierto por Sir H. Davy, un año después que el sodio (1808). Para extraerlo se utilizó la electrólisis del Hidróxido de Potasio fundido.

Se le encuentra en forma de compuestos, sobre todo, sales. Estas se parecen mucho a las sales de Sodio y se diferencian en que son menos solubles y no presentan la tendencia a separarse de las soluciones con agua. Se caracteriza por ser enérgicamente activo; pero es débilmente radioactivo. Este mineral es requerido por el hombre como parte de su nutrición, el requerimiento mínimo en el adulto debe ser de dos gramos/día.

a. Utilidades. El Potasio es necesario para la excitabilidad de la membrana celular y para el mantenimiento del pH e isotonicidad. Es ingerido en forma de sales, entre las que pueden citarse: Sulfato de Potasio, Carbonato de Potasio y otros; se encuentra en el interior de las células.

El Potasio es uno de los principales cationes del líquido intracelular, y como tal, con frecuencia se contrapone al Sodio (principal catión del líquido extracelular). Ambos iones

son esenciales para el mantenimiento de la isotonicidad y características electrodinámicas de la célula.

3.- Hierro. Símbolo químico Fe; tiene como peso atómico 55.847 - gramos, y como número atómico veintiseis.

Este metal desempeña una función trascendental en la nutrición de los animales y las plantas superiores, ya que influye en el crecimiento normal tanto de animales como de las plantas superiores.

Este elemento forma dos series de sales derivadas del óxido ferroso y del óxido férrico; éstas son incoloras, excepto las férricas que por lo general son amarillas.

a. Utilidades. El hombre requiere cerca de doce miligramos diarios de hierro para lograr un normal desarrollo y una eficiente nutrición. Desde la antigüedad ha sido considerado como un elemento capaz de proporcionar vigor y fortaleza a pacientes que adolecen de diversas enfermedades.

La deficiencia de este mineral en el hombre produce una serie de cambios que dependen del grado y duración de ésta.

Cuando el humano padece de anemia por falta de hierro, se le aplican sales ferrosas, ya que éstas se absorben mejor que los

compuestos férricos. Este mineral es necesario para la formación de la hemoglobina de la sangre; así como de las enzimas ferro--porfirínicas.

El hombre ingiere los compuestos del hierro en forma de sales, - entre las que pueden citarse el Sulfato Ferroso, Gluconato Ferroso, Citrato Ferroso-Cálcico, y otros. Este metal debe ser ingerido sistemáticamente por los seres humanos ya que de lo contrario le puede provocar falta de suficiente hemoglobina y de enzimas, - lo que puede provocarle anemias profundas y otro tipo de enfermedades debido a la falta de hierro según las necesidades biológicas de la persona.

4.- Calcio. El símbolo químico de este elemento es Ca; tiene como peso atómico 40.08 gramos, y como número atómico veinte.

El primero en preparar este elemento químico fue Sir H. Davy, - el año de 1808.

Este mineral no se encuentra libre sino que en la naturaleza - se haya formando compuestos, en enormes cantidades.

a. Utilidades. El calcio tiene diversidad de funciones en el - desarrollo biológico y fisiológico del hombre, por lo que -- puede considerarse como uno de los minerales más necesarios para el normal desarrollo del hombre. La cantidad requerida -

es de 0.8 gramos/día, los que son ingeridos en forma de sales como el Carbonato de Calcio, Hipofosfito de Calcio, Gluconato de Calcio, Cloruro de Calcio, Pantotenato de Calcio, y otras.

Este elemento químico es un ión endógeno del organismo, esencial para el mantenimiento de diversos procesos fisiológicos. El calcio participa como un factor integral en el mantenimiento de la integridad funcional del Sistema Nervioso; además, - en los mecanismos contráctiles del tejido muscular, en la coagulación de la sangre y en la formación de la mayor parte de tejidos estructurales del esqueleto humano.

Las aplicaciones terapéuticas del Calcio son cuando hay anomalía en el metabolismo de dicho elemento y que puede dar lugar a diversas deficiencias.

Este mineral es utilizado para la calcificación de los huesos y de los dientes. Es utilizado en la excitabilidad de la membrana celular; así como para los mecanismos de acoplamiento que posibilitan el cambio eléctrico en la membrana celular, para activar la célula y las reacciones de algunas enzimas.

Como puede observarse el Calcio es uno de los minerales que más utilidad proporciona a los humanos; por lo que se hace necesario una sistematización al ingerirlo como parte de la nutrición

del hombre. En este sentido, es recomendable que los productos - farmacéuticos multivitamínicos de El Salvador, contengan las dosis necesarias para que tanto los líquidos como los sólidos de dichos productos contribuyan al normal desarrollo del hombre.

5. Magnesio. Este mineral tiene como símbolo químico Mg, número atómico doce, peso atómico 24.312 gramos, tiene un color blanco plateado.

El Magnesio fue aislado por Sir H.Davy, en el año 1808, y quien le dio el nombre de "Magnión" ; no se le encuentra en estado libre sino formando compuestos. Una de sus características químicas es que reaccionan con facilidad, en presencia de la mayoría "no metales".

Este elemento es requerido diariamente por el hombre en una cantidad de 0.4 gramos/ día, el cual es ingerido en forma de sales tales como Sulfato de Magnesio, Carbonato de Magnesio, Cloruro de Magnesio, y otras.

a. Utilidades. Es un ión endógeno empleado en la transmisión neural y sináptica; así como el mantenimiento de la irritabilidad neuromuscular normal. Este ión toma parte activa en el funcionamiento de diversos procesos enzimáticos, debido a que algunas enzimas requieren del ión magnesio como co-

factor. Este mineral se encuentra en los huesos.

6. Manganeso. Es un metal gris que tiene un tinte rojizo y cuyo símbolo químico es Mn. Este mineral contribuye al igual que los anteriores, al desarrollo normal del hombre.

El Manganeso tiene peso atómico 54.9380 gramos, número atómico veinticinco. Fue descubierto el año de 1807, por J.F. John, quien lo aisló de sus componentes ya que en la naturaleza no se encuentra en estado libre. Se requieren cerca de 10 miligramos/día, como parte de la alimentación que el hombre ingiere diariamente.

Es un elemento químico que está presente en todos los tejidos vegetales y animales. Tiene como funcionamiento la de cofactor de numerosas reacciones enzimáticas, principalmente en las que participan en la fosforización oxidativa en las mitocondrias celulares.

El Manganeso debe ingerirse en forma de sales, al igual que el resto de minerales analizados en este trabajo. Entre los principales compuestos de Manganeso están el Sulfato de Manganeso, el Cloruro de Manganeso, y otros.

Por todo lo anterior, puede determinarse que la investigación

realizada en el establecimiento de la calidad y cantidad de los minerales citados anteriormente, y contenidos en los líquidos - multivitamínicos, es necesaria porque contribuirá a mejorar la calidad de tales productos farmacéuticos. en beneficio de la población del país; ya que estos contribuyen al desarrollo biológico del hombre y al proceso fisiológico de los seres humanos.

C A P I T U L O I I I

A N A L I S I S D E M I N E R A L E S . .

En la presente investigación se aplicaron métodos químicos tradicionales o clásicos y el de Absorción Atómica; tanto cualitativo como cuantitativos, lo que ha permitido establecer los procedimientos para determinar la cantidad y calidad de los minerales presentes en los líquidos multivitamínicos.

Es claro que dichos procedimientos no han sido aplicados exactamente como aparecen planteados en la bibliografía consultada, - sino de acuerdo con las condiciones que se presentaron durante el desarrollo de las experimentaciones.

A. EQUIPO. Durante el proceso fueron empleados:

- Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin-Elmer 305
- Espectrofotómetro Spectronic 20 Bausch and Lomb
- Balanza Analítica Mettler
- Mufla Thermolyne

B. CRISTALERIA . En cuanto a la cristalería, se utilizaron cápsulas de porcelana, balones volumétricos, buretas, probetas, erlenmeyer, beaker, pipetas y demás material de laboratorio. Así como diversos reactivos que fueron empleados de acuerdo - con lo señalado en cada uno de los métodos desarrollados en -

el presente capítulo, y que han sido señalados con anterioridad.

C. PARTE EXPERIMENTAL. Para una mayor clarificación de los procedimientos aplicados en el análisis de la cantidad y calidad de los minerales presentes en líquidos multivitamínicos, se han dividido en dos áreas: Los que se refieren a los métodos tradicionales o clásicos, y la parte que corresponde al Método de Absorción Atómica. En ambos casos referidos a los seis minerales analizados: Hierro, Potasio, Manganeso, Magnesio, Sodio y Calcio.

1.- ANALISIS DE LOS MINERALES POR METODOS CLASICOS.

Se desarrolló el siguiente procedimiento: Se aplicaron a cada uno de los minerales, los métodos Volumétricos y Gravimétricos. Para ello, previo al procedimiento se establecieron dos pasos:

- a. Elaboración de la fórmula patrón (Ver tabla No,3); y
- b) Destrucción de la Materia Orgánica.

T A B L A No. 3

COMPONENTES DE LA FORMULA

P A T R O N

S U S T A N C I A	F O R M U L A	CANTIDAD MEZCLADA
Acido Fólico	$C_{19}H_{19}N_7O_6$	0.014 gramos
Vitamina B ₁	$C_{12}H_{18}Cl_2N_4O_5$	0.020 gramos
Vitamina B ₂	$C_{17}H_{20}N_4O_6$	0.020 gramos
Nicotinamida	$C_6H_6N_2O$	0.100 gramos
Vitamina B ₆	$C_8H_{11}NO_3$	0.005 gramos
Glicerofosfato de Sodio	$Na_2C_3H_7O_6P$	0.100 gramos
Cloruro de Cobalto	$CoCl_2$	2.83 miligramos
Sulfato de Magnesio	$MgSO_4$	70.92 miligramos
Sulfato de Potasio	KSO_4	15.60 miligramos
Sulfato de Manganeso	$MnSO_4$	9.23 miligramos
Glicerofosfato de Calcio	$C_3H_7CaPO_6$	367.06 miligramos
Citrato de Hierro Am _o niacal	(15% de hierro	588.0 miligramos
Alcohol	C_2H_5OH	40.0 mililitros
Vehículo	C.S.P.	1000 mililitros

Una vez elaborada la fórmula patrón, se le cuantificó; Sodio, Potasio, Calcio, Magnesio, Manganeso y Hierro, mediante la aplicación de los métodos oficiales químicos (gravimétrico, volumétrico, colorimétrico); luego estos elementos se cuantificaron por Espectroscopía de Absorción Atómica para comparar resultados.

Previo a la experimentación y antes de la cuantificación, se procedió a destruir la materia orgánica.

Para la destrucción de la materia orgánica, William Horwitz¹ señala que se transfiere una porción de la muestra bien mezclada, la cual contiene los seis minerales a determinar, a una cápsula de porcelana de 100 mililitros de capacidad. Luego se incinera a 525°C hasta que haya una aparente libertad de Carbono. A continuación se enfría y se humedece con 20 mililitros de agua y se lava de este modo la cápsula; posteriormente se le adiciona cuidadosamente 10 mililitros de ácido clorhídrico concentrado. Luego se evapora a sequedad en un baño de agua, y se le adicionan 50 mililitros de ácido clorhídrico (1+9); para luego calentarlo en un baño de agua, durante 15 minutos. Se filtra cuantitativamente en un balón volumétrico, y se lava con agua caliente, se enfría la muestra sin materia orgánica y se afora.

1. HORWITZ, William, Editor de la Official Methods of Analysis Of the Association of Official Analytical Chemists, Published by the Association of Official Analytical Chemists, Twelfth Edition 1975, pp.664.

Esta se denominará solución 1.

Una vez elaborada la fórmula patrón y destruida la materia orgánica, se hizo lo siguiente: Determinación de los seis minerales señalados en esta investigación:

a. Determinación Cuantitativa de Calcio. En este se aplicó el método volumétrico, y consiste en la determinación volumétrica de calcio por medio de la valoración con Permanganato de Potasio 0.05 Normal.

i. Procedimiento. Se transfiere una alicuota de la solución patrón, a un beaker, éste debe contener de 20 a 40 miligramos de Calcio. Luego diluir aproximadamente a 100 mililitros, se hierve y se le adicionan 10 mililitros de solución saturada de oxalato de amonio y tres gotas de indicador rojo de metilo ; en seguida se neutraliza con hidróxido de amonio (1+4), hasta que aparece un color rosado y tiene un pH de 5.0; después se deja reposar por cuatro horas; concluido este tiempo, se filtra y se lava con agua destilada a temperatura ambiente hasta que el filtrado esté libre de oxalatos (se guarda el filtrado para cuantificar Manganeso, y se le cita como la solución 2).

A continuación , se rompe en un punto el papel filtro por medio de un agitador que esté limpio, y se lava el precipitado formado dentro de un beaker, en el cual el Calcio fue precipitado por medio de flujo de agua caliente.

Posteriormente se le adicionan 10 mililitros de ácido sulfúrico (1+4), y se calienta a una temperatura de 90° Centígrados; luego, se titula con Permanganato de Potasio 0.05 Normal, por último, se adiciona el papel filtro a la solución para completar la titulación. (Ver resultados en Capítulo IV)

b. Determinación Cuantitativa de Magnesio. Este se hace mediante la aplicación del Método Gravimétrico y consiste en precipitar al ión a determinar formando un compuesto a cuantificar que luego se pesa.

i. Procedimiento. A la solución 2 obtenida en la determinación del Calcio se le adicionan 30 mililitros de ácido nítrico (HNO_3): luego se evapora a sequedad para lograr la descomposición de las sales de amonio que estén presentes en dicha solución.

Una vez evaporada, se le agregan cinco mililitros de ácido clorhídrico (HCl), y se diluye a 100 mililitros mediante agua destilada; a continuación se le añaden cinco mililitros de Citrato de Sodio ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) al 10%, así como 10 mililitros de solución de Hipofosfato de Amonio, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ al 10% suficiente para lograr la precipitación de todo el ión magnesio.

A continuación se le adiciona Hidróxido de Amonio NH_4OH (1+4) y se mantiene en constante agitación hasta lograr que la so-

lución sea totalmente alcalina y forme precipitado; posteriormente se le adicionan 25 mililitros de Hidróxido de Amonio - NH_4OH , con agitación constante hasta formar un precipitado granular. Este se guarda en un lugar frío, se filtra y se lava con Hidróxido de Amonio (1:10) hasta que se libere de cloruros; para comprobar la ausencia de cloruros se le agrega, a una gota de la solución filtrada, Nitrato de Plata (Ag NO_3) y si hay formación de precipitado el cloruro está presente.

Por último, el papel filtro se incinera en una mufla; éste contiene el precipitado formado a una temperatura que oscila entre 500-550°Centígrados hasta lograr la oxidación de todo el carbono existente en la precipitación. A continuación se somete a una temperatura que oscila entre 900-950°Centígrados, durante un lapso de cuatro horas. Este para formar Fosfato de Magnesio, el cual se enfría y luego se pesa, obteniéndose un precipitado blanco. El resultado se reporta como porcentaje de Magnesio lo que aparece planteado en la Tabla No.5, en la que además de la muestra patrón, están incluidas las muestras comerciales (Ver Capítulo IV).

a. Determinación Cuantitativa de Sodio y Potasio. Estos dos minerales son determinados mediante la aplicación del Método Gravimétrico.

i. Procedimiento. Se humedecen 10 gramos de la muestra patrón con Acido Sulfúrico (1+10); luego se seca en un horno y se -

incinera a una temperatura que oscila entre 500-550°Centígrados, hasta lograr la destrucción de la materia orgánica.

Después, el residuo se calienta en un baño de vapor, para lo que se utiliza de 2 a 5 mililitros de Acido Clorhídrico, y se lleva a volumen de 50 mililitros con agua. Este se transfiere a un beaker y se le adiciona Hidróxido de Amonio. gota a gota, hasta que se forma un precipitado, el cual requiere poco tiempo para disolver de modo que la solución quede suavemente ácida: ésto se comprueba con papel pH.

La solución obtenida se calienta hasta ebullición y se le añade Hidróxido de Amonio para precipitar todo el hierro, aluminio y otros elementos presentes. Luego, se hierve durante un minuto, en un beaker tapado; se remueve y si el vapor de amoníaco no es detectado por el olfato, entonces se continúa adicionando gota a gota hasta detectarlo. A continuación se agita y filtra e inmediatamente se lava el precipitado con agua caliente, y luego se filtra rápida y directamente por adición de un fino chorro para liberar el precipitado del papel.

Posteriormente se lava varias veces y regresa el beaker de origen, en donde se disuelve en pocas gotas de Acido Clorhídrico para luego, calentarlo, provocando la precipitación de hierro, aluminio y fosfatos con Hidróxido de Amonio, tal como se dijo anteriormente, para lavarlo y filtrarlo hasta que el precipitado esté libre de cloruros.

Los líquidos resultantes se evaporan a sequedad mediante el calentamiento a 450°Centígrados hasta que las sales de amonio son expelidas, el residuo se disuelve con agua caliente. A continuación se le adicionan cinco mililitros de solución saturada de Hidróxido de Bario ($Ba(OH)_2$) y se calienta a ebullición durante cinco minutos para luego dejarlo reposar hasta que la precipitación es completa por la adición de $Ba(OH)_2$. Cuando cede la precipitación, se filtra y lava varias veces con agua caliente para separar los minerales no investigados.

A continuación se calienta el filtrado hasta ebullición y se le adiciona Hidróxido de Amonio (1+4) y solución al 10% de Carbonato de Amonio hasta la completa precipitación del Bario, Calcio y otros. Se deja por media hora en un baño de agua, se filtra y lava el precipitado con agua caliente. Luego se evapora el filtrado y lavados hasta sequedad, se expelen sales de amonio por calentamiento a temperaturas menores de 450°Centígrados, y luego se trata con porciones de agua caliente y se le adicionan pocas gotas de solución diluída de Hidróxido de Amonio, una a dos gotas de solución de Carbonato de Amonio y pocas gotas de solución saturada de Oxalato de Amonio.

Después de dejar reposar por media hora en un baño de agua y se deja reposar fuera de él, por tres horas. Se filtra y se evapora a sequedad en un baño de agua y se calienta hasta una temperatura igual o mayor de 500°Centígrados hasta que todas las sales de

amonio son expelidas y el residuo es casi blanco; éste se disuelve en agua y se filtra. Luego se pasa a una cápsula de porcelana donde se le añaden cinco gotas de Acido Clorhídrico y se evapora a sequedad en un baño de agua a 500°Centígrados y se enfría en un desecador y se pesa con Cloruro de Potasio y Cloruro de Sodio; el calentamiento se repite hasta lograr el peso constante. Los resultados pueden observarse en las tablas 6 y 7.

d. Determinación Cuantitativa de Manganeso. Este mineral se determina mediante la aplicación del método oficial colorimétrico, - en el que al formar un complejo coloreado su intensidad de color o su poder de absorción de energía es proporcional a la cantidad de Manganeso presente en la muestra.

i. Procedimiento. Se disuelve el precipitado formado en la determinación de Magnesio en 15 mililitros de Acido Sulfúrico, se evapora y se le adiciona 10 mililitros de Acido Nítrico y se continúa la evaporación. Agregar agua y calentar hasta lograr la disolución de las sales de hierro, y a continuación se lleva a un volumen de 150 mililitros con agua y se le adicionan - 0.3 gramos de Peryodato de Potasio, en pequeñas proporciones.

Después de hierve durante cinco minutos hasta que el color de Permanganato de Potasio aparece, dejarlo enfriar y se toman - valores de intensidad de color o absorbancia en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 525 nanómetros.

Los resultados obtenidos con la aplicación del método colorimétrico puede observarse en la Tabla No.8 en la que se señalan la relación de la muestra patrón con cuatro muestras comerciales.

- ii. Preparación del Estándar. A un volumen de agua similar al de la muestra se le añaden 15 mililitros de Acido Sulfúrico y suficiente Nitrato de Hierro libre de Manganeso. Después se le agrega una cantidad medida de Permanganato de Potasio 0.1 N hasta lograr que el color sea levemente más oscuro que el de la muestra; luego se adicionan 0.3 gramos de Peryodato de Potasio y se hierve durante cinco minutos para luego enfriarlo y transferirlo a frascos volumétricos de 100 ml. Posteriormente, el estándar es diluído a volumen de 100 ml y se toman valores de absorbancia en espectrofotómetros a una longitud de onda de 525 nanómetros; así queda preparado el estándar a utilizar en la experimentación.

- e. Determinación de Hierro. Este al igual que el manganeso se determina mediante la aplicación del método colorimétrico, uno de los sistemas oficiales o clásicos. Para ello, previamente se establecen los estándares y luego se procede a la experimentación.
 - i. Procedimiento. Se transfiere una alicuota de la solución 1 que contenga de 0.2 a 0.5 miligramos de hierro a un frasco -

volumétrico de 100 mililitros y se le adiciona suficiente Acido Clorhídrico (1+9), con la finalidad de producir dos mililitros de ácido concentrado y se afora con agua a 100 mililitros.

Posteriormente se pipetea diez mililitros de la solución anterior y se transfiere a un frasco volumétrico de 25 mililitros a los que se le adiciona un mililitro de solución de Hidroxil Amina. Y en pocos minutos se le añaden cinco mililitros de solución amortiguadora de Acetato de Amonio y un mililitro de solución de o-fenentrolina para diluirla a un volumen de 15 mililitros con agua. A continuación se toman valores de absorbancia - en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 510 nanómetros. Paralelamente se lleva un blanco en iguales condiciones para hacer luego la corrección.

Para determinar concentración de hierro se elabora una curva de calibración preparando las siguientes soluciones patrón:

Se preparan once soluciones que contengan 0.0, 2.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0, 35.0, 40.0, y 45.0 mililitros respectivamente de solución patrón de Hierro (que tiene una concentración de 0.01 miligramos de hierro/mililitro); luego se les adiciona - dos mililitros de Acido Clorhídrico concentrado y se llevan a un volumen de 100 mililitros.

Después se toman 10 mililitros de cada una de las soluciones y se transfieren a un frasco volumétrico de 25 mililitros y se les

adiciona un mililitro de solución de Hidroxilamina, y en pocos minutos se les añaden cinco mililitros de solución amortiguadora de Acetato de Amonio y un mililitro de solución de p-fenacetrolina y se diluye a volumen de 25 ml. con agua.

Posteriormente se toman valores de absorbancia en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 510 nanómetros, para que luego se elabore la curva de calibración y se grafique los valores de absorbancia contra valores de concentración, dando una línea recta donde se interpola para encontrar concentración de la muestra.

Es importante aclarar que para la determinación del hierro, se procedió según lo planteado por William Horwitz¹, y cuyos resultados se exponen en la Tabla No.9.

Como puede observarse, en la primera parte de este capítulo se han planteado los procedimientos aplicados de los métodos clásicos, para determinar la presencia y cantidad de los minerales analizados en esta investigación: Hierro, Manganeso, Sodio, Potasio, Magnesio y Calcio. Los métodos utilizados en las experimentaciones fueron volumétrico, gravimétrico y el colorimétrico, los cuales son conocidos como métodos clásicos o métodos oficiales, tal como ha sido señalado en los primeros párrafos de este trabajo de investigación.

1.HORWITZ, ob cit., pp.223 y 664.

2. ANÁLISIS DE MINERALES POR ABSORCIÓN ATÓMICA.

La segunda área del presente capítulo corresponde a la aplicación del Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica para determinar la presencia y cantidad de los minerales analizados en este trabajo.

Para ello, se utilizan reactivos ya preparados, los cuáles son los siguientes:

- a. Solución Patrón de Calcio. Calcio 500 ug/ml; a 1.249 de Carbonato de Calcio (CaCO_3), adicionar 50 mililitros de agua bidestilada, agregar gota a gota 10 mililitros de HCl para completar solubilidad de Carbonato de Calcio. Llevar a volumen de mil mililitros.
- b. Solución Patrón de Manganeso. Manganeso 1000 ug/ml. Se disuelve 1.0 gramos de manganeso metálico en un volumen mínimo de (1+1) de Acido Nítrico HNO_3 . Diluir a un volumen de mil mililitros.
- c. Solución Patrón de Sodio. Sodio 1000 ug/ml. Disolver 2.542 gramos de Cloruro de Sodio en un litro de agua bidestilada.
- d. Solución Patrón de Potasio. Potasio 1000 ug/ml. Disolver 1.907 gramos de Cloruro de Potasio en un litro de agua bidestilada .

- e) Solución Patrón de Hierro. Hierro 1000 ug/ml. Disolver 1.000 gramos de varilla de hierro en 50 mililitros de (1+1) de HNO_3 (Acido Nítrico). Diluir a un volumen de mil mililitros con agua bidestilada.
- f. Solución Patrón de Magnesio. Magnesio 1000 ug/ml. Disolver 1.000 gramos de varilla de Magnesio en volumen mínimo de -- HCl (1+1). Diluir a un volumen de mil mililitros con agua bi destilada.
- a. Determinación de Calcio. La aplicación del Método por Espectro fotometría de Absorción Atómica comprende cinco etapas:
- i. Preparación de Patrones. Preparar soluciones patrón de - Calcio a concentraciones de 2, 4, 6, 8 y 10 microgramos por mililitro.
 - ii. Preparación de la Muestra. Se toma una alícuota de muestra que contenga 100 miligramos de Calcio, y se disuelve en 15 mililitros de ácido clorhídrico 1N, y a continuación se lle va a volumen de 100 mililitros. Posteriormente se toma de - la solución anterior, una alícuota de 5 mililitros y se pasa a un balón de 100 mililitros aforar con agua bidestilada, y de esta solución se toman 5 mililitros que se transfieren - en un balón volumétrico de 50 mililitros. Después se le adi cionan 10 mililitros de solución Lantano al 5% y se diluye a volumen de 50 mililitros con agua bidestilada.

- iii. Establecimiento de Parámetros de Operación . Para la experimentación se establecen los parámetros del siguiente -- cuadro:

Longitud de Onda:	422.7 nm
Rango:	visible
Rendija:	4
Fuente de Radiación:	Lámpara de Cátodo hueco Calcio
Tipo de llama:	Aire-Acetileno(reductora)

- iv. Lectura en el Espectrofotómetro y Elaboración de las Curvas de Calibración.(Ver Curva de Calibración No,1)

- v. Lectura de la Muestra. (Ver Tabla No.10)

- b. Determinación del Magnesio. Las etapas a desarrollar son cinco al igual que el metal anterior. Las cuáles son:

- i. Preparación de Patrones. Preparar soluciones patrón de Magnesio a concentraciones de 0.25, 0.5, 1.0 y 1.5 , microgramos por mililitro (ug/ml).

- ii.Preparación de la Muestra. Se toma una alícuota de muestra - que contenga el equivalente a cinco miligramos de magnesio, a los que se le añaden cinco mililitros de Acido Clorhídrico

concentrado; y luego se lleva a volumen de 100 mililitros con agua bidestilada. A continuación se toma un mililitro de solución anterior y se le agrega 10 mililitros de Lantano al 5%. Esto se lleva a volumen de 100 mililitros con agua bidestilada.

iii. Parámetros de Operación. Los criterios para la experimentación son los siguientes:

Longitud de Onda:	285 nm
Rango:	Ultravioleta
Rendija:	4
Fuente de Radiación:	Lámpara de Cátodo Hueco de Magnesio
Tipo de Llama:	Aire Acetileno(re--ductora)

iv. Lectura en el Espectrofotómetro y Elaboración de las Curvas de - Calibración. Esto se hace directamente en el aparato y con base en los resultados se elaboran las curvas de calibración mediante los datos de absorbancia y de concentración. (Ver Curva No.2)

v. Lectura de la Muestra. La muestra patrón es leída en el aparato para determinar el Magnesio. (Ver Tabla No.11)

c. Determinación de Manganeso. Para determinar la presencia y cantidad del Manganeso en los productos comerciales analizados, se aplica el Método de Absorción Atómica, conforme los pasos siguientes:

i. Preparación de los Patrones. Preparar soluciones patrón de Man

ganeso a concentraciones de 0.5, 1.0, 1.5 y 2.0 microgramos por mililitros (ug/ml.)

ii. Preparación de la Muestra . Se toma una alicuota de muestra que contenga el equivalente a tres miligramos y se le agregan cinco mililitros de Acido Clorhídrico para luego llevarlo a volumen de 100 mililitros. A continuación se toma un mililitro de la solución anterior y se lleva a volumen de 25 mililitros con agua bidestilada.

iii. Parámetros de Operación. Los parámetros establecidos para realizar las investigaciones son las del siguiente cuadro.

Longitud de Onda:	279.5 nm
Rango:	Ultravioleta
Pendija:	3
Fuente de Radiación:	Lámpara de Cátodo Hueco de --- Manganeso
Tipo de Llama:	Aire Acetileno (oxidante)

iv. Lectura en el Espectrofotómetro y Elaboración de las Curvas de Calibración. Los resultados pueden observarse en la Curva No.3, en la que se grafica absorbancia contra concentración.

v. Lectura de la Muestra. (Ver Tabla No.12)

d. Determinación de Sodio. Al igual que los casos anteriores, la determinación del Sodio comprende cinco etapas que son las siguientes:

- i. Preparación de Patrones. Preparar soluciones patrón de Sodio a concentraciones de 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 y 1.0 microgramos por mililitro (ug/ml)
- ii. Preparación de la muestra. Se toma una alícuota de muestra que contenga el equivalente a un miligramo de Sodio al que se le agregan cinco mililitros de Acido Clorhídrico concentrado y se lleva a un volumen de 100 mililitros con agua bidestilada. Luego, de solución anterior se toma un mililitro y se lleva a volumen de 25 mililitros con agua bidestilada.
- iii. Parámetros de Operación. Para determinar la presencia y cantidad de Sodio existente en las muestras comerciales y patrón establecidas se utilizaron los parámetros del siguiente cuadro:

Longitud de Onda:	589.6 nm
Rango:	Visible
Rendija:	4
Fuente de Radiación:	Lámpara de Cátodo Hueco de Sodio.
Tipo de Llama:	Aire-Acetileno(Oxidante)

- iv. Lectura en el Espectrofotómetro y Elaboración de las Curvas de Calibración. Los resultados pueden observarse en la curva de calibración.

ción No.4, en la que se ha graficado la absorbancia contra la concentración.

v. Lectura de la Muestra.(Ver Tabla No.13)

e. Determinación de Potasio. Comprende cinco etapas, las cuáles son las siguientes:

- i. Preparación de Patrones. Preparar soluciones patrón de potasio a concentraciones de 0.5.1.0, 1.5 y 2.0 microgramos por mililitro (ug/ml)
- ii. Preparación de la Muestra. Se toma una alicuota de muestra que contenga el equivalente a 10 miligramos de potasio al que se añaden cinco mililitros de Acido Clorhídrico concentrado y se lleva a volumen de 100 mililitros con agua bidestilada. Posteriormente se toma de la solución anterior, un mililitro y se lleva a volumen de 100 mililitros con agua bidestilada.
- iii. Parámetros de Operación. Los criterios establecidos para realizar las experimentaciones que determinarían la presencia y -- cantidad de potasio en las muestras seleccionadas son las del siguiente cuadro:

Longitud de Onda:	766.5 nm
Rango:	Visible
Rendija:	4
Fuente de Radiación:	Lámpara de Cátodo Hueco de Potasio
Tipo de Llama:	Aire-Acetileno(oxidante)

- iv. Lectura en el Espectrofotómetro y Elaboración de las Curvas de Calibración. Como puede observarse en la curva de calibración No.5, se determina la relación entre absorbancia contra concentración del Potasio.
- v. Lectura de la Muestra. Ver Tabla No.14.
- f. Determinación de Hierro. La determinación del Hierro mediante la aplicación del Método de Absorción Atómica comprende los pasos siguientes:
- i. Preparación de Patrones. Preparar soluciones patrón de Hierro a concentraciones de 5, 10, 15 y 20 microgramos por mililitro (ug/ml).
- ii. Preparación de la Muestra. Se toma una alícuota de muestra que contenga el equivalente a 100 miligramos de Hierro y se le añaden cinco mililitros de Acido Clorhídrico concentrados y se lleva a un volumen de 100 mililitros. A continuación se toma de la anterior solución, un mililitro el que se lleva a volumen de 100 mililitros con agua bidestilada.
- iii. Parámetros de Operación. Estos son los señalados en el cuadro:

Longitud de Onda:	248.3 nm
Rango:	Ultravioleta
Rendija:	3
Fuente de Radiación:	Lámpara de Cátodo Hueco de Hierro
Tipo de Llama:	Aire-Acetileno(oxidante)

- iv. Lectura en el Espectrofotómetro y Elaboración de las Curvas de Calibración. Se lee en el aparato los resultados obtenidos en la experimentación y luego se grafica, tal como aparece en la curva de calibración No.6, en la que se graficó absorbancia contra concentración.
- v. Lectura de la Muestra. La última etapa es la lectura de las muestras comerciales seleccionadas, las cuales se usaron para determinar la cantidad de Hierro en los líquidos multivitáminicos, y cuyos resultados aparecen en la Tabla No.15.

C A P I T U L O I V

RESULTADO DE LAS EXPERIMENTACIONES

En este capítulo se plantean los resultados obtenidos en los experimentos realizados, tanto con los Métodos Clásicos como con el de Absorción Atómica.

Dichos métodos permitieron determinar la cantidad de Magnesio, Manganeso, Hierro, Sodio, Calcio y Potasio; en líquidos multivitaminicos. Estos resultados son:

A. RESULTADOS CON METODOS CLASICOS. Estos fueron:

1. Determinación de Calcio.

Los resultados obtenidos en mililitros gastados de Permanganato son equivalentes a los miligramos de Calcio presentes en la muestra o alicuota tomada, de acuerdo con lo siguiente:

"Un mililitro de Permanganato de Potasio 0.05 Normal, equivale a un miligramo de Calcio".

En la Tabla No.4 se plantea la determinación de Calcio por el método volumétrico, tanto para la muestra patrón como para las seis muestras comerciales que fueron seleccionadas de las que son producidas y utilizadas en El Salvador, y que en esta investigación fueron cuantificadas.

Es importante aclarar que en dicha tabla, se les conoce con el nombre de Muestra Comercial 1, Comercial 2, hasta la 7; con las que se hicieron varias pruebas. Las Tablas son las siguientes.

TABLA Nº 4

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DEL CALCIO POR EL METODO VOLUMETRICO.

M U E S T R A	MILIGRAMOS ROTULADOS	MILIGRAMOS ENCONTRADOS	CONTENIDO DE MUESTRAS
PATRON	70 mg	68.5 mg	97.85%
COMERCIAL 1	82.5 mg	80 mg	96.96
COMERCIAL 2	4000 mg	3900 mg	97.5%
COMERCIAL 4	367.06 mg	350 mg	95.35%
COMERCIAL 5	3 mg	2 mg	66.66%
COMERCIAL 6	12 mg	10 mg	83.33%
COMERCIAL 7	400 mg	350 mg	87.50%

TABLA Nº 5

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DEL MAGNESIO POR EL METODO GRAVIMETRICO.

MUESTRAS	MILIGRAMOS ROTULADOS	MILIGRAMOS ENCONTRADOS	CONTENIDO DE MUESTRAS
PATRON	7 mg	6.5 mg	92.85%
COMERCIAL 1	55.5 mg	50 mg	90.09%
COMERCIAL 4	70.92 mg	70 mg	98.70%
COMERCIAL 5	0.5 mg	.40 mg	80%
COMERCIAL 7	1100 mg	1000 mg	90.90%

TABLA Nº 6

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DEL SODIO POR EL METODO GRAVIMETRICO

MUESTRAS	MILIGRAMOS ROTULADOS	MILIGRAMOS ENCONTRADOS	CONTENIDO DE MUESTRAS
PATRON	22 mg	20 mg	90.90%
COMERCIAL 2	1000 mg	900 mg	90%
COMERCIAL 3	330 mg	400 mg	121%
COMERCIAL 6	1000 mg	900 mg	90%
COMERCIAL 8	0.5 mg	0.45 mg	90%

TABLA Nº 7

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DE POTASIO POR EL METODO GRAVIMETRICO

MUESTRA	MILIGRAMOS ROTULADOS	MILIGRAMOS ENCONTRADOS	CONTENIDO DE MUESTRA
PATRON	7 mg	6 mg	85.71%
COMERCIAL 1	.098 mg	-	-
COMERCIAL 4	15.60 mg	12 mg	76.92%
COMERCIAL 5	0.75 mg	0.60 mg	80%
COMERCIAL 7	1.5 mg	1.25 mg	83.33%

TABLA Nº 8

RESULTADOS DE LA DETERMINACION DE MANGANESO POR EL METODO COLORIMETRICO

MUESTRA	MILIGRAMOS ROTULADOS	MILIGRAMOS ENCENTRADOS	CONTENIDO DE MUESTRA
PATRON	3 mg	2.5 mg	83.33%
COMERCIAL 1	4.5 mg	3.5 mg	77.77%
COMERCIAL 4	9.23 mg	8 mg	86.67%
COMERCIAL 5	0.1 mg	0.09 mg	90%
COMERCIAL 7	20 mg	18 mg	90%

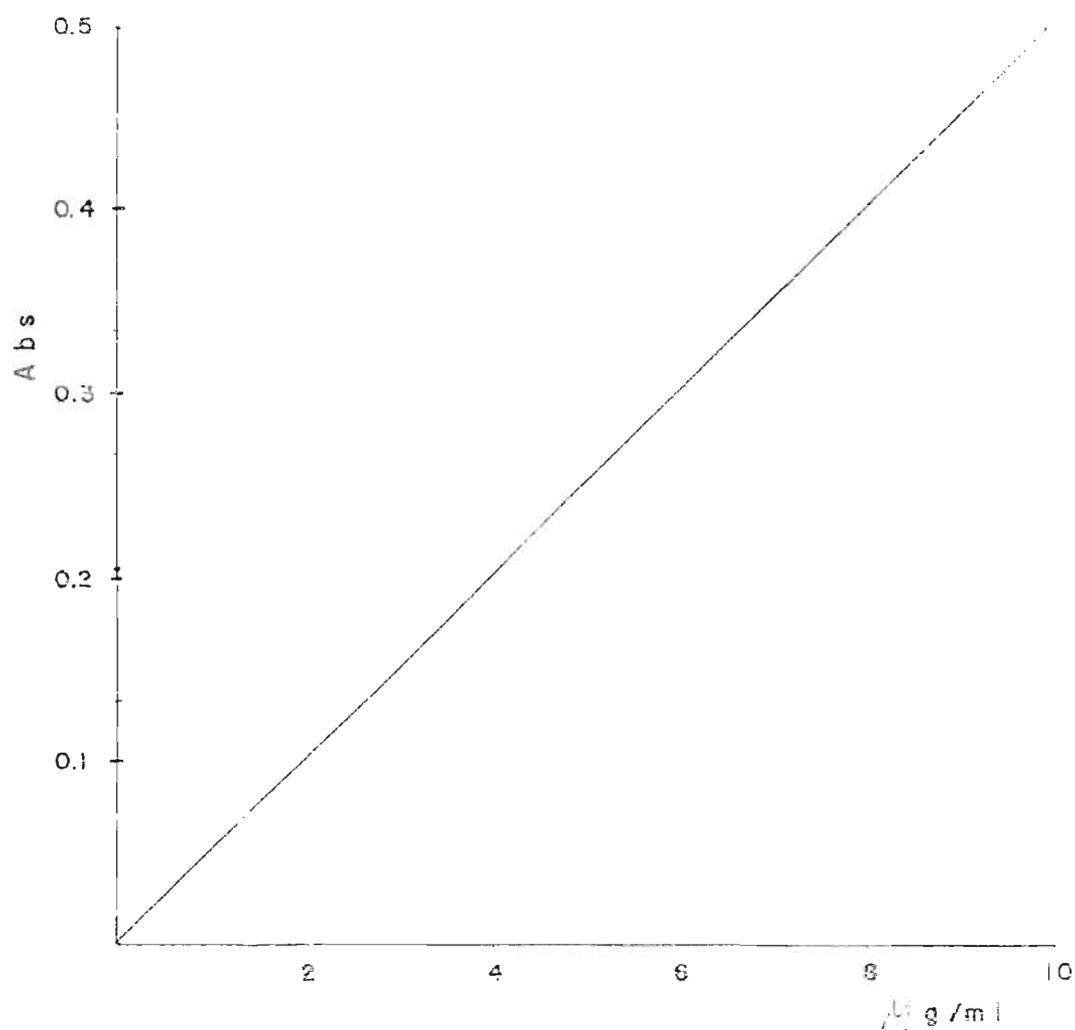
Date	Description	Debit	Credit
1900	To Balance		100.00
1901	By Cash	50.00	
1902	To Cash	25.00	
1903	By Cash	75.00	
1904	To Cash	100.00	
1905	By Cash	50.00	
1906	To Cash	25.00	
1907	By Cash	75.00	
1908	To Cash	100.00	
1909	By Cash	50.00	
1910	To Cash	25.00	
1911	By Cash	75.00	
1912	To Cash	100.00	
1913	By Cash	50.00	
1914	To Cash	25.00	
1915	By Cash	75.00	
1916	To Cash	100.00	
1917	By Cash	50.00	
1918	To Cash	25.00	
1919	By Cash	75.00	
1920	To Cash	100.00	
1921	By Cash	50.00	
1922	To Cash	25.00	
1923	By Cash	75.00	
1924	To Cash	100.00	
1925	By Cash	50.00	
1926	To Cash	25.00	
1927	By Cash	75.00	
1928	To Cash	100.00	
1929	By Cash	50.00	
1930	To Cash	25.00	
1931	By Cash	75.00	
1932	To Cash	100.00	
1933	By Cash	50.00	
1934	To Cash	25.00	
1935	By Cash	75.00	
1936	To Cash	100.00	
1937	By Cash	50.00	
1938	To Cash	25.00	
1939	By Cash	75.00	
1940	To Cash	100.00	
1941	By Cash	50.00	
1942	To Cash	25.00	
1943	By Cash	75.00	
1944	To Cash	100.00	
1945	By Cash	50.00	
1946	To Cash	25.00	
1947	By Cash	75.00	
1948	To Cash	100.00	
1949	By Cash	50.00	
1950	To Cash	25.00	
1951	By Cash	75.00	
1952	To Cash	100.00	
1953	By Cash	50.00	
1954	To Cash	25.00	
1955	By Cash	75.00	
1956	To Cash	100.00	
1957	By Cash	50.00	
1958	To Cash	25.00	
1959	By Cash	75.00	
1960	To Cash	100.00	
1961	By Cash	50.00	
1962	To Cash	25.00	
1963	By Cash	75.00	
1964	To Cash	100.00	
1965	By Cash	50.00	
1966	To Cash	25.00	
1967	By Cash	75.00	
1968	To Cash	100.00	
1969	By Cash	50.00	
1970	To Cash	25.00	
1971	By Cash	75.00	
1972	To Cash	100.00	
1973	By Cash	50.00	
1974	To Cash	25.00	
1975	By Cash	75.00	
1976	To Cash	100.00	
1977	By Cash	50.00	
1978	To Cash	25.00	
1979	By Cash	75.00	
1980	To Cash	100.00	
1981	By Cash	50.00	
1982	To Cash	25.00	
1983	By Cash	75.00	
1984	To Cash	100.00	
1985	By Cash	50.00	
1986	To Cash	25.00	
1987	By Cash	75.00	
1988	To Cash	100.00	
1989	By Cash	50.00	
1990	To Cash	25.00	
1991	By Cash	75.00	
1992	To Cash	100.00	
1993	By Cash	50.00	
1994	To Cash	25.00	
1995	By Cash	75.00	
1996	To Cash	100.00	
1997	By Cash	50.00	
1998	To Cash	25.00	

CURVA DE CALIBRACION

DETERMINACION DE CALCIO

metodo por E. A. A.

Abs	concentración $\mu\text{g/ml}$
0.10	2
0.20	4
0.305	6
0.402	8
0.51	10



Product	Metric A (mg)	Metric B (mg)	Percentage (%)
PATENT	7 mg	2.45 mg	35.14%
COMMERCIAL 1	18.5 mg	6.6 mg	35.68%
COMMERCIAL 4	70.9 mg	25 mg	35.26%
COMMERCIAL 5	6.7 mg	2.4 mg	35.82%
COMMERCIAL 7	1100 mg	390 mg	35.45%

CURVA DE CALIBRACION

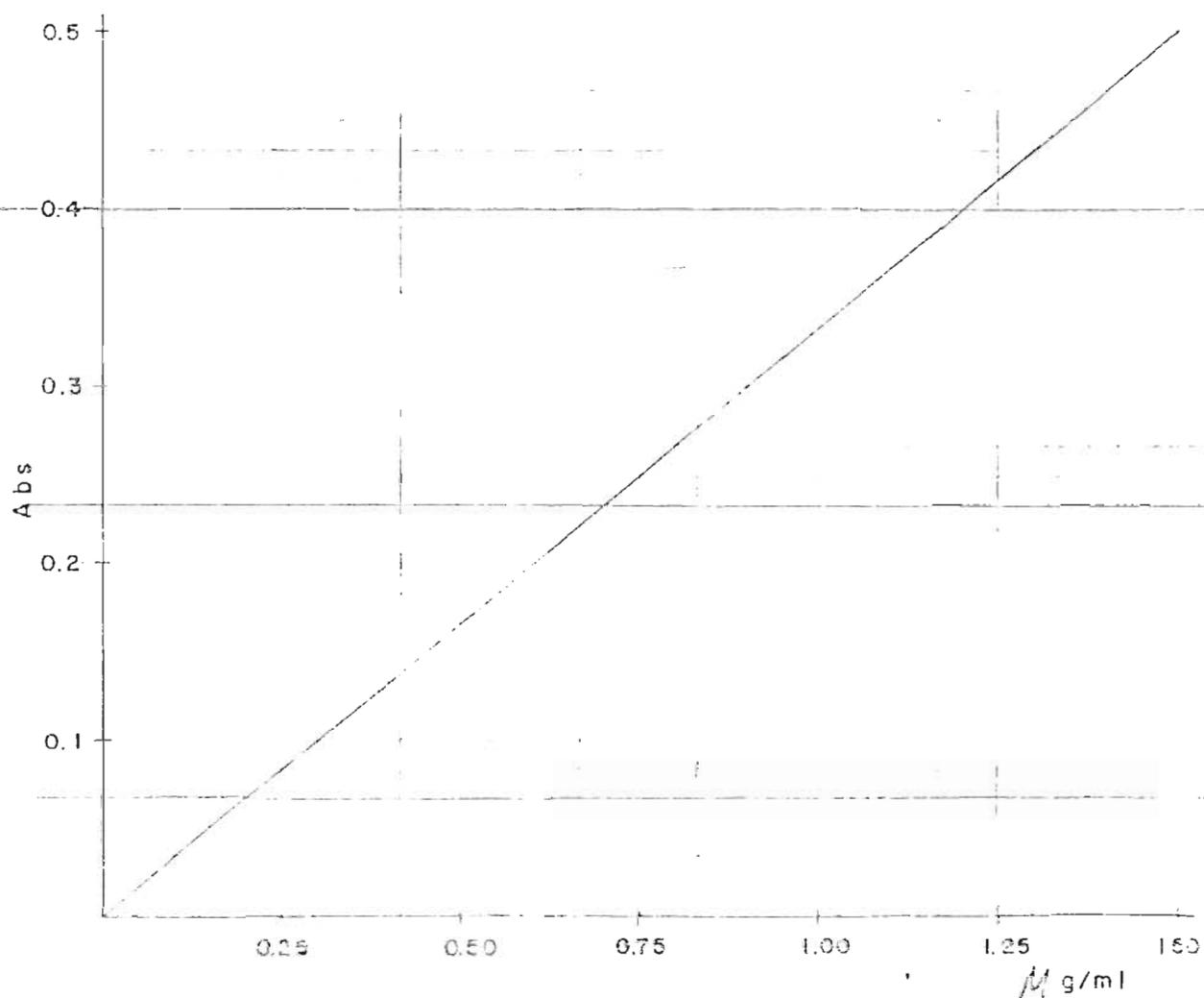
DETERMINACION DE MAGNESIO

metodo por E. A. A.

Abs concentración

Mg/ml

0.08	0.25
0.06	0.50
0.25	0.75
0.33	1.00
0.50	1.50



REACTANT	RELATIVE CONCENTRATION	RELATIVE CONCENTRATION	RELATIVE CONCENTRATION
1. ETHANOL	7.0 mg	1.0 mg	100.0%
2. ETHANOL	4.0 mg	1.0 mg	25.0%
3. ETHANOL	3.25 mg	1.0 mg	31.25%
4. ETHANOL	0.1 mg	0.15 mg	150%
5. ETHANOL	20 mg	19 mg	95%

CURVA DE CALIBRACION

DETERMINACION DE MANGANESO

metodo por E.A.A.

Abs	concentración Mg/ml
0.05	0.25
0.10	0.5
0.20	1.0
0.31	1.5
0.42	2.0

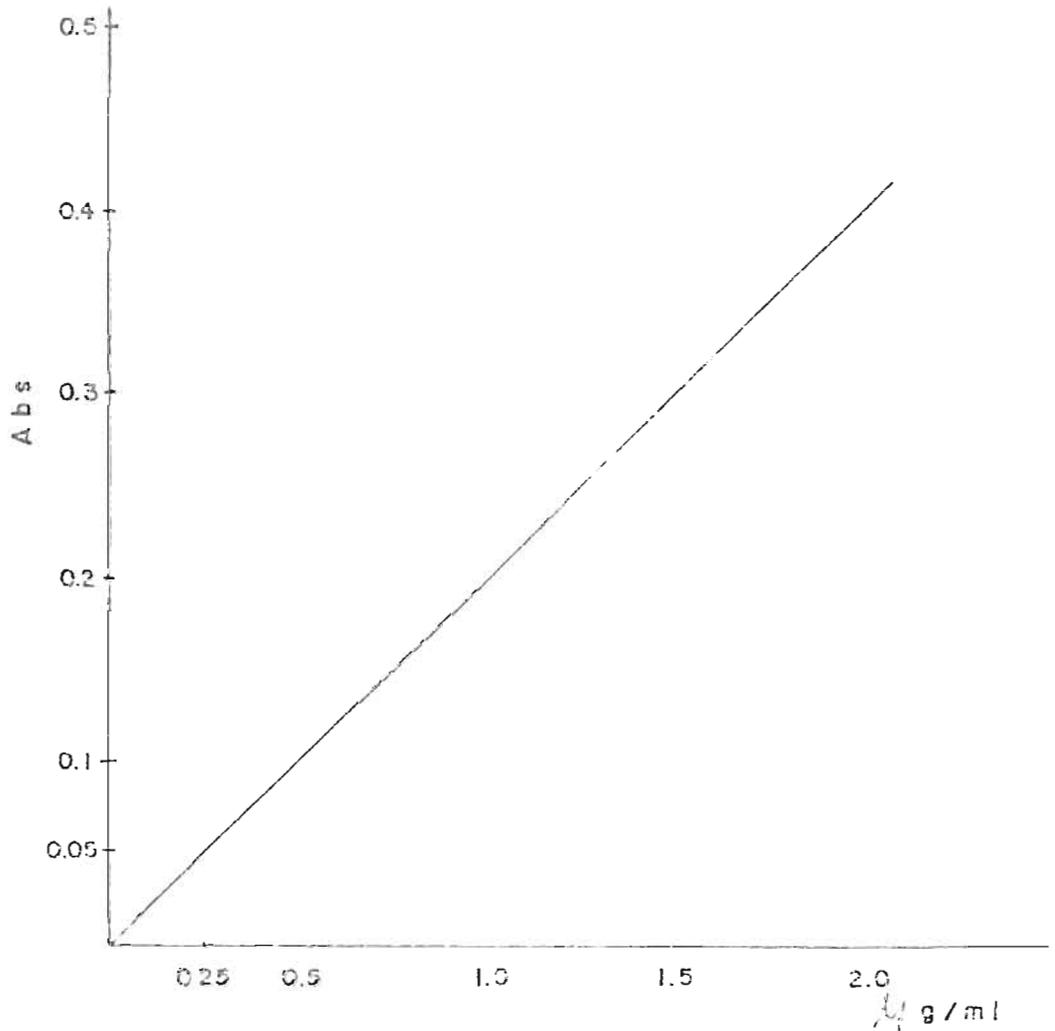


TABLE 1
 ANALYSIS OF SAMPLES

TEST	THEORY CONCENTRATION	POLYMER CONCENTRATION	EXPERIMENTAL CONCENTRATION
1	12.0%	21.8%	19.0%
2	200%	108%	100%
3	300%	360%	100%
4	1000%	980%	98%
5	2.5 mg	0.48 mg	98%

CURVA DE CALIBRACION
DETERMINACION DE SODIO
metodo por E. A. A.

Abs	concentracion Mg / ml
0.16	0.2
0.33	0.4
0.49	0.6
0.64	0.8

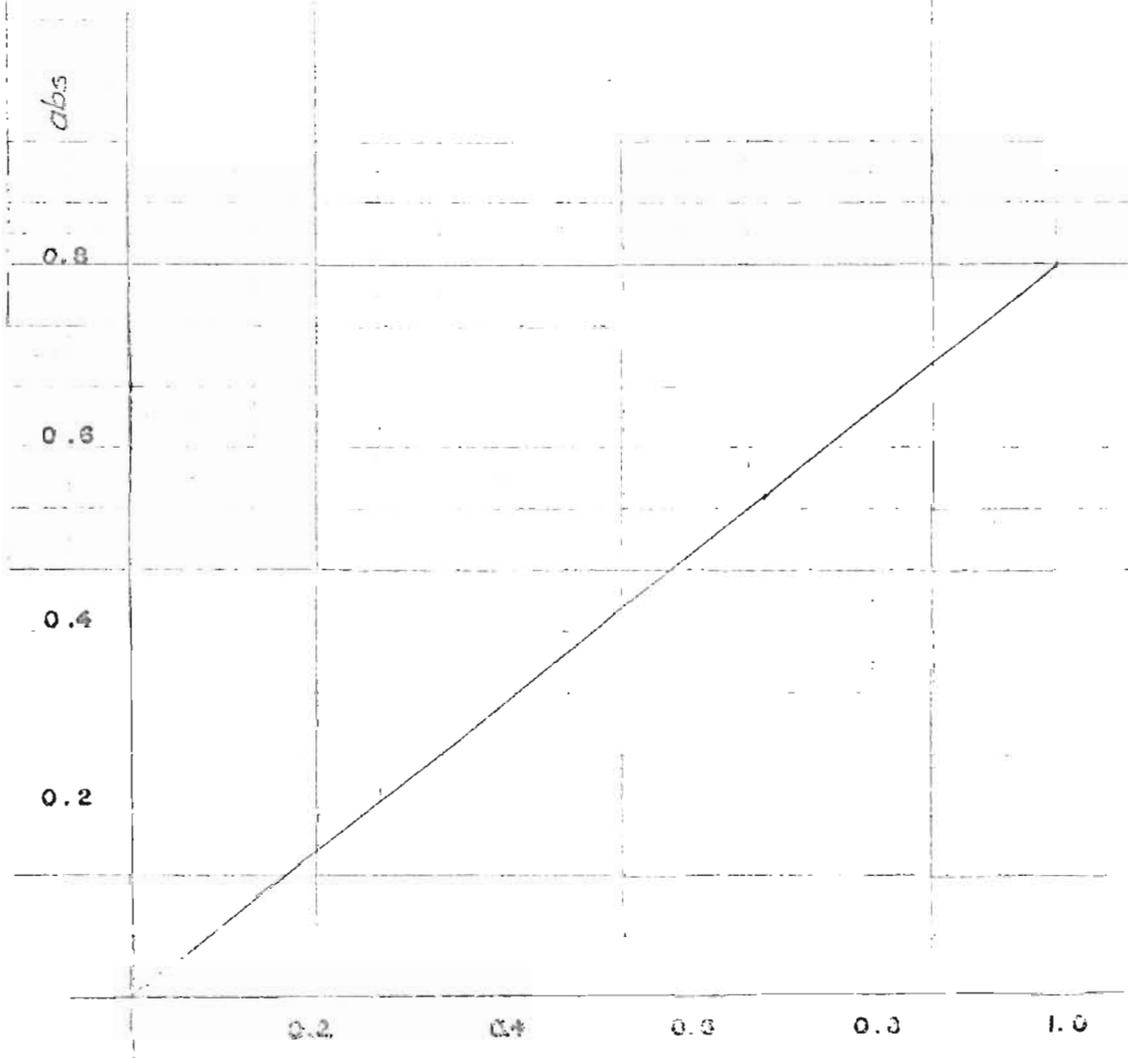


TABLE 4

DETERMINATION OF POTASSIUM

RECOVERY OF POTASSIUM FROM
4857401 BY X-RAY FLUORESCENCE

MATERIAL	MICROGRAMS POTASSIUM	MICROGRAMS, RECOVERED	PERCENTAGE RECOVERY
TABLETS	7 mg	6.73 mg	96.14%
PHARMACEUTICALS	2,098 mg	1,916 mg	91.32%
LETTERHEADS	15.50 mg	15.3 mg	98.71%
COMMERCIAL	0.75 mg	0.70 mg	93.33%
COMMERCIAL	1.5 mg	1.45 mg	96.66%

CURVA DE CALIBRACION
 DETERMINACION DE POTASIO
 metodo por E. A. A.

Abs	concentracion Mg/ml
0.101	0.5
0.135	1.0
0.29	1.5
0.38	2.0

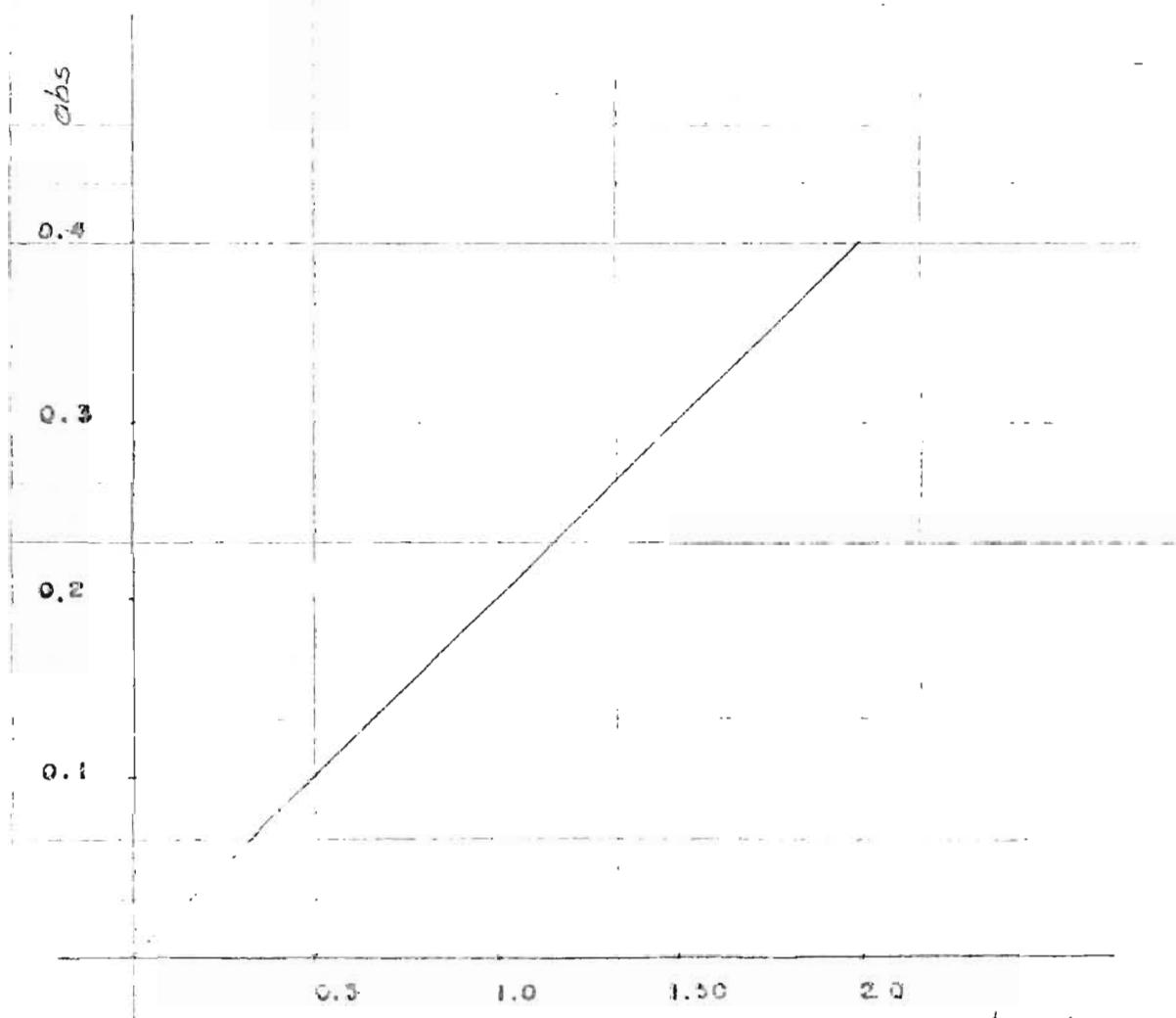


TABLA Nº 15

DETERMINACION DE HIERRO. METODO ESPECTROFOTOMETRIA
ABSORCION ATOMICA.

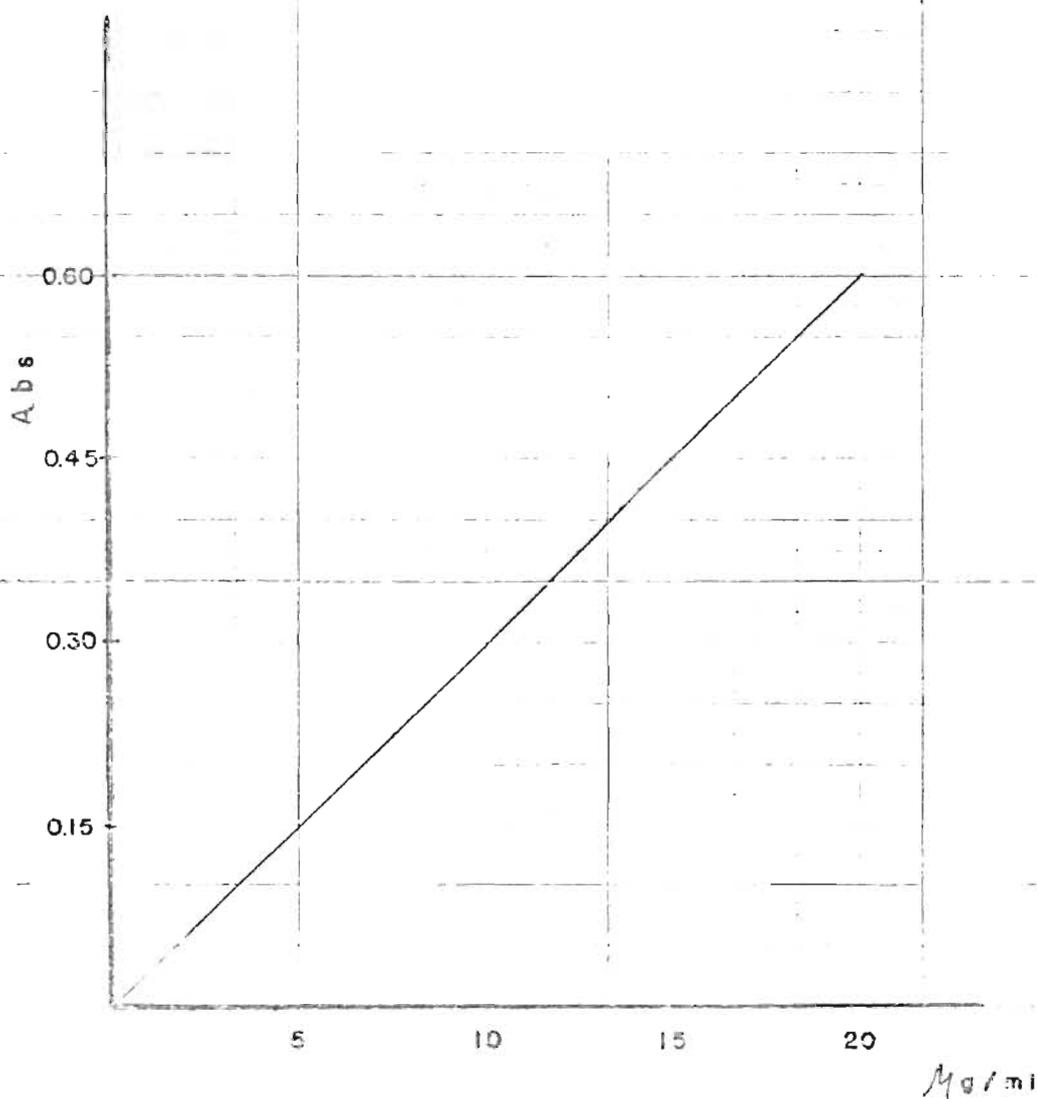
MUESTRA	MILIGRAMOS ROTULADOS	MILIGRAMOS ENCENTRADOS	CONTENIDO DE MUESTRA
PATRON	100 mg	99.5 mg	99.5%
COMERCIAL 1	26 mg	25.2 mg	96.92%
COMERCIAL 4	588 mg	580 mg	98.63%
COMERCIAL 5	60 mg	42 mg	70%
COMERCIAL 6	340 mg	325 mg	95.58%
COMERCIAL 7	400 mg	380 mg	95.0%
COMERCIAL 8	250 mg	245 mg	98.0%

CURVA DE CALIBRACION

DETERMINACION DE HIERRO

metodo por E. A. A.

Abs	concentración Mg/ml
0.15	5
0.29	10
0.44	15
0.58	20



D I S C U S I O N

En el presente trabajo se ha establecido un método de análisis - por Espectroscopia de Absorción Atómica para la determinación - cuantitativa de: Sodio, Magnesio, Manganeso, Potasio, Calcio y Hierro contenidos en productos líquidos multivitaminicos: método que se desarrolla con un volumen pequeño de muestra y en el menor tiempo de análisis posible, comparándolo con los Métodos Clásicos de Análisis.

La determinación volumétrica de Calcio, a pesar de ser rápida y económica, presenta la desventaja que es difícil de precisar exactamente el punto final de la valoración; por ello se recomienda realizar una titulación potenciométrica. Otra desventaja que presenta y que da origen a error en la determinación es que la precipitación del Calcio no se haga en una forma completa.

Por otra parte la determinación Gravimétrica de Magnesio, Sodio y Potasio no presenta mayor problema, en esta determinación el tratamiento de la muestra debe hacerse con sumo cuidado para evitar pérdida de la misma.

En cambio la determinación Espectrofotométrica de Absorción hecha para el Manganeso y el Hierro es un método bastante confiable y rápida.

La confiabilidad que nos da el método colorimétrico en la determinación de Manganeso y Hierro, es que su máximo de Absorción es - característico del complejo que se forma en la determinación.

En la técnica de Espectroscopía de Absorción Atómica es bien importante considerar el efectuar el análisis; la buena preparación de la muestra, como las operaciones instrumentales, ya que el buen control de los parámetros influyen en los resultados obtenidos. Estos parámetros son: condiciones de la llama, selección de la longitud de onda analítica, tratamiento de la solución a analizar.

La llama usada en la determinación de Calcio y Magnesio es de tipo reductora; ya que estos elementos necesitan una llama rica en contenido de combustible obteniéndose en estas condiciones una Absorción máxima, el Sodio, Manganeso, Potasio y Hierro, necesitan una llama de tipo oxidante obteniendo así mejores resultados.

Otro de los parámetros importantes es la selección de la longitud de onda, ya que se debe ocupar la línea más intensa del espectro de emisión característica de cada elemento.

Las condiciones de la solución tanto de la muestra como la patrón es de mucha importancia, así cuando se va a determinar Calcio y Magnesio debe hacerse uso de una solución de óxido de Lantano al 5% para evitar la interferencia que puede causar el ion fosfato que puede estar presente, el óxido de Lantano actúa como un agente supresor, ya que al reaccionar con el ion fosfato deja libres los iones de Calcio y Magnesio.

C O N C L U S I O N E S

- En este estudio se han planteado las ventajas y desventajas que existen en la aplicación de los Métodos Clásicos con respecto al Método de Absorción Atómica, en lo que respecta a la determinación de minerales en las preparaciones líquidas multivitamínicas.
- El método propuesto en la presente investigación de fácil aplicación tal como puede observarse en la etapa experimental del mismo.
- Se propone el Método de Absorción Atómica para que sea utilizado en la Cuantificación de los minerales analizados: Sodio, Potasio, Calcio, Magnesio, Manganeso y Hierro; ya que aunque el equipo a emplear es costoso, el método es muy versátil; además, de los elementos aquí determinados permite el análisis de aproximadamente 70 elementos metálicos en rangos de concentraciones que van desde trazas hasta macro cantidades.
- Es un método rápido, sencillo y preciso en el que se obtienen resultados exactos y reproducibles.
- Con el método propuesto por Espectroscopía de Absorción Atómica se está colaborando en la superación del Control de Calidad en la Industria Farmacéutica de nuestro país.

ANEXO No.1

MUESTRAS COMERCIALES

FORMULA 1.

c/5 mililitros.

Vitamina A	1.0 mg
Vitamina D	10.0 microgramos
Clorhidrato de tiamina	1.5 mg
Rivoflavina	1.6 mg
Niacinamida	10.0 mg
Vitamina B ₅	1.0 mg
Vitamina B ₁₂	3 mg
Vitamina C	50 mg
Gluconato Ferroso	30 mg
Ioduro de Potasio	30 mg.
Lactato Cálcico	32.5 mg
Gluconato de Manganeso	1.5 mg
Glucoheptanato de Zinc	4.2 mg
Gluconato de Magnesio	55.5 mg
Vehículo c.s.p.	

FORMULA 2

c/100 gr contiene

Vitamina B ₁₂	100 mgr
Vitamina D ₂	20,000 UI
Heptagluconato de Calcio	4 gramos

Citrato de Colina con Hierro	1 gramos
Glicrofosfato de Sodio	1 gramo
Formiato Sódico	1.4 gramos

FORMULA 3

c/100 mililitros

Ferricitrato Sódico	220 mg
Gluconato de Cobalto	0.6 mg
Vitamina B ₁	0.6 mg
Vitamina B ₆	20 mg
Vitamina B ₁₂	100 mg
Acido fólico	10 mg
Nicotinamida	100 mg

FORMULA 4

c/100 ml

Acido fólico	0.014 gr
Vitamina B ₁	0.020 gr
Vitamina B ₂	0.020 gr
Nicotinamida	0.100 gr
Vitamina B ₆	0.005 gr
Cloruro de Cobalto	2.93 mg
Sulfato de Magnesio	70.02 mg
Yoduro de Potasio	0.20 mg
Citrato de Hierro amoniacal	530.0 mg
Sulfato de Manganeso	0.23mg
Glicerofosfato de Calcio	367.06 mg

Sulfato de Potasio	15.60	mg
Alcohol	2	ml
Vehículo c.s.p.	140	ml

FORMULA E

Vitamina A	5000	UI
Vitamina B ₁	3	mg
Nicotinamida	10	mg
Vitamina B ₆	1	mg
Vitamina K	0.5	mg
Vitamina E	1	mg
Vitamina D	400	UI
Vitamina B ₂	3	mg
Vitamina B ₁₂	15	mcg
Vitamina C	50	mg
Acido Fólico	0.5	mg
Pantotenato de Calcio	3	mg
Fumarato Ferroso	60	mg
Manganeso	0.1	mg
Zinc	0.1	mg
Iodo	0.01	mg
Potasio	0.75	mg
Magnesio	0.5	mg

FORMULA 6

c/100 ml contienen

Extracto hepático libre de proteínas	3 gr
Vitamina B ₁₂	40 mg
Vitamina B ₁	15 mg
Vitamina B ₂	10 mg
Vitamina B ₆	5 mg
Pantotenato Cálcico	12 mg
Glicerofosfato Sódico	1000 mg
Gluconato de Hierro	340 mg

FORMULA 7

c/100 ml contiene

Vitamina A	60.000 UI
Vitamina D ₃	6.000 UI
Vitamina B ₁	30 mg
Vitamina B ₂	30 mg
Vitamina B ₆	20 mg
Vitamina B ₁₂	60 mcgr.
Vitamina C	1 gr
Vitamina E	200 UI
Niacinamida	250 mg
Sulfato Ferroso	400 mg
Yoduro de Potasio	1.5 mg
Pantotenato de Calcio	400 mg

Sulfato de Manganeso	20 mg
Sulfato de Zn	20 mg
Magnesio Fluoruro	1.1 gr
Jarabe aromatizado c.s	

FORMULA 2

c/5 ml

Hierro Citrato amoniacal	0.25 gr
Sulfato de Cobre	0.5 mg
Gluconato de Cobalto	0.5 mg
Molibdato de Sodio	0.5 mg
Lisina clorhidrato	50 mg
Vitamina A	10,000 UI
<u>Vitamina B₁</u>	5 mg
Vitamina B ₂	3 mg
Vitamina B ₆	3 mg
Vitamina B ₁₂	5 mcg
Vitamina E acetato	2 mg

B I B L I O G R A F I A

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, Métodos Estándar para el Examen de Aguas y Aguas de Desecho. 11a. edición, Editorial Interamericana S.A., México D.F. (México), 1963.

DALRYMPLE, Bárbara, y Kenner, Charles, Journal of Pharmaceutical Sciences, No.50, s/1, 1969, pp.604.

FISHER, Robert B., y Peters, Demis G., Análisis Químico Cuantitativo, 3a. edición, Editorial Interamericana S.A., México D.F. - (México), 1970, pp.28

GARNER, R.E., y E. Mario, Journal Pharmaceutical Sciences, No.57 s/1, 1968, pp. 1243

HORWITZ, William, Editor de la Official Methods of Analysis of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, Published by the Association of Official Analytical Chemists, - - twelfth edition, 1975, pp. 664.

MATSUMOTO, Kanda I., Mokomoto, M., Boletín de la Sociedad Química de Cosméticos. No,22, s/1, 1971, pp.589.

PERKIN-ELMER, Corporation, Boletín sobre Técnicas de Aplicación de Absorción Atómica, s/n, Connecticut (Estados Unidos), 1970, pp.3

SKOOG, Douglas, y West, Donald, Introducción a la Química Analítica, 1a. edición, Editorial Reverté S.A., México D.F. (México) 1966, pp.3

SPIELHATZ, G.I., y Tarraiballa, G.C., Análisis, No.94 s/1, 1969, pp.1072.