

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

Facultad de Química y Farmacia



“Comparación de los Métodos Espectrofotométricos de Absorción Atómica y Fotometría de Llama Para la Determinación de los Elementos Sodio, Potasio, Litio y Calcio en Hojas de Vegetales de Consumo Humano”.

TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR:

MAURICIO MENJIVAR GONZALEZ

PARA OPTAR AL TITULO DE:

LICENCIADO EN QUIMICA Y FARMACIA

SEPTIEMBRE DE 1985



SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA

T
545.33
M545c

UES BIBLIOTECA CENTRAL

INVENTARIO: 10120453

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

R E C T O R

DOCTOR MIGUEL ANGEL PARADA

S E C R E T A R I O

DOCTORA GLORIA CASTANEDA DE MONTOYA

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

D E C A N O

DRA. ROSA AMELIA RODRIGUEZ DE CORTES

S E C R E T A R I O

DRA. AMINTA ACEITUND DE KAFIE

A S E S O R

DOCTORA AMINTA ACEITUNO DE KAFIE

JURADO DE TRABAJO DE GRADUACION

LICENCIADA MERCEDES GOMEZ DE DIAZ

DOCTORA ALBA GLORIA CAÑAS

DOCTORA MARGARITA MONGE RICO

DEDICATORIA

A DIOS TODOPODEROSO

: Por haberme iluminado, y crear en mí, una gran fortaleza.

A MI MADRE

: Teresa González v. de Menjivar, por su amor, comprensión, paciencia y apoyo en todos los momentos de mi vida.

A LA MEMORIA DE MI PADRE

: José Antonio Menjivar

A MIS HERMANOS

: José Antonio, René, Raúl Américo, y Boris.

A MIS SOBRINOS Y DEMAS FAMILIARES :

A MIS AMIGOS Y COMPAÑEROS DE TRABAJO.

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

A LA DOCTORA AMINTA ACEITUNO DE KAFIE, POR SU ASESORAMIENTO, DIRECCION Y BUENA VOLUNTAD DURANTE LA INVESTIGACION REALIZADA.

AL JURADO CALIFICADOR, DRA. MARGARITA MONGE RICO, DRA. ALBA GLORIA CAÑAS Y LICENCIADA MERCEDES GOMEZ DE DIAZ, POR SU COLABORACION DESINTERESADA PARA LLEVAR A FELIZ TERMINO ESTE TRABAJO.

A LA LICENCIADA ANA ILMA MARTINEZ POR SU VALIOSA AYUDA EN LA PARTE INSTRUMENTAL QUE COMPRENDE ESTE TRABAJO.

A MIS AMIGOS Y COMPAÑEROS DE TRABAJO POR SUS CONSEJOS Y APOYO.

A TODAS AQUELLAS PERSONAS QUE EN UNA U OTRA FORMA CONTRIBUYERON AL DESARROLLO DE ESTE TRABAJO.

- 6 -

C O N T E N I D O

INTRODUCCION.	7
OBJETIVOS.	9

CAPITULO UNO

REVISION BIBLIOGRAFICA.

1.1	CONCEPTOS FUNDAMENTALES EN ESPECTROSCOPIA.....	12
1.1.1	Radiación electromagnética.	12
1.1.2	Propiedades de onda.	12
1.1.3	Características de una onda electro <u>magnética</u>	12
1.1.4	Propiedades de partícula.	13
1.1.5	Espectro electromagnético.	13
1.2	INTERACCION DE LA RADIACION ELECTRO <u>MAGNETICA</u> CON LA MATERIA.	14
1.2.1	Estado basal y estado excitado.	15
1.3	EMISION DE LA RADIACION.	18
1.4	METODOS DE ANALISIS ESPECTROFOTOME <u>TRICOS</u>	18
1.5	LEY DE BEER.	19
1.6	ESPECTROSCOPIA DE EMISION DE LLAMA.	20

1.6.1	Espectros de emisión	22
1.6.2	Componentes de un fotómetro de llama	24
1.6.2.1	Sistemas de gases.	25
1.6.2.2	Atomizadores.	25
1.6.2.3	Quemador.	26
1.6.2.4.	Monocromadores.	27
1.6.2.5	Detectores fotosensibles.	27
1.7	TIPOS DE FOTOMETROS DE LLAMA.	28
1.7.1	Instrumentos de haz simple.	28
1.7.2	Instrumentos de doble haz.	28
1.8	LLAMA.	29
1.8.1	Requisitos principales de una llama satisfactoria.	29
1.9	ERRORES EN LA FOTOMETRIA DE LLAMA	30
1.9.1	Errores instrumentales.	30
1.9.2	Errores por radiación de elementos extraños.	30
1.9.3	Gases utilizados en fotometría de llama.	31

		PAGINA
1.10	ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA.	32
1.10.1	Llama.	35
1.11	INSTRUMENTACION DE ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.	35
1.11.1	Fuentes de Radiación.	35
1.11.1.1	Lámpara de cátodo hueco.	36
1.11.1.2	Tubos de descarga gaseosa.	36
1.11.2..	Monocromador.	36
1.11.2.1	Ancho de banda efectivo.	37
1.11.2.2	Elementos dispersantes.	37
1.11.2.2.1	Dispersión con prismas.	37
1.11.2.2.2	Dispersión con rejillas de dispersión	37
1.11.2.2.3	Colimadores.	38
1.11.2.2.4	Ranuras.	38
1.11.3	Detector de la radiación.	38
1.11.3.1	Requisitos que debe tener un detector.....	39
1.12	TIPOS DE MECHERO USADOS EN ABSORCION ATOMICA.	39
1.12.1	Mecheros de consumo total.	39

1.12.2	Mecheros de mezcla previa.	40
1.12.3	Gases usados para la formación de llama.	40

CAPITULO DOS

MATERIALES Y METODOLOGIA.

2.1	Métodos.	43
2.2	Equipo.	43
2.3	MATERIALES.	43
2.3.1	Cristalería.	43
2.3.2	REACTIVOS.	44
2.4	MUESTRAS DE VEGETALES ANALIZADOS.	44
2.5	ELEMENTOS A DETERMINAR.	45
2.6	MUESTREO.	45
2.7	PREPARACION DE MUESTRAS.	47
2.8	PROCEDIMIENTO.	48
2.9	PREPARACION DE REACTIVOS.	48

2.9.1	Solución estandar de sodio, 1000 ppm.	48
2.9.2	Solución estandar de potasio, 1000 ppm.	49
2.9.3	Solución estandar de litio, 1000 ppm.	49
2.9.4	Solución estandar de calcio, 500 ppm.	49
2.9.5	Solución estandar de lantano, 50.000 ppm.	49
2.9.6	Solución estandar de lantano 1%.	49
2.9.7	Cálculos para la preparación de las soluciones estándares.	49
2.10	PREPARACION DE LAS SOLUCIONES ESTANDARES PARA LA ELABORACION DE LAS CURVAS DE CALIBRACION.	50
2.11	C A L C U L O S	51

INDICE DE TABLAS

T A B L A		PAGINA
1-	P A R A M E T R O S	53
2-	DATOS UTILIZADOS PARA LA ELABORACION DE CURVAS DE CALIBRACION DE SODIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.	54
3-	DATOS UTILIZADOS PARA LA ELABORACION DE CURVAS DE CALIBRACION DE SODIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.	54
4-	DATOS UTILIZADOS PARA LA ELABORACION DE CURVAS DE CALIBRACION DE POTASIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.	63
5-	DATOS UTILIZADOS PARA LA ELABORACION DE CURVAS DE CALIBRACION DE POTASIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.	63
6-	DATOS UTILIZADOS PARA LA ELABORACION DE CURVAS DE CALIBRACION DE CALCIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.	70

7-	DATOS UTILIZADOS PARA LA ELABORACION DE CURVAS DE CALIBRACION DE CALCIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA. 70
8-	DATOS UTILIZADOS PARA LA ELABORACION DE CURVA DE CALIBRACION DE LITIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA. 77
9.	DATOS UTILIZADOS PARA LA ELABORACION DE CURVA DE CALIBRACION DE LITIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA. 77
10.	COMPARACION DE LOS DOS EQUIPOS UTILIZADOS. 80

INDICE DE CUADROS

PAGINA

C U A D R O

1-	DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE SODIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.	55
2-	DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE SODIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.	59
3-	DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE POTASIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.	64
4-	DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE POTASIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.	67
5-	DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE CALCIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.	71

6-	DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE CALCIO POR ESPEC- TROFOTOMETRIA DE LLAMA.	74
----	---	-------	----

INDICE DE GRAFICOS

PAGINA

GRAFICO

1-	CURVA DE CALIBRACION DE SODIO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENI DOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE AB SORCION ATOMICA.	56
2-	CURVA DE CALIBRACION DE SODIO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENI DOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE AB SORCION ATOMICA.	57
3-	CURVA DE CALIBRACION DE SODIO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENI DOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE AB SORCION ATOMICA.	58
4-	CURVA DE CALIBRACION DE SODIO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENI DOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLA MA.	60

<p>5-- CURVA DE CALIBRACION DE SODIO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.</p>	<p>.....</p>	<p>61</p>
<p>6-- CURVA DE CALIBRACION DE SODIO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.</p>	<p>.....</p>	<p>62</p>
<p>7-- CURVA DE CALIBRACION DE POTASIO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.</p>	<p>.....</p>	<p>65</p>
<p>8-- CURVA DE CALIBRACION DE POTASIO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.</p>	<p>.....</p>	<p>66</p>
<p>9-- CURVA DE CALIBRACION DE POTASIO Y RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.</p>	<p>.....</p>	<p>68</p>

10-	CURVA DE CALIBRACION DE POTASIO Y RE- SULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA. 69
11-	CURVA DE CALIBRACION DE CALCIO Y RE- SULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMI CA. 72
12-	CURVA DE CALIBRACION DE CALCIO Y RE- SULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMI CA. 73
13-	CURVA DE CALIBRACION DE CALCIO Y RESUL- TADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ES- PECTROFOTOMETRIA DE LLAMA. 75

14-	CURVA DE CALIBRACION DE CALCIO Y RESULTA <u>DOS</u> DOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS POR ESPECTRO <u>FOTOMETRIA</u> DE LLAMA.	76
15-	CURVA DE CALIBRACION DE LITIO POR ESPECTRO <u>FOTOMETRIA</u> DE ABSORCION ATOMICA.	78
16-	CURVA DE CALIBRACION DE LITIO POR ESPECTRO <u>FOTOMETRIA</u> DE LLAMA.	79

CAPITULO TRES

		PAGINA
3.1	OBSERVACIONES. 82
3.2	ANALISIS DE DATOS. 84
3.3	DISCUSION DE RESULTADOS. 86
3.4	CONCLUSIONES. 87
3.5	RECOMENDACIONES. 87
3.6	BIBLIOGRAFIA. 88

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

Tradicionalmente en el análisis de una muestra se trata principalmente de determinar la composición química de ésta.

Partiendo del hecho de que el análisis químico incluye el análisis culitativo y el análisis cuantitativo, y conociendo el aspecto que ambos abarcan, puede decirse que un químico analista debe considerar para realizarlo varios parámetros importantes, tales como, conocer las metodologías e instrumentos a utilizar, aplicar los principios del análisis y si es necesario modificar estos métodos ante cualquier problema que surja en el desarrollo y tener la capacidad de evaluar e interpretar los resultados obtenidos, además de familiarizarse con los principios teóricos de estos métodos.

Todos estos aspectos anteriormente mencionados deben ser utilizados para la exactitud, precisión, reproducibilidad y seguridad al final del análisis, como consecuencia del método empleado.

Respecto a los métodos de análisis empleados, son muchos y variados. Para la selección del método analítico hay que tomar en cuenta la clasificación de éstos, de acuerdo a la propiedad observada en el proceso de medición.

Pueden clasificarse como :

- Métodos Clásicos.
- Métodos Modernos.

Los métodos clásicos, se basan en la medición de dos propiedades que son masa y volumen y entre ellos se encuentran los métodos gravimétricos y volumétricos, respectivamente.

Los métodos instrumentales, se basan en la medición de otras propiedades físicas, entre las cuales se encuentran la absorción de la radiación y la emisión de la radiación. Entre los métodos analíticos basados en la medición de dichas propiedades están comprendidas la Espectroscopía de Absorción Atómica y la Fotometría de Llama, respectivamente, los cuales son utilizados en el desarrollo del presente trabajo.

O B J E T I V O S

1. Comparar los métodos instrumentales de espectrofotometría de llama y espectrofotometría de absorción atómica, cuyos principios fundamentales se basan en la medición de la misma propiedad física, cual es la medición de la radiación electromagnética.
2. Determinar las ventajas y limitaciones de ambos, basándose en los resultados obtenidos con respecto a los elementos a analizar.
3. Seleccionar y recomendar el método instrumental más adecuado para el análisis de los elementos en cuestión.

CAPITULO

UNO

REVISION

BIBLIOGRAFICA

1.1 CONCEPTOS FUNDAMENTALES EN ESPECTROSCOPIA.

1.1.1 RADIACION ELECTROMAGNETICA.

La radiación electromagnética es una forma de energía radiante que presenta propiedades de onda y de partícula.

1.1.2 PROPIEDADES DE ONDA.

Entre las propiedades de onda tenemos los fenómenos de refracción, reflexión e interferencia constructiva y destructiva.

Una onda electromagnética tiene un componente eléctrico y uno magnético que oscilan en planos perpendiculares entre sí y - perpendiculares a la dirección de propagación de la radiación, pero de estos dos componentes solo el componente eléctrico de la onda electromagnética interviene en las interacciones comunes con la materia de transferencia de energía. Por consiguiente, solamente se tomará en cuenta el componente eléctrico.

1.1.3 CARACTERISTICAS DE UNA ONDA ELECTROMAGNETICA.

- Longitud de onda (λ) : es la distancia entre dos puntos correspondientes en la onda, crestas o valles; puede medirse en centímetros.
- Amplitud (A) : es la medida de su intensidad y es proporcional al número de fotones que tiene la onda.

- Frecuencia (ν) : es el número de unidades completas de longitud de onda que pasan por un punto fijo en la unidad de tiempo. (ciclos por segundo.)

1.1.4 PROPIEDADES DE PARTICULA.

EINSTEIN, mediante la explicación del fenómeno fotoeléctrico sugiere que la radiación electromagnética está constituida - por partículas discretas llamadas fotones que tienen la energía definida y se desplazan en el espacio a la velocidad de la luz, y viene dado por la ecuación siguiente :

$$E = h\nu$$

en donde:

E = energía del fotón (ergios)

ν = frecuencia (ciclos por segundo)

h = constante de Planck. (6.624×10^{-27} ergs - segundo)

La intensidad de la luz es proporcional al número de fotones y es independiente de la energía de los mismos.

1.1.5 ESPECTRO ELECTROMAGNETICO.

La radiación electromagnética de interés en el análisis químico varía desde los rayos gamma altamente energéticos hasta - las ondas de radio, de baja energía. La gama completa de la radiación se conoce como Espectro electromagnético. (17)

Si las partículas están muy separadas entre sí, como en el estado gaseoso, actúan como cuerpos independientes produciendo radiaciones que contiene pocas longitudes de onda específicas resultando un espectro que es discontinuo llamado espectro de líneas.

Por el contrario, un espectro continuo es aquel en que todas las longitudes de onda están tan poco espaciadas que la separación por medios ordinarios no es factible.

Los espectros continuos se emplean como fuentes, basados en la interacción de la radiación con la materia, como la espectrofotometría.

Los espectros lineales por el contrario, son importantes por que permiten la identificación y la determinación de la especie emisora.

La luz es la energía radiante en la región espectral visible para el ojo humano; la luz visible ocupa una región muy pequeña del espectro electromagnético. (21)

1.2 INTERACCION DE LA RADIACION ELECTROMAGNETICA CON LA MATERIA.

Las sustancias al estar en estado gaseoso pueden absorber la radiación electromagnética solo por medio de un aumento de su energía activadora.

Al pasar la radiación electromagnética a través de la materia,

los fotones provenientes de la radiación deben tener la energía adecuada para que la muestra pueda absorberla. (17)

Cuando hay absorción de la luz por un átomo o una molécula, ocurren cambios en ellos y éstos, pueden ser :

- a) **Electrónicos** : Cuando hay un cambio en la energía de los electrones distribuidos alrededor de los átomos o de una molécula.
- b) **Vibracionales** : cuando hay cambios en la separación por medio de dos o más átomos.
- c) **Rotacionales** : Cuando hay rotación de un dipolo químico.

Se ha determinado que para que se efectúen cambios o transiciones - electrónicas se necesita una energía radiante más alta que para que se lleven a cabo cambios rotacionales o vibracionales.

Esto implica que las transiciones electrónicas son ocasionadas por absorción de la luz visible y ultravioleta, y las otras dos, por absorción de radiación infrarroja o de longitud de onda mayor.

1.2.1 ESTADO BASAL Y ESTADO EXCITADO.

Estado basal o fundamental de una molécula o átomo, se considera que es el estado de menor energía.

Estado excitado, es aquel que presenta un estado energético mayor que el fundamental.

El estado excitado se produce a causa de la absorción de la luz en otra forma de energía que reciben las moléculas o los átomos.

Si hay absorción tenemos como resultado que los átomos y las moléculas de las muestras se excitan y luego rápidamente regresan a su estado fundamental; como consecuencia de esto, puede haber pérdida de energía en forma de calor transmitido a su alrededor, o puede haber emisión de energía en forma de radiación electromagnética.

Para que haya absorción electrónica de la radiación electromagnética, el fotón que ataca debe tener como mínimo una energía igual a la diferencia de energía entre los dos niveles cuantificados. (17)

$$\Delta E = \nu h$$

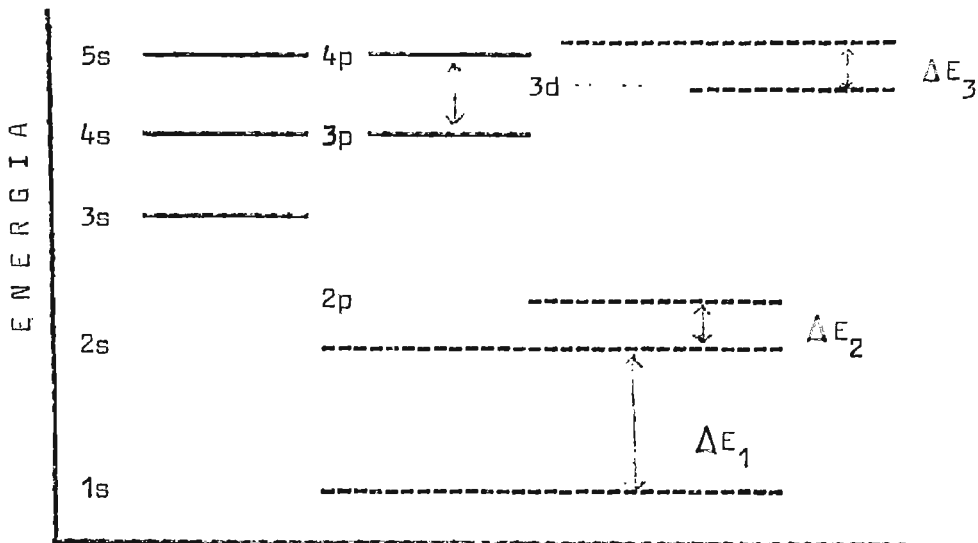
En donde :

ΔE = diferencia de energía entre los niveles cuánticos.

h = constante de Planck.

ν = frecuencia del fotón que ocasiona la transición.

DIAGRAMA DE NIVELES DE ENERGIA



Puede suceder que parte de la radiación al penetrar en la materia en vez de absorberse, se disperse o se refleje, o se remita con la misma longitud de onda o con diferente longitud de onda al salir de la muestra.

Aquella radiación que no se absorbe ni se dispersa, puede sin embargo sufrir cambios en su orientación o polarización al atravesar la muestra.

Un rayo de luz policromática está formada de varios colores, es decir, luz de muchas longitudes de onda. Si irradiamos una muestra, se absorberá la luz en determinadas longitudes de onda, -

mientras que otras pasarán a través de la solución sin sufrir ningún efecto.

La solución tendrá un color correspondiente a las longitudes de onda que no se absorben con respecto a la región visible; es decir, que el color que vemos, son las longitudes de onda no absorbidas y es el complementario al color o longitudes de onda que se absorben.

1.3 EMISION DE LA RADIACION.

La interacción de la radiación electromagnética con la materia es un fenómeno reversible, a menudo hay radiación electromagnética cuando partículas extrañas (iones, átomos, moléculas) vuelven a niveles más bajos o a su estado fundamental.

En el caso de la emisión de la radiación, las especies emisoras que constituyen una muestra pueden absorber radiación de alta energía, excitando algunos electrones hasta un nivel superior inmediato a su estado fundamental; los cuales al volver a su estado de menor energía emiten fotones de diversas energías a longitudes de onda específicas. (17)

1.4 METODOS DE ANALISIS ESPECTROFOTOMETRICOS.

Como se ha explicado anteriormente se basan en la absorción de la luz visible o de otro tipo de energía radiante por una solución.

La cantidad de energía radiante absorbida, es proporcional a -

la concentración de la sustancia absorbente presente en la solución, trabajando siempre a una longitud de onda determinada,

Los métodos espectrofotométricos no se limitan al uso de la luz visible, sino que también utilizan energía radiante de las otras regiones del espectro electromagnético, tales como el ultravioleta, infrarrojo, etc.

Se han desarrollado métodos de análisis espectrofotométricos para la mayoría de los elementos y para compuestos orgánicos.

Los métodos que se basan en la absorción de la luz son útiles para el análisis cuantitativo de muestras pequeñas desde cantidades mínimas, hasta cantidades aproximadamente del 1%, pero no para cantidades mayores. (17)

1.5 LEY DE BEER.

La ley fundamental en que se basan los métodos espectrofotométricos es la ley de Bouguer-Beer o ley de Lambert y Beer.

Esta ley establece que la cantidad de luz o energía visible, ultravioleta o infrarroja absorbida o transmitida por una solución, es función de la concentración de sustancia absorbida presente y de la longitud de trayectoria hacia la muestra.

Las formas más usuales de la ley de Beer son :

$$- \log T = abc \quad (1)$$

$$A = abc \quad (2)$$

En donde :

T = transmitancia

A = absorbancia

a = absortividad

b = longitud interna de la celda (constante)

c = concentración

En realidad la absorbancia es el logaritmo del inverso de la transmitancia :

$$A = \log \frac{1}{T}$$

Es conveniente emplear la absorbancia porque ésta, está relacionada en forma lineal o directa con la concentración.

La ley de Beer se aplica estrictamente solo a la energía radiante monocromática, o sea a una longitud de onda determinada, porque de otra forma al graficar absorbancia en función de la concentración variaría el valor de la pendiente (ab) y no se obtendría una línea recta. (9)

1.6 ESPECTROSCOPIA DE EMISION DE LLAMA.

Es conocida también como fotometría de llama.

Este es un fenómeno espectral en el que la excitación se logra rociando una solución de la muestra sobre una llama caliente.

La fotometría de llama es un método de análisis, fundamentado en

el fenómeno de que los átomos de todos los elementos absorben energía a una temperatura suficientemente alta, y de ese modo pasan a un estado excitado. Al regresar al estado fundamental pueden desprender la energía absorbida en forma de luz, en la longitud de onda la cual es característica del átomo en cuestión. (20)

La emisión de la radiación característica para cada elemento en solución, y la intensidad de dicha emisión con la concentración del elemento, forman la base de la fotometría de llama. (20)

Todos los elementos pueden ser inducidos a emitir radiación ultravioleta o visible, pero las dificultades en el aspecto práctico para la excitación de los no metales han limitado el uso de este método al análisis de 70 elementos, incluyendo metales y metaloides. (20)

En la espectroscopía de emisión hay una influencia de la fuente de radiación sobre el tipo y la intensidad de las líneas producidas por una especie.

Cabe mencionar que la fuente de radiación ejerce ciertas funciones, como son :

- a) Proporcionar energía suficiente para volatilizar la muestra y convertir los componentes individuales en átomos o iones gaseosos.
- b) Proporcionar energía suficiente para provocar una excitación electrónica en las partículas elementales del gas en forma reproducible. (21)

Entre las características del método de espectroscopía de emisión, dos de ellas explican o determinan su importancia en el análisis, y son las siguientes :

1. Especificidad, debida al carácter único del tipo de longitud de onda producido por cada elemento.
2. Alta sensibilidad, como una consecuencia de la eficacia, tanto en el proceso de excitación como también en los medios de detección de que se dispone.

La espectroscopía por emisión de llama tiene aplicaciones en análisis cualitativo, pero su principal importancia es en análisis cuantitativo. (2)

1.6.1 ESPECTROS DE EMISION.

En la fotometría de llama podemos clasificar a los espectros de los elementos en :

1. Los consistentes en línea originadas por los átomos excitados, que consisten en una serie de líneas discretas cuyas energías corresponden a las diferencias de energía entre los diversos estados electrónicos.
2. Bandas espectrales resultantes de moléculas.

Para las moléculas los espectros de emisión se hacen más complicados ya que pueden existir varios estados vibracionales y rotacionales para cada nivel de energía electrónica; y para cada transición electrónica pueden observarse

numerosas líneas poco espaciadas que forman una banda de emisión.

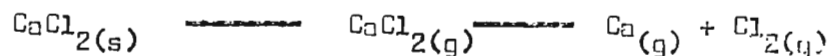
Si nominamos E_1 a la energía del estado excitado o de nivel superior y E_2 a la energía de un nivel más bajo, h constante de Planck la relación entre la frecuencia (ν) de la radiación emitida a las energías E_1 y E_2 de los dos estados del átomo se puede dar por la expresión : (4)

$$h\nu = E_1 - E_2$$

Al rociar la muestra ocurre lo siguiente :

1. Evaporación o quema del disolvente, quedando partículas diminutas de los compuestos sólidos presentes en la muestra.
2. Subsiguiente evaporación de estas partículas transformándose en átomos gaseosos.

Ejemplo :



3. Excitación de una fracción de átomos gaseosos por la energía térmica, Los átomos excitados no son estables por mucho tiempo y regresan al estado fundamental, emitiendo luz ultravioleta, o visible así :



4. Algunos de los átomos metálicos pueden ionizarse :



Los metales alcalinos tienen bajo potencial de ionización por lo que el grado de ionización es alto, (aunque éste también se ve favorecido por una llama de alta temperatura) y debido a esto, la intensidad de la emisión a la longitud de onda deseada disminuye, además algunos de los iones pueden excitarse y emitir luz de otras longitudes de onda.

5. Producción de reacciones secundarias que reduzcan el número de átomos metálicos simples en la llama, reduciendo así el número de átomos excitados. (9)

1.6.2 COMPONENTES DE UN FOTOMETRO DE LLAMA.

Un fotómetro de llama consiste esencialmente de las siguientes partes :

1. Sistemas de gases
2. Atomizador
3. Quemador o mechero
4. Sistema óptico.(filtros o monocromadores)
5. Detector fotosensible
6. Registrador.

1.6.2.1 SISTEMAS DE GASES.

Estos están provistos de medidores adecuados para indicar las presiones y las velocidades de flujo que deben prevalecer en una operación de análisis.

Un conocimiento de las velocidades de flujo individuales del combustible y el oxígeno, permiten que el analista pueda escoger varias mezclas de éstos, que den desde una llama pobre, hasta mezclas tipo , ricas en combustible. Las velocidades de flujo varían entre dos y diez pies cúbicos por hora.

1.6.2.2 ATOMIZADORES.

Sirven para introducir la muestra en la llama a una velocidad estable y reproducible.

Existen dos tipos :

a) Los que introducen el rociado dentro de una cámara de condensación para evitar gotas grandes.

b) Los que introducen el rociado directamente en la llama.

En éste, todas las gotas, grandes y pequeñas son introducidas en la llama. Este atomizador generalmente está combinado con el quemador, constituyendo una unidad integral.

En el primer tipo de atomizador, la cantidad absorbida de solución es frecuentemente del 2% al 5%.

Consecuentemente, la sensibilidad es mayor cuando se usa

el tipo combinado, además no hay peligro de que disminuya la intensidad de la llama por que los gases son mezclados en el punto de combustión.

La desventaja del tipo de atomizador combinado es que las interferencias debidas a gotas grandes podrían ser más marcadas; este inconveniente puede ser mejorado disminuyendo la concentración.

1.6.2.3 QUEMADOR.

El requerimiento esencial de un quemador es que debe producir una llama constante al proporcionarle oxígeno o aire y el combustible a presiones constantes.

1.6.2.4 SISTEMA OPTICO.

La función del sistema óptico es la de coleccionar la luz de la parte más estable de la llama, volviéndola monocromática, enfocándola después en la superficie del detector.

El sistema óptico puede estar constituido por filtros o monocromadores.

1.6.2.5 FILTROS.

Algunos fotómetros de llama emplean como sistema óptico un filtro de absorción o de interferencia que aisla la radiación característica de un elemento dado.

Aún con todo, con estos filtros es difícil eliminar la radiación interferente para obtener un alto grado de resolución en

sistemas complejos.

1.6.2.4 . MONOCROMADORES.

Los que utilizan este aditamento se denominan espectrofotómetros de llama.

Nos sirven para obtener un mejor aislamiento de la radiación característica de un elemento dado.

Puede usarse como elemento dispersor un prisma o una réplica de emparrillado de difracción.

Una gran dispersión y un alto grado de resolución en un monocromador nos dará como resultado espectros con líneas espectrales discretas, y obtendremos bandas con instrumentos de una pequeña dispersión.

1.6.2.5 DETECTORES FOTOSENSIBLES.

En el fotómetro de llama puede utilizarse cualquier aparato fotosensible para detectar la energía radiante, siempre y cuando tenga una respuesta en la parte del espectro que se vaya a emplear y que su sensibilidad sea lo suficientemente alta para el caso particular que se tenga.

a) Pilas fotoeléctricas.

Los fotómetros de llama con filtros emplean frecuentemente estas pilas como detectores.

b) Fototubos.

Estos restringen la anchura de la banda de la energía ra

diente que alcanza a los detectores.

Estos permiten aplicar la fotometría de llama a sistemas débiles en emisión, ya sea por pequeña concentración del elemento, o a la dificultad para excitar cualquier fracción del elemento en las condiciones de excitación que existen en la llama. (22)

1.7 TIPOS DE FOTOMETROS DE LLAMA.

Se tienen actualmente dos diseños :

1.7.1. Instrumentos de haz simple.

Estos contienen solo un juego de ópticos. En ellos la luz emitida se recolecta en un reflector, y es enfocada por una lente de vidrio, que es resistente al calor, a través de unos filtros ópticos intercambiables, hacia el fotodetector; la luz del quemador pasa a través de un monocromador y la radiación que sale de la rejilla se enfoca sobre el detector.

1.7.2. Instrumentos de doble haz.

En éstos se ha provisto un segundo trayecto de luz para la luz emitida por un elemento, estandar interno, que se ha agregado a cada una de las soluciones muestras y a las soluciones estandar.

El estandar interno y las longitudes de onda analíticas se aislan mediante filtros ópticos, en un sistema óptico dual, y cada haz se enfoca sobre una celda fotoeléctrica separada. (22)

1.8 LLAMA.

En la espectroscopía de emisión las partículas son excitadas electrónicamente en la llama, al contrario de la absorción atómica que se basa en el comportamiento de partículas que existen en el estado fundamental dentro de la misma.

Por lo tanto, es importante conocer varios aspectos de la llama en la espectroscopía de emisión, como son :

- 1) Transformación de la muestra que se va a analizar, de un estado sólido o líquido, al estado gaseoso.
- 2) Descomposición de los constituyentes del compuesto investigado, en átomos o moléculas más simples.
- 3) Excitación electrónica de estas últimas partículas para que emitan luz.

En la fotometría de absorción de la llama, no es requisito el que ésta tenga como función la excitación de la luz. (22)

1.8.1 REQUISITOS PRINCIPALES DE UNA LLAMA SATISFACTORIA.

- A) Temperatura adecuada o condiciones de excitación química para que se cumplan las funciones anteriormente mencionadas.
- B) Que el espectro producido por la llama no interfiera con la emisión de la luz que está midiendo. (22)

1.9 ERRORES EN LA FOTOMETRIA DE LLAMA.

Los errores en la fotometría de llama pueden ser :

1.9.1 a) Errores instrumentales.

Este tipo de errores pueden deberse a causas tales como:

a-1) Inestabilidad de la llama usada, que es afectada por la velocidad de flujo del combustible y el gas oxidante.

a-2) Por causa del atomizador, que debe funcionar de modo que la muestra o estandar se introduzca a una velocidad constante y en gotitas de tamaño constante.

a-3) Cambios o fluctuaciones en el rendimiento del detector y el amplificador.

1.9.2 b) Errores por radiación de elementos extraños.

Este tipo de error puede deberse a causas tales como :

b-1) Cuando otro componente de muestra emite radiación de una longitud de onda que no ha sido eliminada completamente por el monocromador.

La magnitud del efecto dependerá de la calidad del monocromador, de la temperatura de la fuente y de la razón de concentración entre el contaminante y el elemento en análisis.

b-2) Un aumento de cationes interferentes, lo cual se debe a una disminución de la ionización del elemento que interesa, por la presencia de un segundo catión. (2) reducirse añadiendo a los estándares y a la muestra Este error puede reducirse añadiendo a los estándares y a las muestras un amortiguador de radiación que contiene una alta concentración del ión potencialmente interferente, reduciendo así al mínimo el efecto de pequeñas concentraciones del ión en la muestra.

b-3) La interferencia debida a aniones presentes, lo cual se evita usando agentes de precipitación o agentes complejantes, los cuales se combinan fuertemente con el anión interferente, o lo desplazan al formar un complejo estable con el catión, el cual puede ser fácilmente ionizado. (21)

19.3

GASES UTILIZADOS EN ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.

GASES COMBUSTIBLES:

- Gas del alumbrado
- Propano
- Butano
- Hidrógeno
- Acetileno
- Cianogeno.

GASES OXIDANTES :

- Aire
- Oxígeno
- Oxido nitroso. (22)

La llama que debe utilizarse para un análisis particular depende de la temperatura a la que se logra una mejor excitación de los elementos a determinar, así con el grado en que otros constituyentes interfieren con la excitación.

Llamas frías se utilizan con gran eficacia para determinación de los metales alcalinos, y en menor grado para el calcio, que se disocian en menor grado.

Temperaturas superiores en la llama no son convenientes para los metales alcalinos ya que se ionizan mucho, pero sí es adecuada para el calcio, magnesio y otros metales alcalino-térreos. (13)

1.10 ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.

La absorción atómica es un método analítico que se basa en el estudio de la absorción de la energía radiante (generalmente en las regiones visible y ultravioleta) por átomos neutros en estado gaseoso.

Los principios de la absorción atómica son básicamente iguales a los considerados para la absorción de radiación ultravioleta y visible por soluciones. (2)

En un análisis por absorción atómica el elemento que se va a analizar debe llevarse al estado fundamental, lo que se logra cuando la solución muestra llega a la llama, el disolvente se evapora o se quema y los componentes de la muestra se descomponen térmicamente, convirtiéndose en un gas de los átomos individuales de los elementos presentes.

Los elementos ya vaporizados son introducidos en el haz de radiación procedente de la fuente de radiación, y se mide la intensidad de la radiación transmitida.

(La muestra absorbe la radiación y para determinar la absorción, se compara la intensidad del haz transmitido cuando no hay muestra con la del haz transmitido cuando sí la hay.

La intensidad será proporcional al número de fotones por segundo que pasan por unidad de sección transversal.

Para que pueda haber absorción de la energía radiante, los fotones que chocan con la muestra deben tener una energía igual a la que se requiere para originar un cambio de energía cuantificada.

La cantidad de energía radiante absorbida dependerá del cambio de energía implicada.

Así, pues, la absorción disminuye el poder radiante de la radiación al igual que lo hacen la dispersión y la reflexión, pero estas dos últimas lo hacen en menor grado.

Como fuente luminosa se emplea una lámpara de cátodo hueco -

que contiene el elemento que se va a determinar.

Los átomos de este elemento en la llama absorben precisamente a la misma longitud de onda que emite la fuente luminosa. Las probabilidades de interferencia por absorción de otros elementos es casi nula, ya que la amplitud de la longitud de onda es extremadamente angosta, tanto para la línea de la fuente luminosa como para la línea de absorción del elemento de interés.

En la llama, la mayoría de átomos se encuentran en estado basal; aunque algunos se excitan y emiten luz y puede existir la auto-absorción. Los átomos neutros absorben luz del cá todo hueco que emite la longitud de onda característica del elemento que se va a determinar.

La absorción de la luz por los átomos gaseosos nos originan un espectro de absorción que consta de estrechas líneas agudas que surgen de transiciones electrónicas de los electrones más externos o de valencia.

En el caso de los metales, las energías provenientes de estas transiciones corresponden a longitudes de onda de las regiones ultravioleta y visible del espectro electromagnético.

La cantidad de luz absorbida por la muestra dependerá del número de átomos absorbentes presentes en la trayectoria de luz y esto también está en relación con la llama.

1.10.1 L L A M A .

Puede suceder que una llama demasiado caliente pueda promover suficientes átomos libres al estado excitado de manera que el número de átomos no excitados disminuyen y por consiguiente también disminuye la absorción de la luz.

Para que la absorbancia sea directamente proporcional a la concentración del metal en la muestra deben mantenerse - constantes las condiciones de la llama, así como la velocidad de aspersion de la muestra.

1.11 INSTRUMENTACION DE ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

Básicamente los componentes de un espectrofotómetro de absorción atómica son :

- 1) Una fuente estable de energía radiante
- 2) Un monocromador, para desdoblar las radiaciones en las longitudes de onda componentes.
- 3) Recipientes para las muestras.
- 4) Detector de la radiación, acoplado con un medidor o registrador.(21)

1.11.1 FUENTES DE RADIACION.

Las fuentes de radiación de los espectrofotómetros de absorción atómica son ordinariamente :

- A) Lámparas de cátodo hueco
- B) Tubos de descarga gaseosa.

1.11.1.1 LAMPARA DE CATODO HUECO.

La eficiencia del cátodo hueco depende de su geometría y - del potencial aplicado. Potenciales elevados darán mayores intensidades, pero esto, tiene un poco de desventaja - porque produce un aumento en el número de átomos no excitados en la nube atómica producida y éstos son capaces de absorber la radiación emitida por los átomos excitados produciendo menores intensidades en la banda de emisión. Esto se denomina autoabsorción.

1.11.1.2 TUBOS DE DESCARGA GASEOSA.

Los tubos de descarga gaseosa producen un espectro lineal como consecuencia del paso de una corriente eléctrica por un vapor de átomos metálicos. Ejemplo de ellos son las lámparas de vapor de sodio y de mercurio.

Son particularmente útiles para producir espectros de los metales alcalinos.

1.11.2 MONOCROMADOR.

La función del monocromador es la de reducir la radiación policromática de banda ancha a bandas angostas, es decir emplear radiación monocromática.

Un monocromador desdobra la radiación policromática en - las longitudes de onda que la forman y separa éstas en - bandas angostas permitiendo solo la transmisión de longitudes de onda limitadas.

1.11.2.1 ANCHO DE BANDA EFECTIVO.

El ancho de banda efectivo se define como el margen de longitudes de onda dentro del cual la transmitancia tiene - cuando menos la mitad de su valor máximo.

Los monocromadores reducen la radiación policromática a anchos de banda efectivo entre 35 y 0.1 milimicras (μ).

Los filtros la reducen a un ancho de banda efectivo entre 25 y 50 milimicras.

1.11.2.2 ELEMENTOS DISPERSANTES.

En general un monocromador contiene un sistema de ranuras y un elemento dispersante que puede ser un prisma o una rejilla de difracción.

1.11.2.2.1. . DISPERSION CON PRISMAS.

La pureza espectral de la radiación emitida de un prisma monocromador se determina en parte por las características del prisma, entre ellas tenemos: índice de refracción del material, variación de éste con la longitud de onda, la geometría del prisma, material usado en la manufactura.

1.11.2.2.2 DISPERSION CON REJILLAS DE DISPERSION.

Puede obtenerse dispersión de la radiación haciendo pasar un haz por una rejilla de difracción, la cual está constituida por una serie de surcos paralelos poco espaciados ,

abiertos en un pedazo de vidrio u otro material transparente.

La dispersión aumenta cuando la distancia entre las líneas es menor o cuando aumenta el número de líneas por pulgada.

1.11.2.2.3 COLIMADORES.

Se emplean generalmente espejos o lentes cóncavos o esféricos para colimar la radiación de la ranura de entrada y también para enfocar la radiación refractada en la ranura de salida.

1.11.2.2.4 RANURAS.

Las ranuras son importantes en la determinación de la calidad del monocromador.

Es importante hacer notar que una variación del ancho de las ranuras de entrada y salida, tendrá efecto en el ancho de banda efectivo.

1.11.3 DETECTOR DE LA RADIACION.

Son aparatos fotoeléctricos cuya función es convertir la energía radiante en una señal eléctrica.

Los componentes detector-indicador de un espectrofotómetro de absorción atómica en general son tubos fotomultiplicadores.

1.11.3.1 REQUISITOS QUE DEBE TENER UN DETECTOR.

- a) Debe responder a la energía radiante de una amplia -
banda de longitud de onda.
- b) Ser sensible a bajos niveles de potencia radiante.
- c) Responder rápidamente a la radiación.
- d) Producir una señal eléctrica que pueda ser amplificada fácilmente.
- e) Tener un nivel de ruido relativamente bajo.
- f) Que la señal producida sea directamente proporcional a la potencia del haz que en él incide.

Este último requisito es el más importante de todos los mencionados.

Los tubos fotomultiplicadores ofrecen ventajas sobre -
otros tipos de detectores de la radiación para la medición de baja potencia radiante. (21)

1.12 TIPOS DE MECHEROS USADOS EN ABSORCIÓN ATÓMICA.

1.12.1 MECHEROS DE CONSUMO TOTAL.

En este tipo de mechero la solución muestra, el combustible y el gas oxidante llegan por diferentes vías y se mezclan en una abertura colocada en la base de la llama.

1.12.2 B) MECHEROS DE MEZCLA PREVIA.

En estos, la muestra es aspirada a una cámara grande por una corriente del gas oxidante, y en la cámara, la fina nebulización de la muestra, gas oxidante y combustible, se mezclan y son llevados hacia la abertura del mechero.

1.12.3 GASES USADOS PARA LA FORMACION DE LA LLAMA.

COMBUSTIBLES :

- Gas natural
- Propano
- Hidrógeno
- Acetileno. (es el más empleado)

OXIDANTES :

- Aire.
- Aire enriquecido con oxígeno.
- Oxígeno.
- Oxido nitroso.
- Mezcla de óxido nitroso-acetileno.

En el grado de formación atómica en la llama, es importante - también la razón entre el gas combustible y el gas oxidante, además de controlar la velocidad de flujo de ambos, para obtener resultados reproducibles y confiables. (21)

C A P I T U L O

D O S

- 42 -

MATERIALES

Y

METODOLOGIA

BIBLIOTECA
UNIVERSIDAD

2.1 METODOS.

- 1) Espectrofotometría de Absorción atómica.
- 2) Fotometría de llama

2.2 EQUIPO.

- ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA
305-B, PERKIN ELMER.
- FOTOMETRO DE LLAMA, COLEMAN 51 Ca
- BALANZA ANALITICA.
- DESECADOR DE ALUMINIO,
W.H. CENTER AND Co.
- HOT-PLATES.
- HORNO.
- CAMARA DE EXTRACCION DE GASES.

2.3 MATERIALES.

2.3.1 CRISTALERIA.

- 1- Vidrios reloj
- 2- Morteros con pistilos
- 3- Erlenmeyers de 125 mililitros
- 4- Pipetas volumétricas, de 2 y 5 mililitros
- 5- Perillas de hule
- 6- Embudos de vidrio

- 7- Frascos volumétricos de 50, 100 y 1000 mililitros.
- 8- Frascos lavadores.
- 9- Beakers de 100 y 250 mililitros.
- 10- Agitadores.
- 11- Frascos plásticos.

NOTA: El material es lavado con agua bidestilada.

2.3.2 REACTIVOS.

- 1- Acido nítrico concentrado, calidad reactivo.
- 2- Acido Perclórico, 70%.
- 3- Solución estandar de óxido de lantano, 1%.
- 4- Solución estandar de sodio, 1000 ppm.
- 5- Solución estandar de potasio, 1000 ppm.
- 6- Solución estandar de litio, 1000 ppm.
- 7- Solución estandar de calcio, 500 ppm.
- 8- Agua bidestilada.
- 9- Oxígeno
- 10- Acetileno
- 11- Propano

2.4 MUESTRAS DE VEGETALES ANALIZADAS.

- PEREJIL
- APIO
- ESPINACA
- MORA

- LECHUGA
- CHIPILIN
- PITO
- LOROCCO
- REPOLLO

2.5 ELEMENTOS A DETERMINAR

- SODIO
- POTASIO
- LITIO
- CALCIO

2.6 MUESTREO

La recolección de las muestras se realizó al azar en lugares de abastecimiento popular, tomando en cuenta que fueron muestras del mismo lote de cada vegetal seleccionado y de reciente recolección.

La razón de la no representatividad de las muestras es que el objetivo principal del trabajo, no es cuantificar el contenido de los elementos de interés para determinar sus concentraciones en los vegetales ya mencionados, ya que esto estaría condicionado por factores que influyen en la calidad de este tipo de productos, tales como son las regiones de cultivo, mantenimiento de los mismos, etc.; el objetivo específico es : Comparar los métodos utilizados, usando estas muestras como medio para ello.

De las muestras seleccionadas, solamente se utilizaron las hojas para realizar el análisis.

2.7 PREPARACION DE MUESTRAS.

De las muestras de los distintos vegetales a analizar, solamente se utilizaron las hojas, eliminándose los tallos.

Luego a las hojas de las muestras se les aplicó el siguiente procedimiento :

- 1- Colocar las muestras en un vidrio reloj y desecarlas en un horno durante doce horas a una temperatura aproximada de 80° centígrados.
- 2- Enfriar las muestras en un desecador.
- 3- Pulverizar las muestras en un mortero hasta polvo fino.
- 4- Pesar 1.000 ± 0.005 gramos de muestra pulverizada en una balanza analítica.
- 5- Pasar la muestra pesada a un erlenmeyer de 125 mililitros.
- 6- Agregar con una pipeta volumétrica 5 mililitros de ácido nítrico concentrado (HNO_3) y 2 mililitros de ácido perclórico (HClO_4) al 70% y cubrir con un vidrio reloj.
- 7- Digerir la muestra en un hot-plate, a una temperatura de 70-80 grados centígrados, hasta un volumen final de 3 a 5 mililitros en una cámara de extracción de gases.
- 8- Enfriar la muestra a temperatura ambiente.
- 9- Filtrar la solución a través de un papel filtro en un frasco volumétrico de 50 mililitros. (1)

- 10- Lavar el papel filtro con agua bidestilada y agregar el agua de lavado a la solución de la muestra.
- 11- Aforar la solución con agua bidestilada. (1)

2.8 PROCEDIMIENTO.

- 1- Se diseñaron **curvas** de calibración para ambos métodos, utilizando una serie de soluciones estandar previamente preparadas, de concentración conocida, de cada elemento en estudio.
- 2- Se prepararon cinco muestras, bajo las mismas condiciones, de cada vegetal seleccionado.
- 3- Se realizaron cinco lecturas para cada uno de los catigones en análisis, por cada uno de los métodos, a partir de las cinco muestras.
- 4- Se hicieron diluciones en los casos en que fuere necesario.
- 5- Los resultados se obtuvieron mediante interpolación en la curva de calibración correspondiente a cada elemento y a cada método utilizado.

2.9 PREPARACION DE REACTIVOS.

2.9.1 Solución estandar de sodio, 1000 ppm.

Disolver 2.542 gramos de cloruro de sodio, estandar primario, NaCl, en un litro de agua bidestilada.

2.9.2 Solución estándar de potasio, 1000 ppm.

Disolver 1.907 gramos de cloruro de potasio, estándar primario, KCl, en un litro de agua bidestilada.

2.9.3 Solución estándar de litio, 1000 ppm.

Disolver 5.324 gramos de carbonato de litio, estándar primario, Li_2CO_3 , en un volumen mínimo de ácido clorhídrico, HCl, (1+1) y luego diluir a un litro con agua bidestilada.

2.9.4 Solución estándar de calcio, 500 ppm.

Agregar a 1.429 gramos de carbonato de calcio, estándar primario, CaCO_3 , 50 ml de agua bidestilada. Adicionar, gota a gota un volumen mínimo de HCl, (aproximadamente 10 ml) para completar la disolución del carbonato de calcio. Luego, diluir a un litro con agua bidestilada.

2.9.5 Solución estándar de lantano, 50.000 p.p.m

Disolver 58.64 gramos de óxido de lantano, estándar primario, La_2O_3 , en 50 ml de agua bidestilada. Agregar lentamente y con cuidado 250 ml de HCl para disolver completamente. Diluir a un litro con agua bidestilada.

2.9.6 Solución estándar de lantano 1%.

Se preparó por dilución de la solución estándar patrón (1)

2.9.7 CALCULOS PARA LA PREPARACION DE LAS SOLUCIONES ESTANDAR.

Solución estandar de sodio, 1000 ppm.

Peso molecular del NaCl = 58.5 gm

Peso atómico del sodio = 23.0 gm

Peso atómico del cloro = 35.5 gm

Tenemos que :

58.5 gm de NaCl _____ 23.0 gm de Na.

X gm _____ 1.0 gm de Na.

X = 2.542 gm de NaCl.

Esto significa que 2.542 gm de NaCl contienen un gramo de Na, que disueltos en un litro de solución nos dará una concentración de 1000 ug/ml que son equivalente a 1000 ppm.

Los cálculos para la preparación de las soluciones estandar patrón de los otros elementos se hacen en forma semejante.

2.10 PREPARACION DE LAS SOLUCIONES ESTANDAR PARA LA ELABORACION DE LAS CURVAS DE VALORACION.

Todas las soluciones estandar utilizadas para la elaboración de las curvas de calibración de los elementos en estudio por ambos métodos fueron preparadas partiendo de las soluciones estandar patrones respectivas.

EJEMPLO :

PREPARACION DE SOLUCION ESTANDAR DE SODIO DE 5 ug/ml.

1000 ug/ml. (Sin estandar patrón)

5 ml (5000 ug) _____ 100 ml (50 ug/ml)

10 ml (500 ug) _____ 100 ml (5 ug/ml)

En la preparación de las soluciones estandar para la elaboración de las curvas de calibración de los demás elementos, se operó en forma semejante.

2.11 CALCULOS.

Determinación de miligramos de sustancia presentes en cien gramos de muestra.

FORMULA :

Elemento (ppm) = (ug/ml) (f.d.) (50) = ppm en un 1 gramo de muestra.

Donde:

ug/ml = ppm obtenidos interpolando los datos promedio correspondientes a cada elemento en las curvas de calibración respectivas.

f.d. = factor de dilución = $\frac{\text{Volumen final de la solución en ml}}{\text{Volumen original de la solución en ml. (1)}}$

De donde :

ppm (ug/ml) encontrados _____ 1 gramo de muestra.

Xug _____ 100 gramos de muestra.

$$X = Y \text{ ug en } 100 \text{ gramos.}$$

Miligramos en cien gramos de muestra :

1000 ugrs _____ 1 miligramo.

Y ugrs _____ Z miligramos.

$$Z = W \text{ mgrs en cien grs.}$$

PARAMETROS UTILIZADOS EN EL EQUIPO DE ABSORCION ATOMICA PERKIN-ELMER 305-B. (1)

<u>ELEMENTO</u>	<u>REGION DEL ESPECTRO</u>	<u>LONGITUD DE ONDA TEORICA</u>	<u>*LONGITUD DE ONDA ANALITICA</u>	<u>RAMURAS (SLIT SETTING)</u>	<u>MEZCLA DE GASES</u>	<u>TIPO DE LLAMA</u>
SODIO	VISIBLE	590 nm	293.5 nm	4 (1.4 nm)	AIRE	OXIDANTE
POTASIO	VISIBLE	766 nm	382.0 nm	4 (1.4 nm)	ACETILE NO	"
LITIO	VISIBLE	660 nm	335.0 nm	4 (1.4 nm)	"	"
CALCIO	VISIBLE	422 nm	211.5 nm	4 (1.4 nm)	"	REDUCTOR

* En el espectrofotometro de absorcion atómica 305-B cuando se trabaja en la región visible, las longitudes de onda automáticamente se multiplican por un factor 2.

TABLA 2

Datos utilizados para la elaboración de curvas de calibración de sodio por espectrofotometría de absorción atómica.

Solución estandar	A B S O R B A N C I A		
Concentración en ppm.	Gráfico 1	Gráfico 2	Gráfico 3
5	15.5	15.0	15.0
10	33.5	33.5	34.0
15	51.5	49.0	51.5
20	66.0	66.5	66.5
25	83.0	85.0	84.0
30	100.0	100.0	100.0

TABLA 3

Datos utilizados para la elaboración de curva de valoración de sodio por espectrofotometría de llama.

Solución estandar	E M I S I O N		
Concentración en ppm.	Gráfico 4	Gráfico 5	Gráfico 6
5	19.5	17.5	20.0
10	37.5	40.0	38.0
15	59.5	61.0	59.0
20	77.0	78.0	77.0
25	100.0	100.0	100.0

CUADRO 1

DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE SODIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA

Nombre del Vegetal	Absorbancia de Muestras					X	Diluc.	p.p.m	mg %	Gráf. NO	Rep. Gráf.
	1	2	3	4	5						
PEREJIL	36.5	36.5	36.4	36.5	36.5	36.48	1:50	11.2	56.0	1	
APIO	20.0	20.2	20.0	20.3	20.0	20.10	1:100	6.166	61.66	1	
ESPINACA	32.5	32.4	32.4	32.4	32.4	32.42	1:100	9.916	99.16	1	0-0
MORA	12.3	12.4	12.3	12.2	12.3	12.3	1:100	3.75	37.50	2	
BERRO	13.9	14.1	14.0	14.0	14.0	14.0	1:100	4.33	43.30	2	
LECHUGA	27.1	27.0	27.1	27.0	27.0	27.04	1:100	8.25	82.50	2	0-0
CHIPILIN	4.0	4.0	4.0	4.0	4.1	4.02	1:50	1.25	6.25	2	X-X
PITO	10.7	10.7	10.8	10.7	10.8	10.74	1:100	3.333	33.33	3	
LOROCCO	11.9	11.8	11.8	11.9	11.9	11.84	1:100	3.656	36.66	3	
REPOLLO	18.7	18.5	18.4	18.5	18.5	18.52	1:100	5.75	57.50	3	0-0

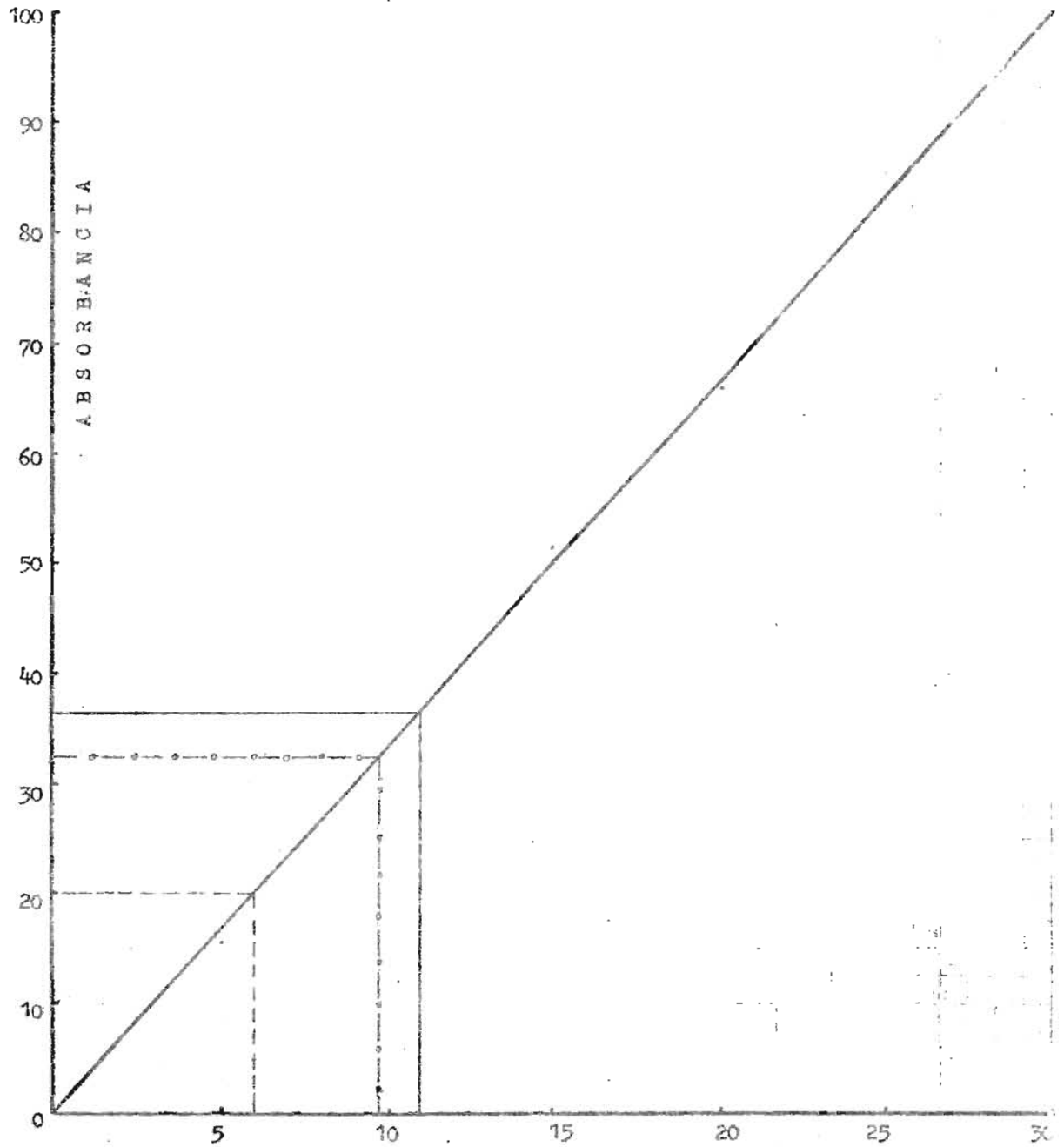


Gráfico 1: Curva de calibración de sodio resultados experimentales obtenidos por espectrofotometría de absorción atómica.

BIBLIOTECA
UNIVERSIDAD DE VALPARAISO

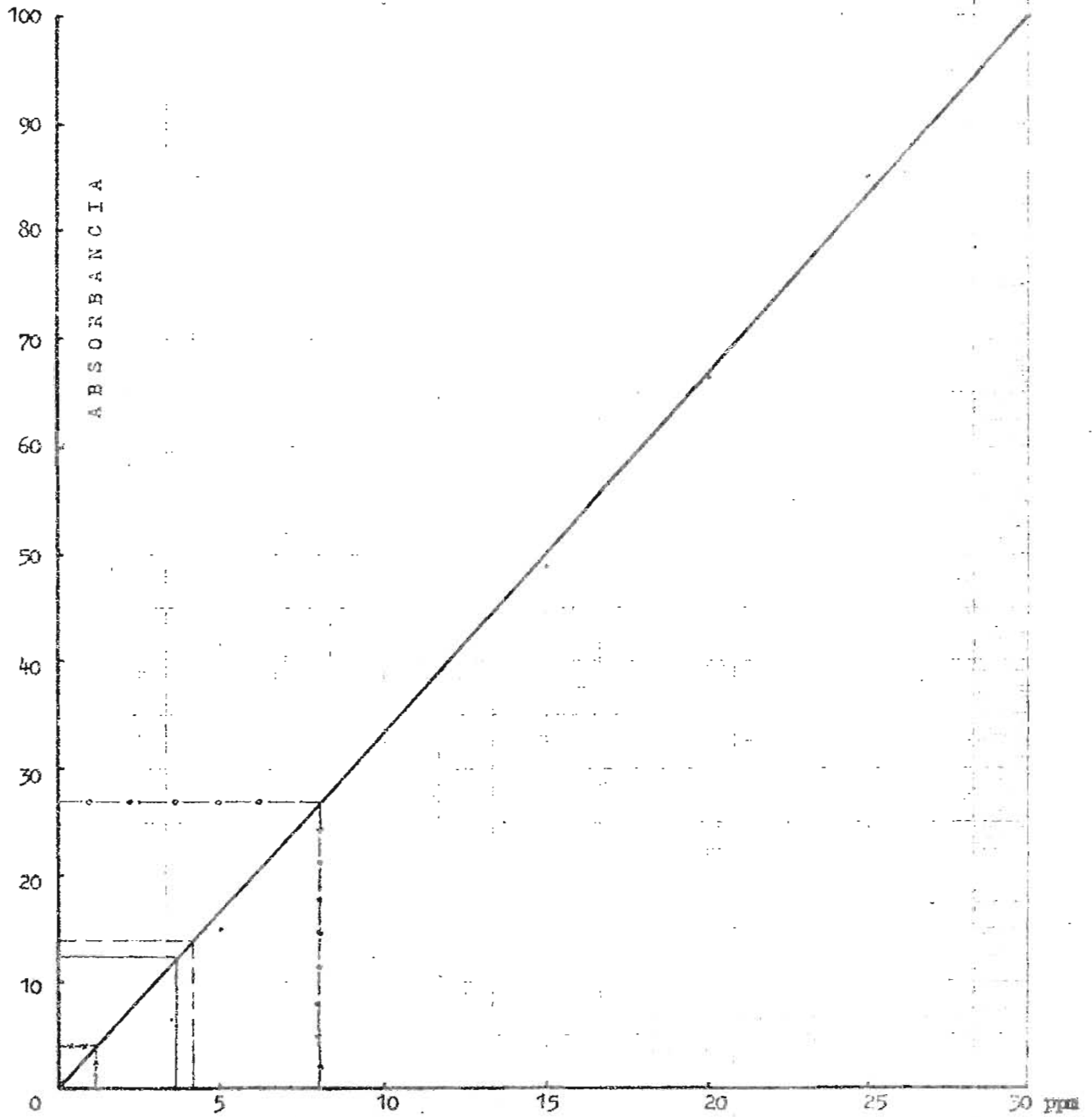


Gráfico 2: Curva de calibración de sodio y resultados experimentales obtenidos por espectrofotometría de absorción atómica.

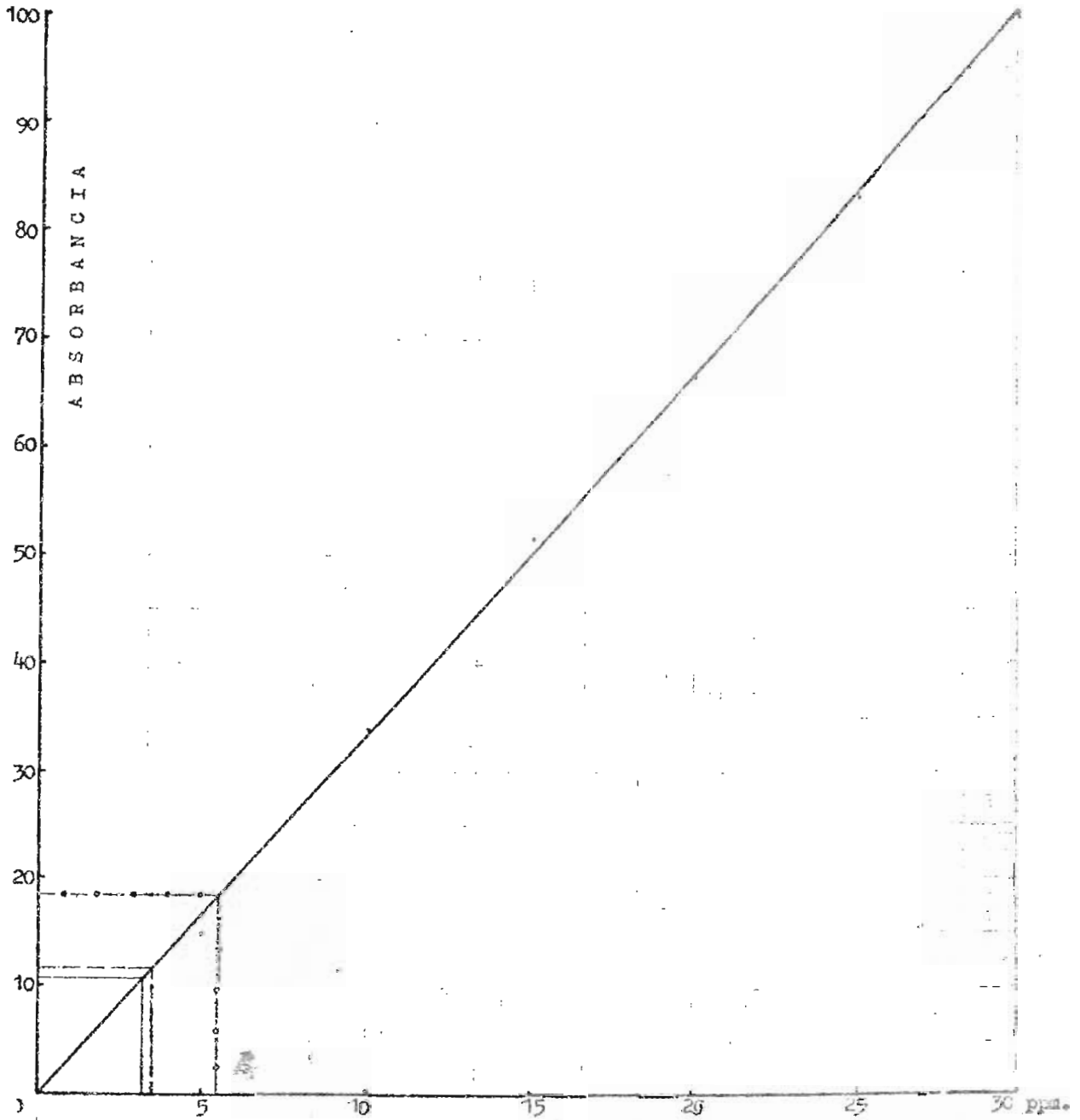


Gráfico 3: Curva de calibración de sodio y resultados experimentales obtenidos por espectrofotometría de absorción atómica.

DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE SODIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.

Nombre del Vegetal	Emisión de Muestras					X	Diluc.	p.p.m.	mg %	Gráf. No	Rep. Gráf.
	1	2	3	4	5						
PEREJIL	22.5	22.0	22.5	24.5*	22.0	22.25	1:100	5.62	56.2	4	
APIO	25.0	25.0	25.0	26.0	23.0*	24.25	1:100	6.25	62.5	4	
ESPINACA	37.0*	33.0*	36.0	39.0	39.0	36.33	1:100	9.625	96.25	4	
M O R A	16.0	15.0	15.0	13.0*	15.0	15.25	1:100	3.87	38.7	5	
BERRO	17.0	19.0*	17.5	17.5	17.5	17.38	1:100	4.37	43.7	5	
LECHUGA	35.0*	32.0	34.5*	32.5	33.0	32.5	1:100	6.25	62.5	5	
CHIPILIN	4.5	6.0*	4.5	4.5	6.5*	4.5	1:50	1.25	6.25	5	
P I T O	13.0	12.5	17.5*	12.5	13.0	12.75	1:100	3.25	32.5	5	
LOROCO	18.0*	14.0	14.5	15.0	14.5	14.5	1:100	3.666	36.66	6	
REPULLO	23.0	23.0	22.5	23.0	23.0	22.5	1:100	5.833	58.33	6	

* Datos rechazados

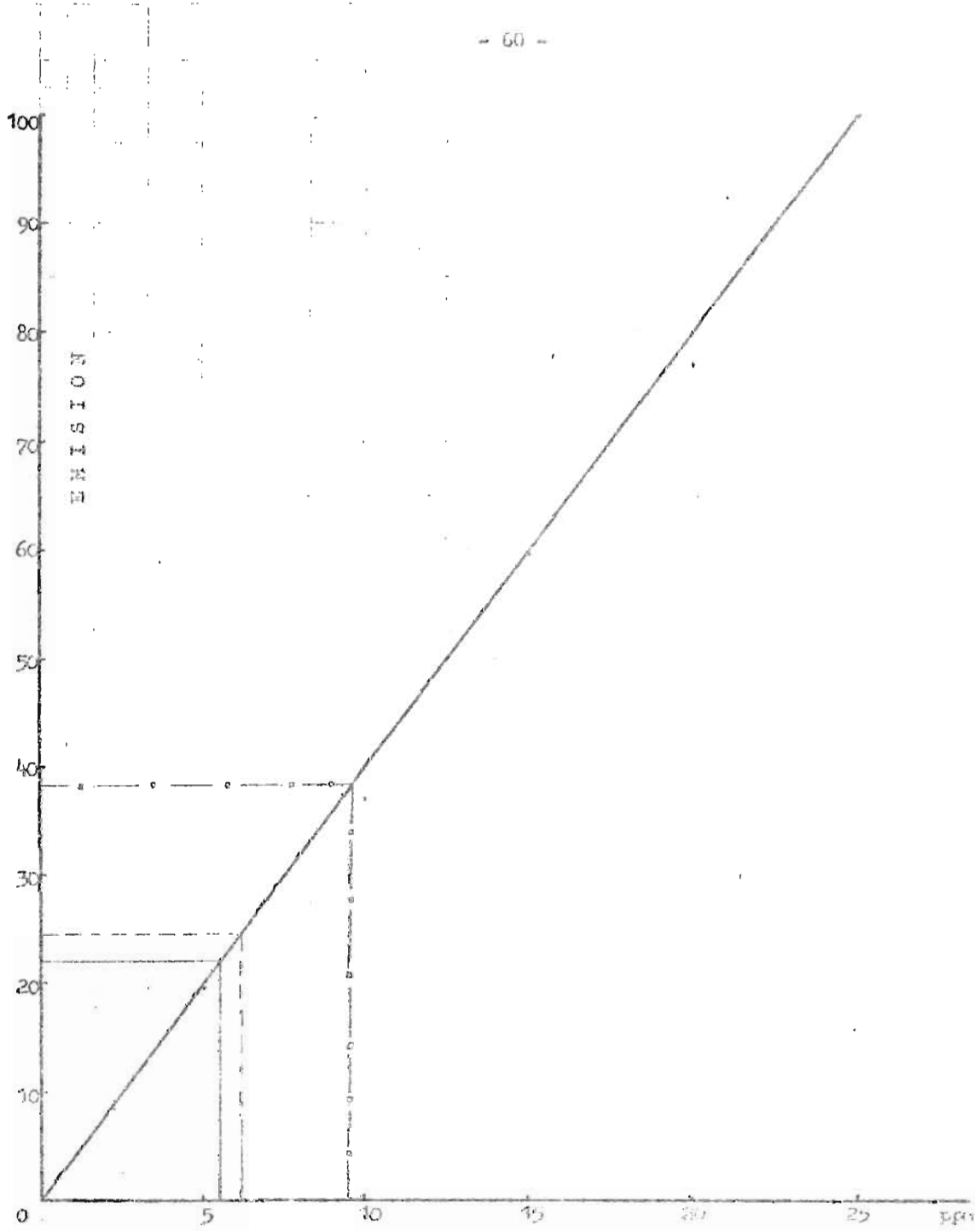


Gráfico 4: Curva de calibración de sodio y resultados experimentales obtenidos por fotoespectría de llama.

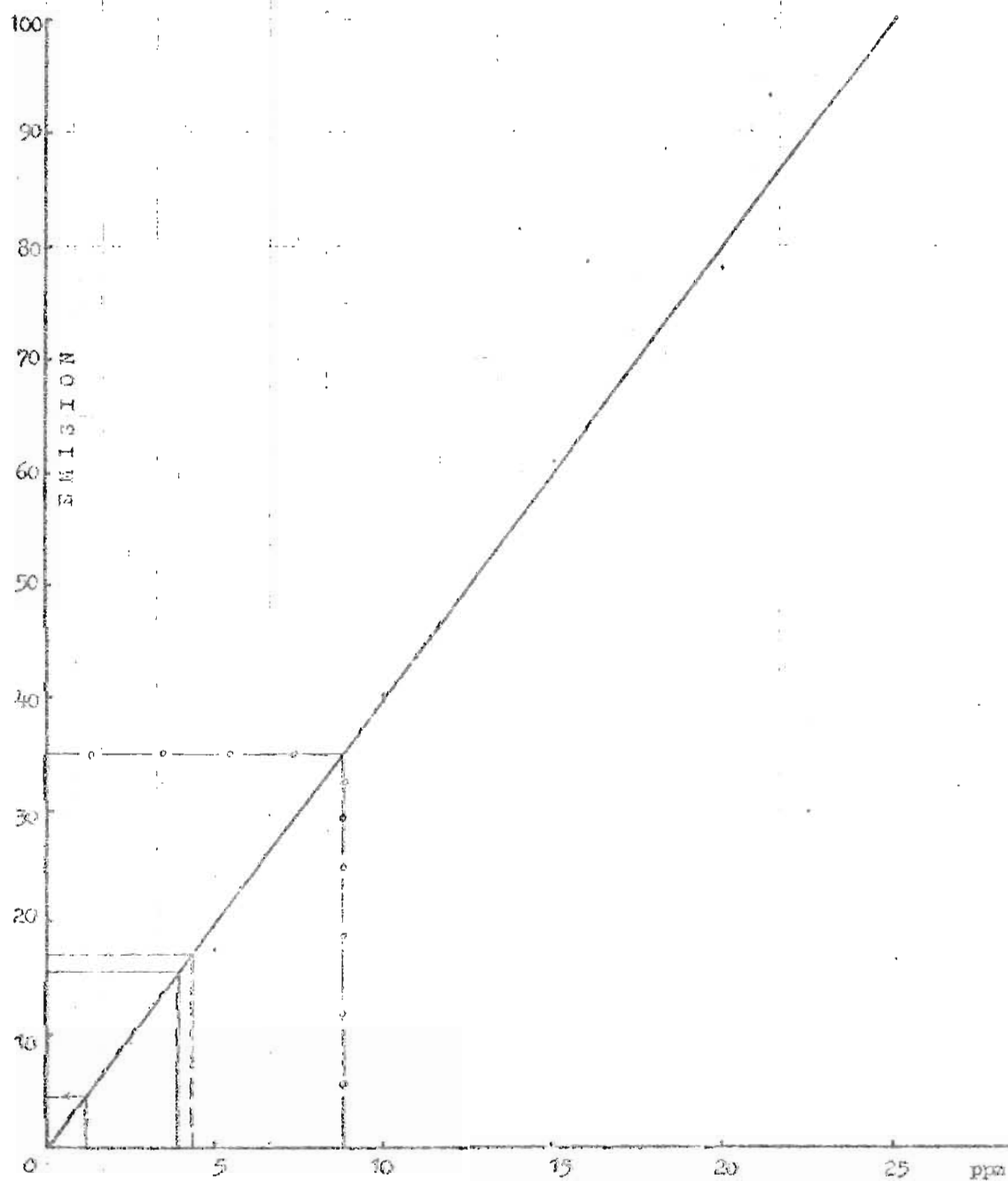


Gráfico 5: Curva de calibración de sodio y resultados experimentales obtenidos por fotometría de llama.

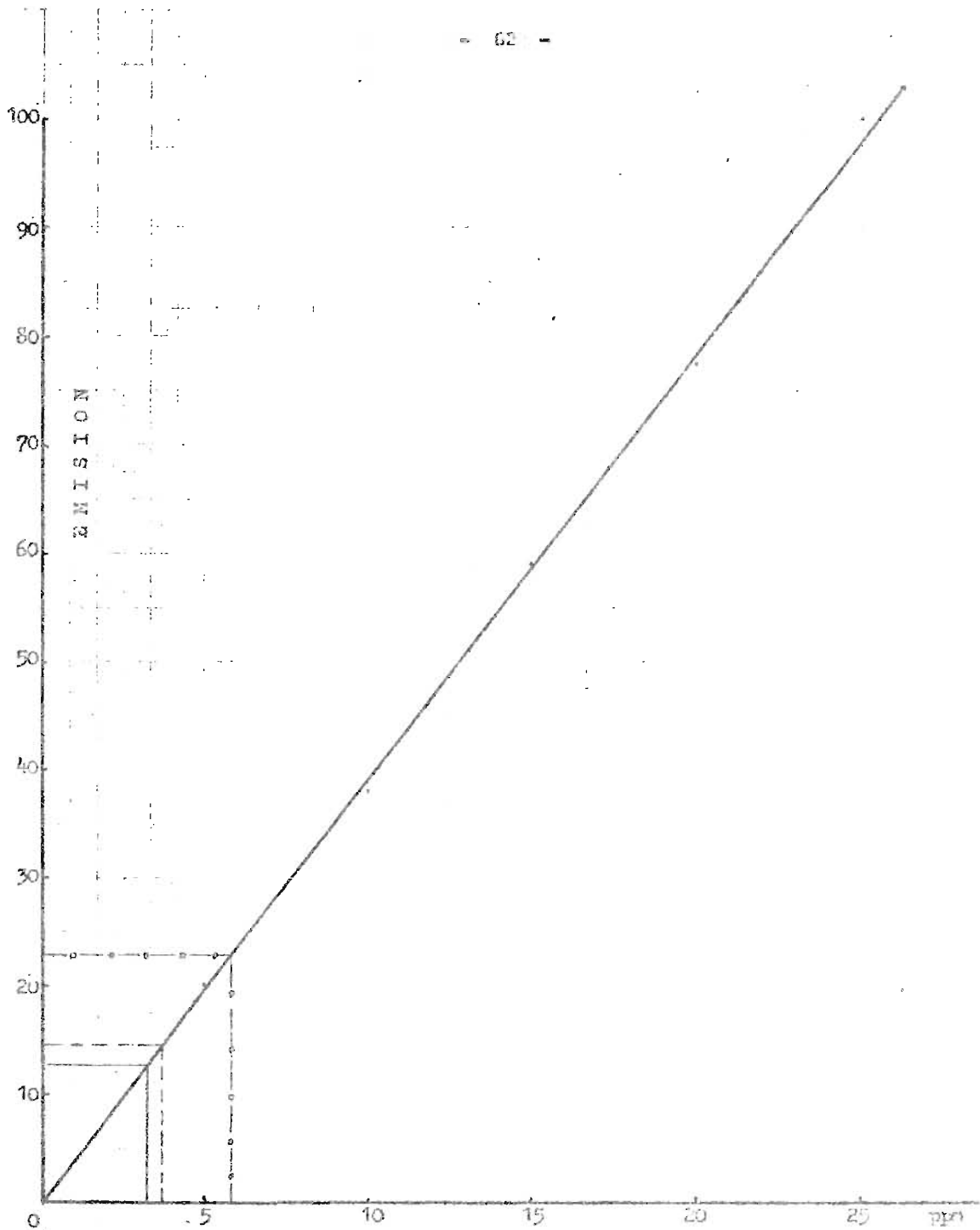


Gráfico 6: Curva de calibración de sodio y resultados experimentales obtenidos por fotometría de llama. *curva de sodio*

TABLA 4

Datos utilizados para la elaboración de curva de calibración de potasio por espectrofotometría de absorción atómica.

Solución estandar	A B S O R B A N C I A		
Concentración en ppm	Gráfico 7	Gráfico	Gráfico 8
5	12.5		12.5
10	24.5		24.0
15	36.0		37.0
20	50.0		50.0
25	62.0		62.0
30	74.0		74.0
35	86.5		87.0
40	100.0		100.0

TABLA 5

Datos utilizados para la elaboración de curvas de calibración de potasio por espectrofotometría de llama.

Solución standar	E M I S I O N	
Concentración en ppm	Gráfico 9	Gráfico 10
10	24.0	25.0
20	50.0	52.0
30	74.0	76.0
40	100.0	100.0

CUADRO 3

DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE POTASIO, POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

Nombre del Vegetal	Absorbancia de Muestras					X	Diluc.	p.p.m.	mg %	Gráf. No	Rep. Gráf
	1	2	3	4	5						
PEREJIL	34.5	34.5	35.0	34.5	34.0	34.5	1:50	14.0	70.0	7	
APIO	77.0	77.0	78.0	76.0	77.0	77.0	1:100	31.0	310.0	7	
ESPINACA	69.5	69.5	69.5	69.5	69.5	69.5	1:100	28.0	280.0	7	
H O R R A	16.0	15.0	15.5	15.5	15.5	15.5	1:100	6.25	30.25	7	
B E R R O	39.6	40.0	39.9	40.0	40.5	40.05	1:50	16.25	81.25	7	
LECHUGA	26.5	27.0	26.5	27.0	27.0	26.80	1:100	10.50	105.0	8	
CHIPILIN	25.0	24.5	25.5	25.0	25.0	25.0	1:50	10.125	50.625	8	
P I T O	70.0	70.0	70.0	69.5	69.5	69.6	1:50	28.125	140.62	8	
LOROCCO	81.0	81.0	81.0	82.0	80.0	81.0	1:50	32.50	162.5	6	
REPULIU	30.5	31.0	31.0	31.5	31.0	31.0	1:50	12.625	63.125	8	

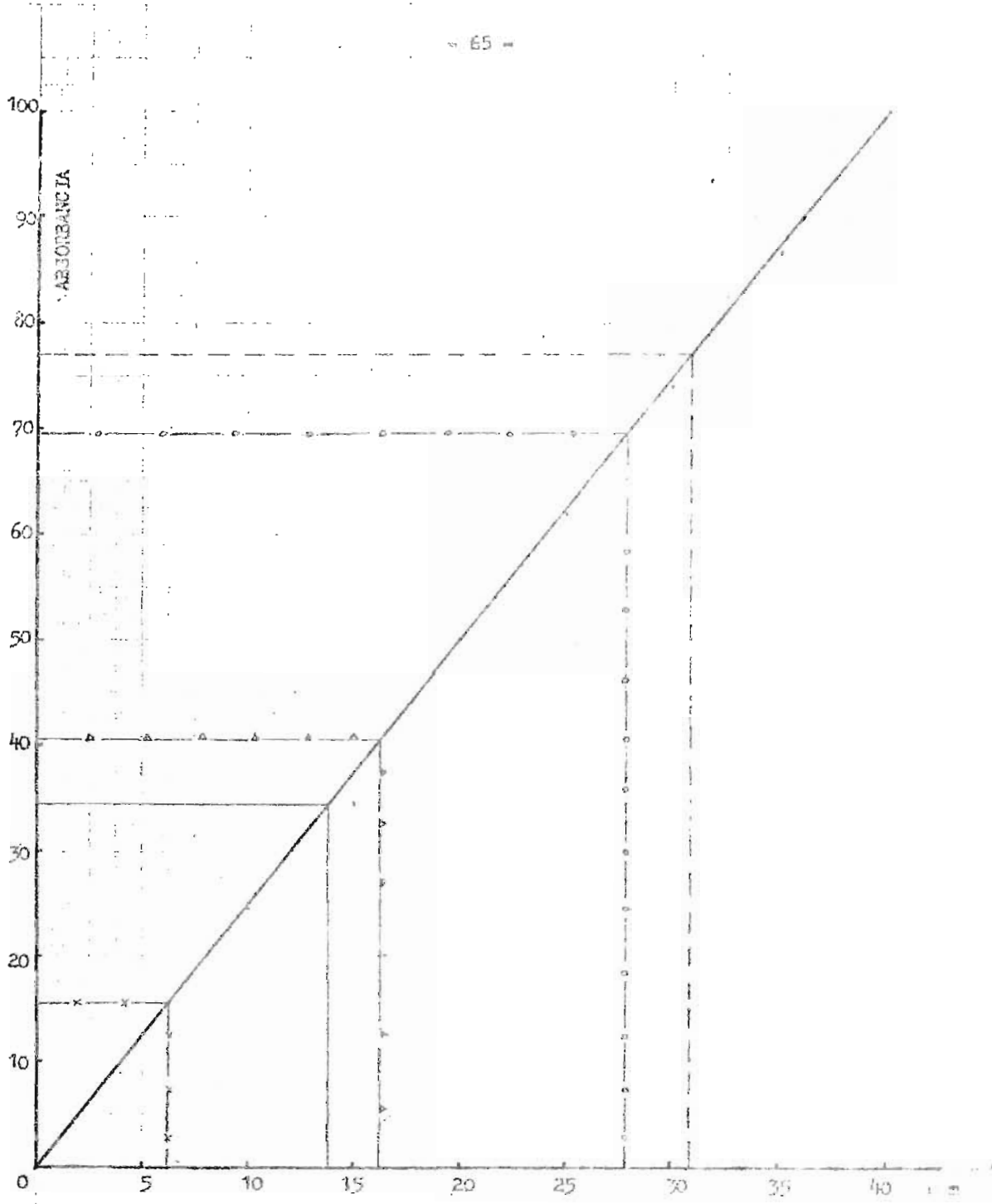


Gráfico 7: Curva de calibración de potasio y resultados experimentales obtenidos por espectrofotometría de absorción atómica.

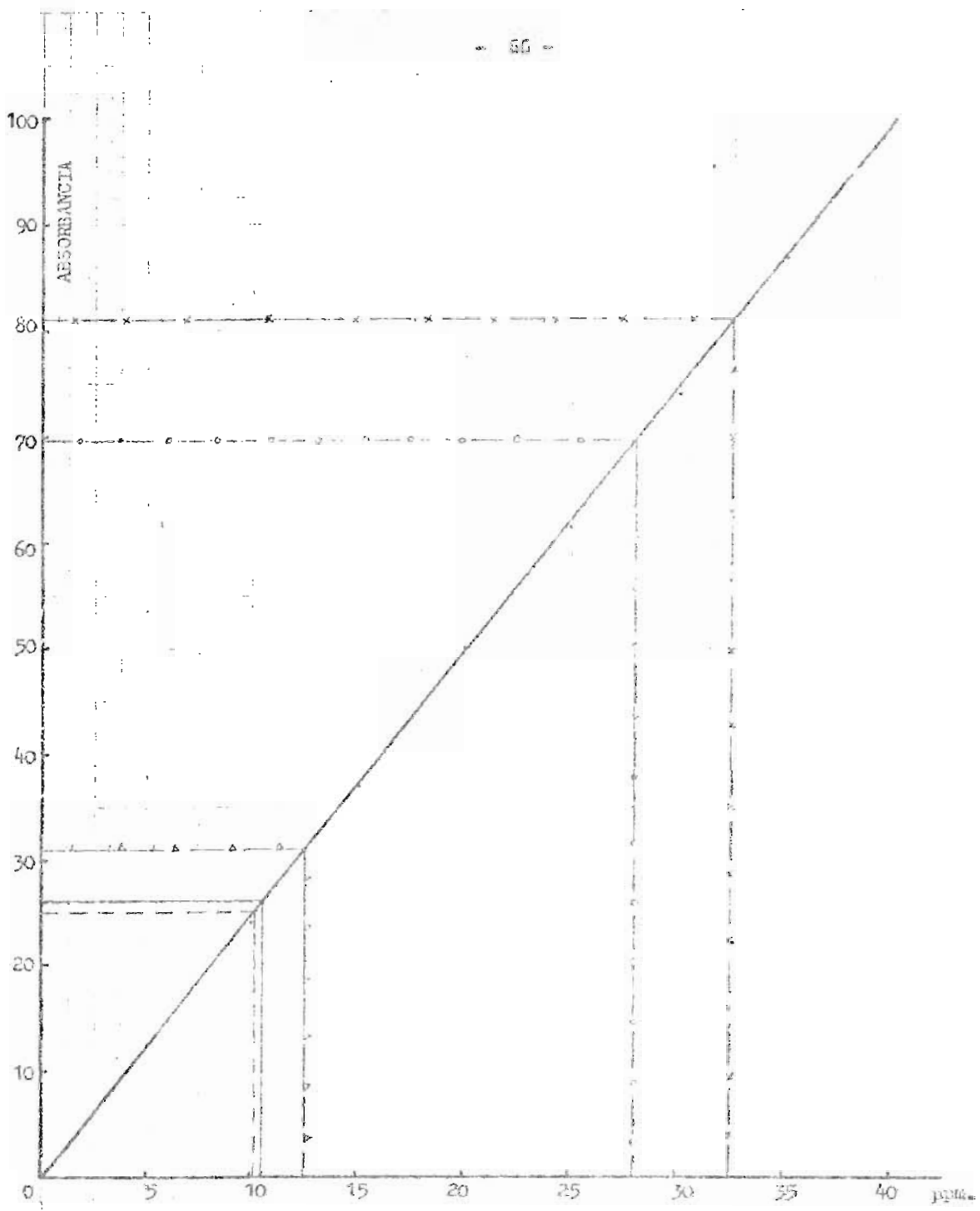


Gráfico 8: Curva de calibración de potasio y resultados experimentales obtenidos por espectrofotometría de absorción atómica.

CUADRO 4

DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE POTASIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.

Nombre del Vegetal	Emisión de Muestras					\bar{X}	Diluc.	p.p.m.	mgs %	Gráf. No	Rep. Gráf.
	1	2	3	4	5						
PEREJIL	35.0	35.0	40.0*	34.0	34.0	34.5	1:50	14.0	70.0	9	
A P I O	77.0	77.0	78.0	72.5*	78.0	77.5	1:100	31.125	311.25	9	-- --
ESPINADA	68.5	70.0	70.0	69.0	70.0	69.5	1:100	28.0	280.0	9	--0--0--
M O R A	16.0	15.0	16.5	16.5	15.0	15.8	1:50	6.5	32.5	9	--X--X--
B E R R O	36.5*	39.0	39.0	40.0	40.0	39.5	1:50	16.0	80.0	9	--6--6--
LECHUGA	25.0	27.9*	25.0	25.0	25.0	25.0	1:100	10.25	102.5	10	
CHIPILIN	25.0	24.0	25.5	24.0	24.5	24.6	1:50	10.0	50.0	10	-- --
P I T O	70.5	70.0	70.0	64.0*	68.5	69.75	1:50	28.0	140.0	10	--0--0--
LOROCO	80.0	80.0	86.0	81.0	79.0	80.0	1:50	32.125	160.62	10	--X--X--
REPOLLO	30.5	31.0	30.0	32.0	31.0	30.9	1:50	12.5	62.50	10	--6--6--

* Datos rechazados

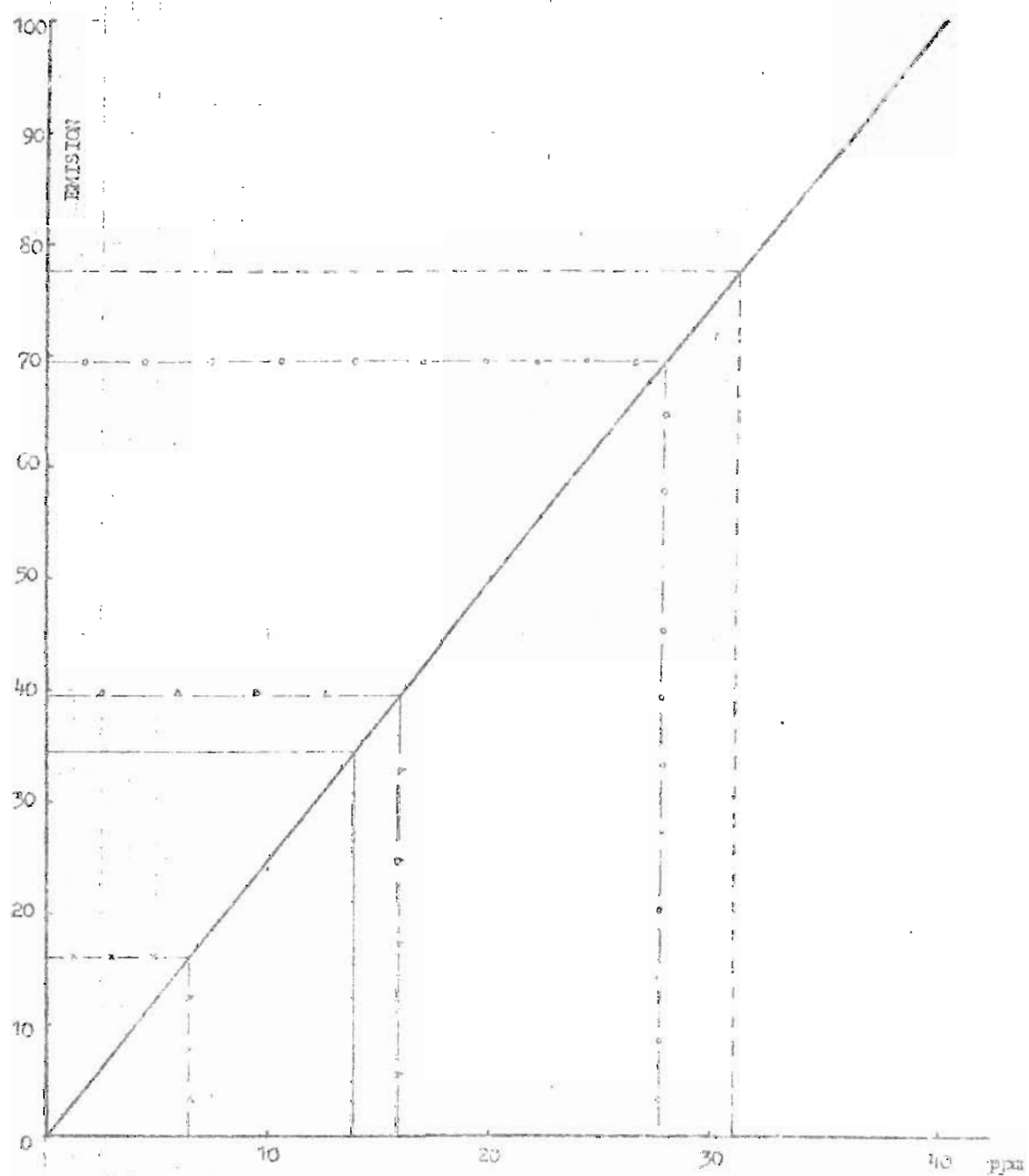


Gráfico 9: Curva de calibración de potasio y resultados experimentales obtenidos por fotometría de llama.

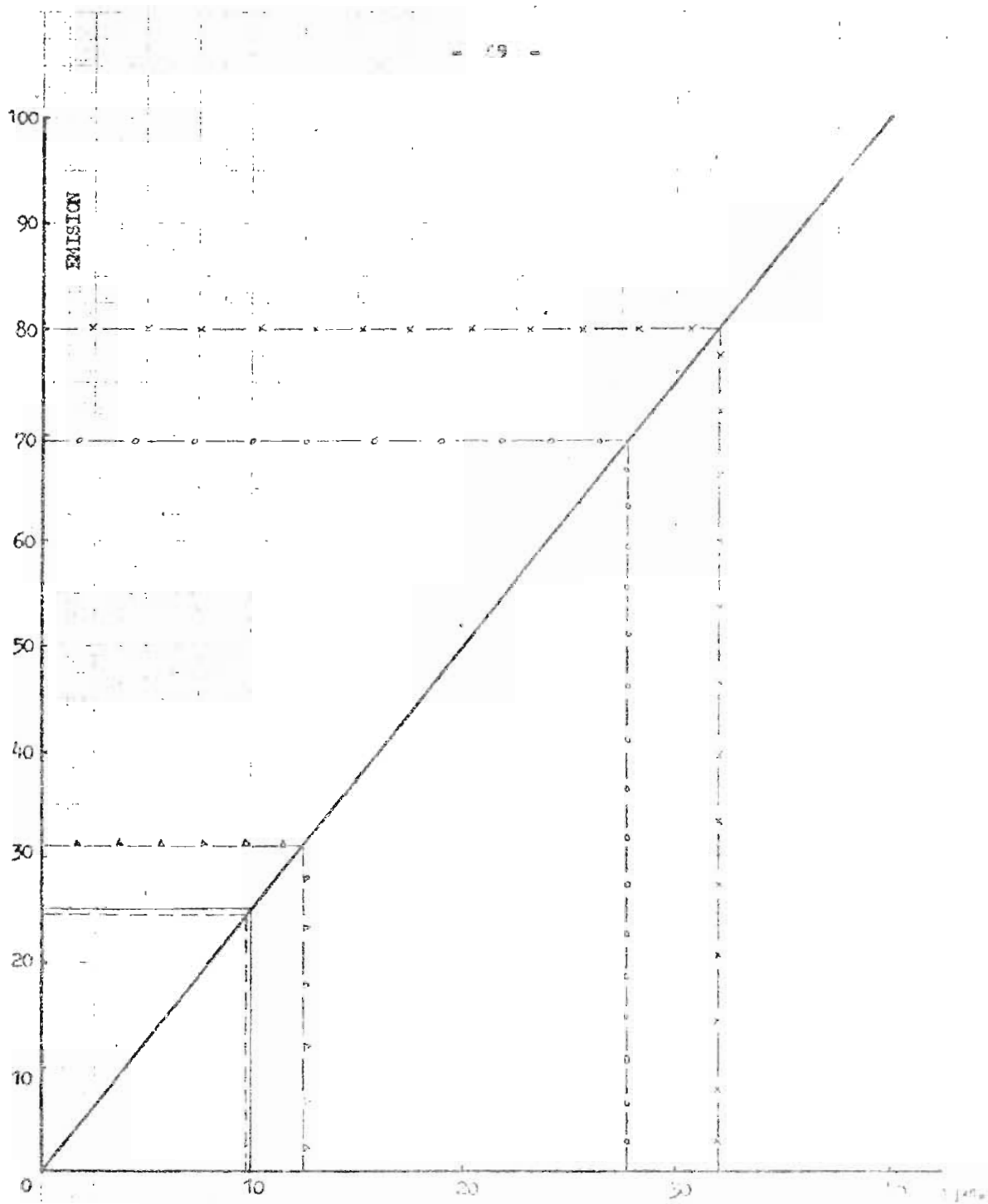


Gráfico 10: Curva de calibración de potasio y resultados experimentales obtenidos por fotometría de llama.

TABLA 6

Datos utilizados para la elaboración de curvas de calibración de calcio por espectrofotometría de absorción atómica.

Solución estandar	A B S O R B A N C I A	
	Gráfico 11	Gráfico 12
Concentración en ppm		
5	16.0	16.0
10	33.0	33.0
15	50.0	50.0
20	67.0	66.0
25	83.0	83.5
30	100.0	100.0

TABLA 7

Datos utilizados para la elaboración de curvas de calibración de calcio por espectrofotometría de llama.

Solución estandar	E M I S I O N	
	Gráfico 13	Gráfico 14
Concentración en ppm		
10	24.0	24.5
20	51.0	50.5
30	75.0	74.0
40	100.0	100.0

CUADRO 5

DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE CALCIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

Nombre del Vegetal	Absorbancia de Muestras					\bar{X}	Diluc.	p.p.m.	mgs %	Gráf. NO	Rep. Gráf.
	1	2	3	4	5						
PEREJIL	56.0	55.5	55.0	55.5	55.5	55.5	1:100	16.75	167.5	11	
A P I O	42.0	42.0	42.0	41.5	42.5	42.0	1:50	12.75	63.75	11	
ESPINACA	55.5	55.5	55.5	55.5	55.5	55.5	1:50	16.75	83.75	11	
M O R A	59.5	59.0	60.0	59.5	59.5	59.5	1:100	18.0	180.0	11	-X-X-
B E R R O	82.0	82.5	82.0	81.5	82.0	82.0	1:50	24.625	123.12	11	-A-d-
LECHUGA	13.5	13.5	13.5	13.5	13.5	13.5	1:50	4.125	20.625	12	
CHIPILIN	80.5	80.5	80.5	80.5	80.5	80.5	1:50	24.25	121.25	12	
P I T O	60.5	60.0	60.5	60.5	61.0	60.5	1:50	18.25	91.25	12	-0-0-
LOROCO	50.5	50.5	50.5	50.0	51.0	50.5	1:50	15.25	76.25	12	-X-X-
REPOLLO	36.5	37.0	37.0	37.0	37.5	37.0	1:50	10.5	52.5	12	-d-d-

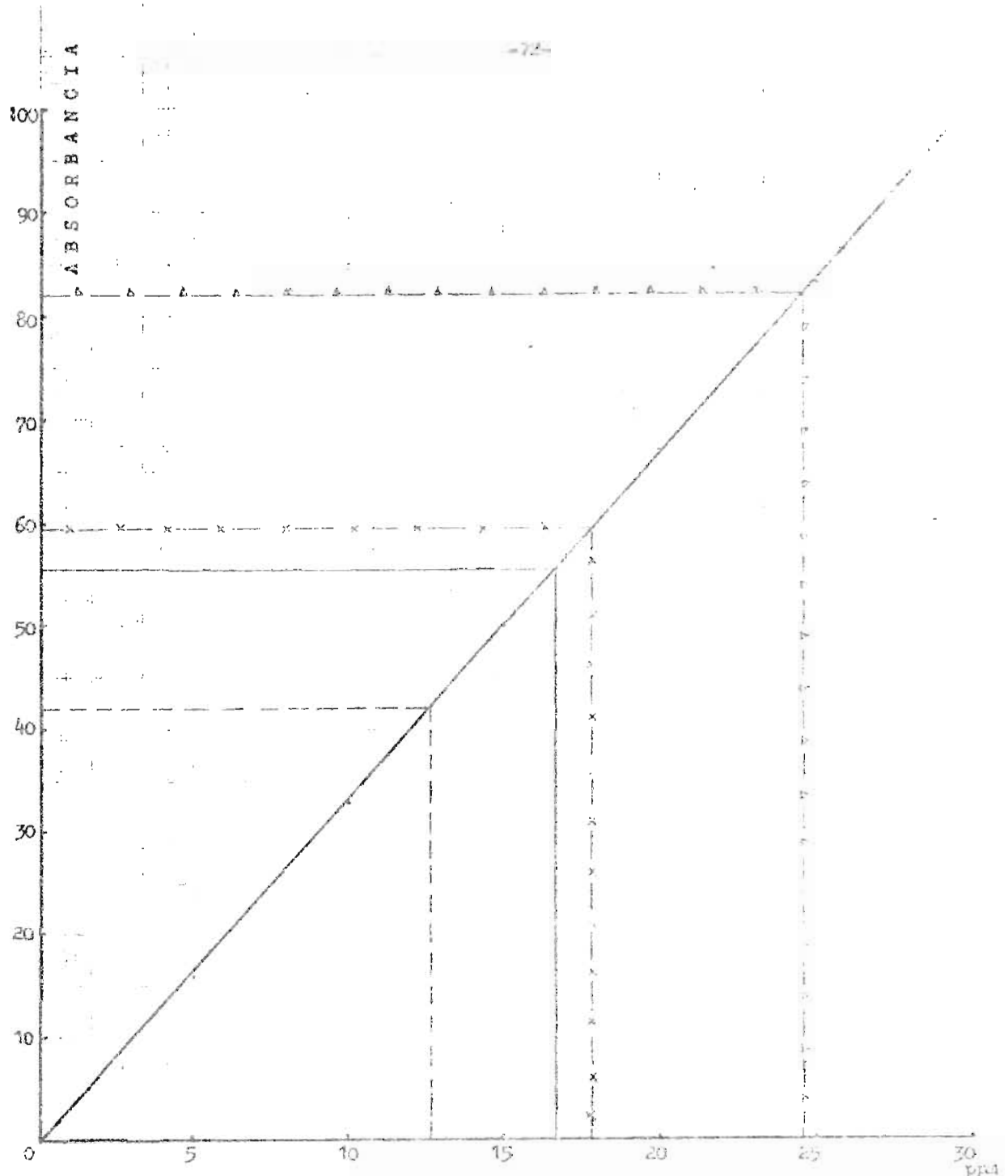


Gráfico 11: Curva de calibración de calcio y resultados experimentales obtenidos por espectrofotometría de absorción atómica.

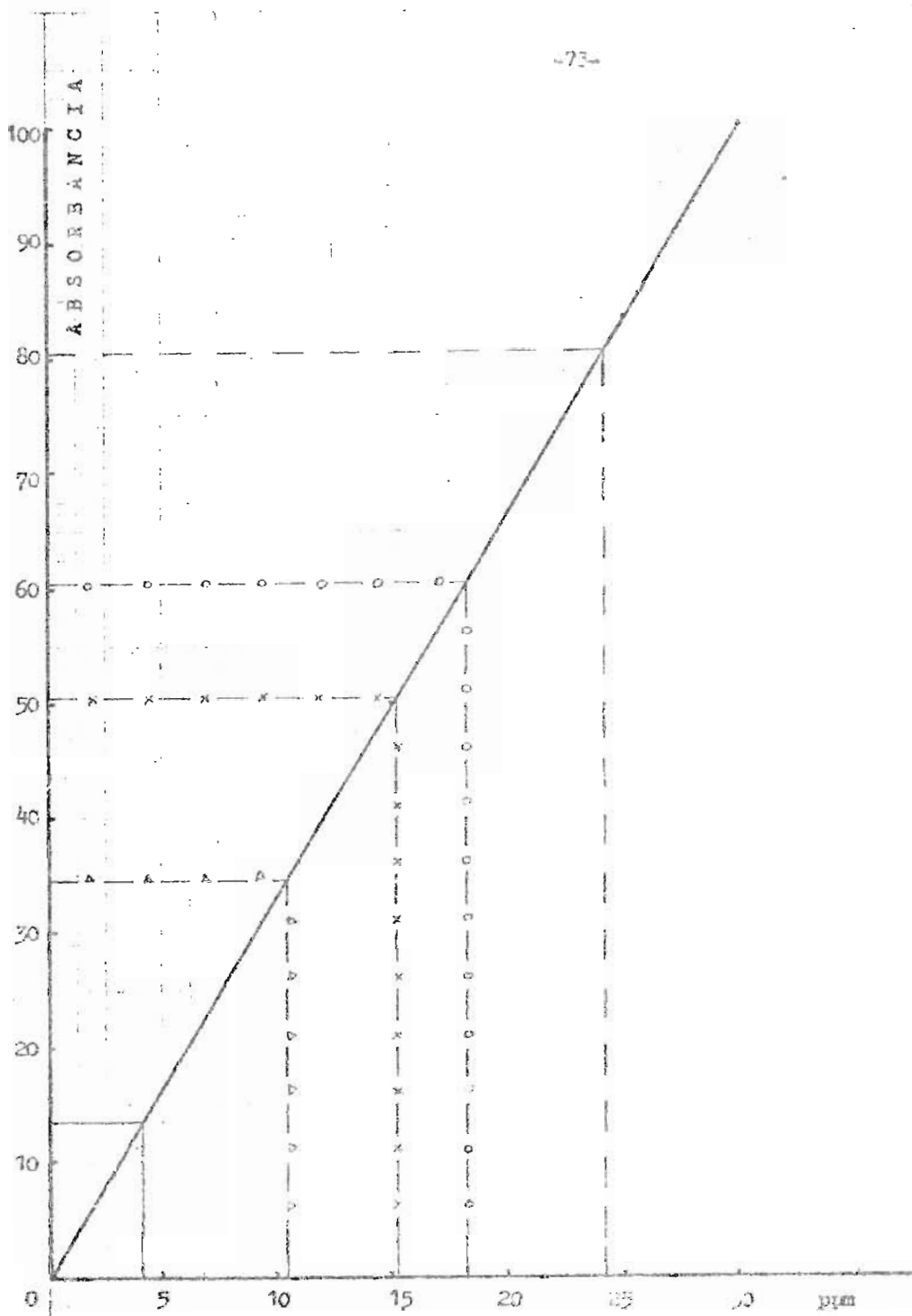


Gráfico 12: Curva de calibración de calcio y resultados experimentales obtenidos por espectrofotometría de absorción atómica.

CUADRO 6

DATOS Y RESULTADOS OBTENIDOS EN LA DETERMINACION DE CALCIO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE LLAMA.

Nombre del Vegetal	Emisión de Muestras					\bar{X}	Diluc.	p.p.m.	mg %	Gráf. No	Rep. Gráf.
	1	2	3	4	5						
PEREJIL	42.5	42.0	36.6	42.0	41.5	42.0	1:100	16.75	167.5	13	---
A P I O	30.7	30.7	31.0	30.6*	33.5*	30.75	1:50	12.50	62.5	13	---
ESPINACA	41.0	41.5	40.5	40.0	40.7	40.75	1:50	16.375	81.875	13	-0-0-0
M O R A	44.5	43.5	47.0*	44.0	44.0	44.0	1:100	17.75	177.50	13	-X-X-X
B E R R O	51.0	61.5	60.5	60.0	60.7	60.74	1:50	24.25	121.25	13	-0-0-0
LECHUGA	10.0	10.0	9.5	9.5	10.0	9.80	1:50	4.0	20.0	14	---
CHIPILIN	63.5	63.0	63.0	62.5	63.0	63.0	1:100	25.50	255.0	14	---
P I T O	45.0	44.5	44.0	44.5	48.0*	44.5	1:50	18.0	90.0	14	-0-0-0
LOROCO	37.5	37.0	37.0	35.5	37.0	37.0	1:50	15.0	75.0	14	-X-X-X
REPOLLO	25.0	25.5	25.5	25.7	26.0*	25.25	1:50	10.25	51.25	14	-0-0-0

* Datos rechazados

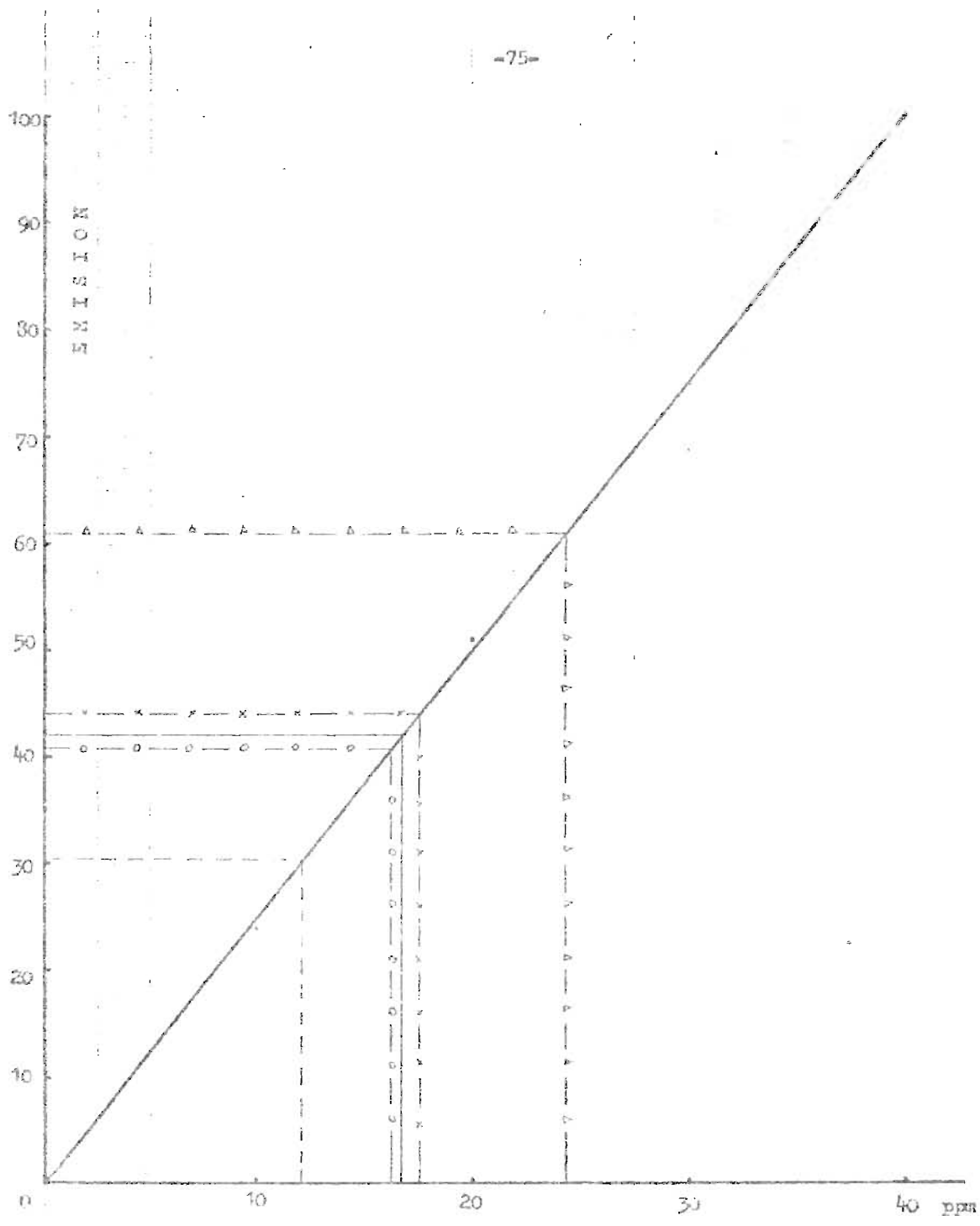


Gráfico 13: Curva de calibración de calcio y resultados experimentales obtenidos por fotometría de llana.

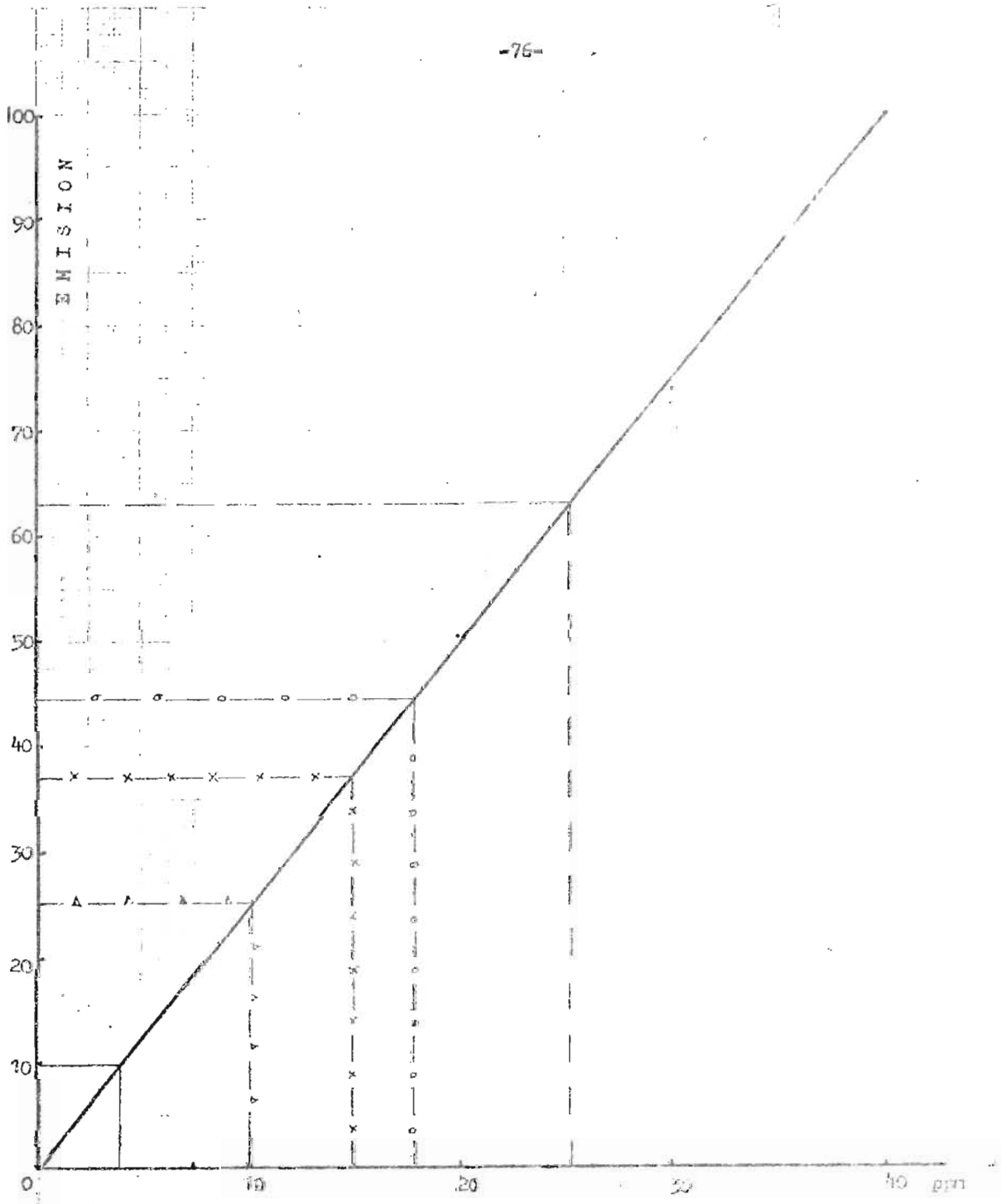


Gráfico 74: Curva de calibración de calcio y resultados experimentales obtenidos por fotometría de llama.

TABLA 8

Datos utilizados para la elaboración de curva de calibración de Litio por espectrofotometría de absorción atómica.

Solución estandar	ABSORVANCIA
Concentración en ppm	Gráfico 15
5	19.8
10	40.0
15	60.5
20	80.0
25	100.0

TABLA 9

Datos utilizados para la elaboración de curva de calibración de Litio por espectrofotometría de llama.

Solución estandar	EMISION
Concentración en ppm	Gráfico 16
10	20.0
20	41.0
30	60.5
40	80.0
50	100.0

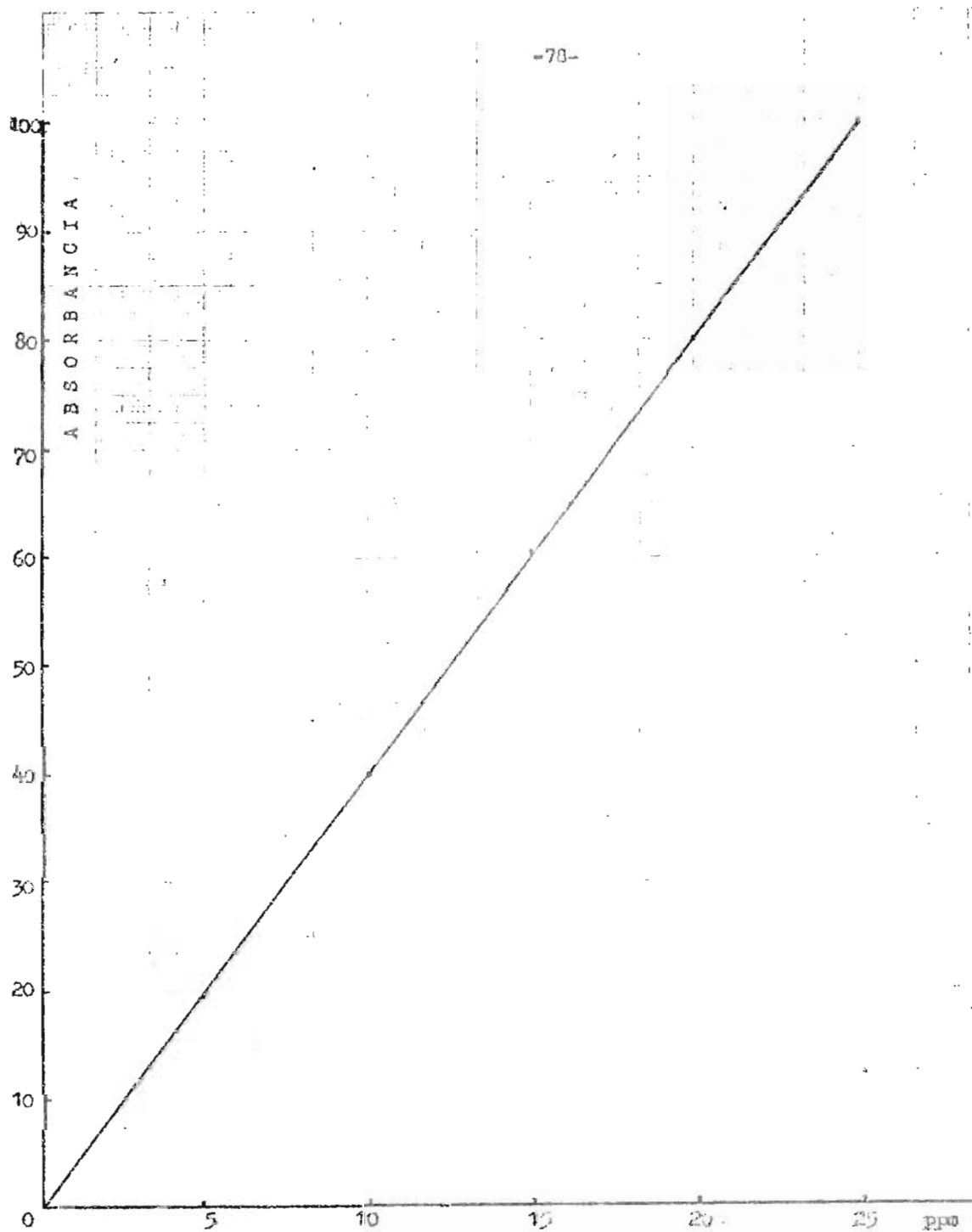


Gráfico 15: Curva de calibración de Litio por espectrofotometría de absorción atómica.

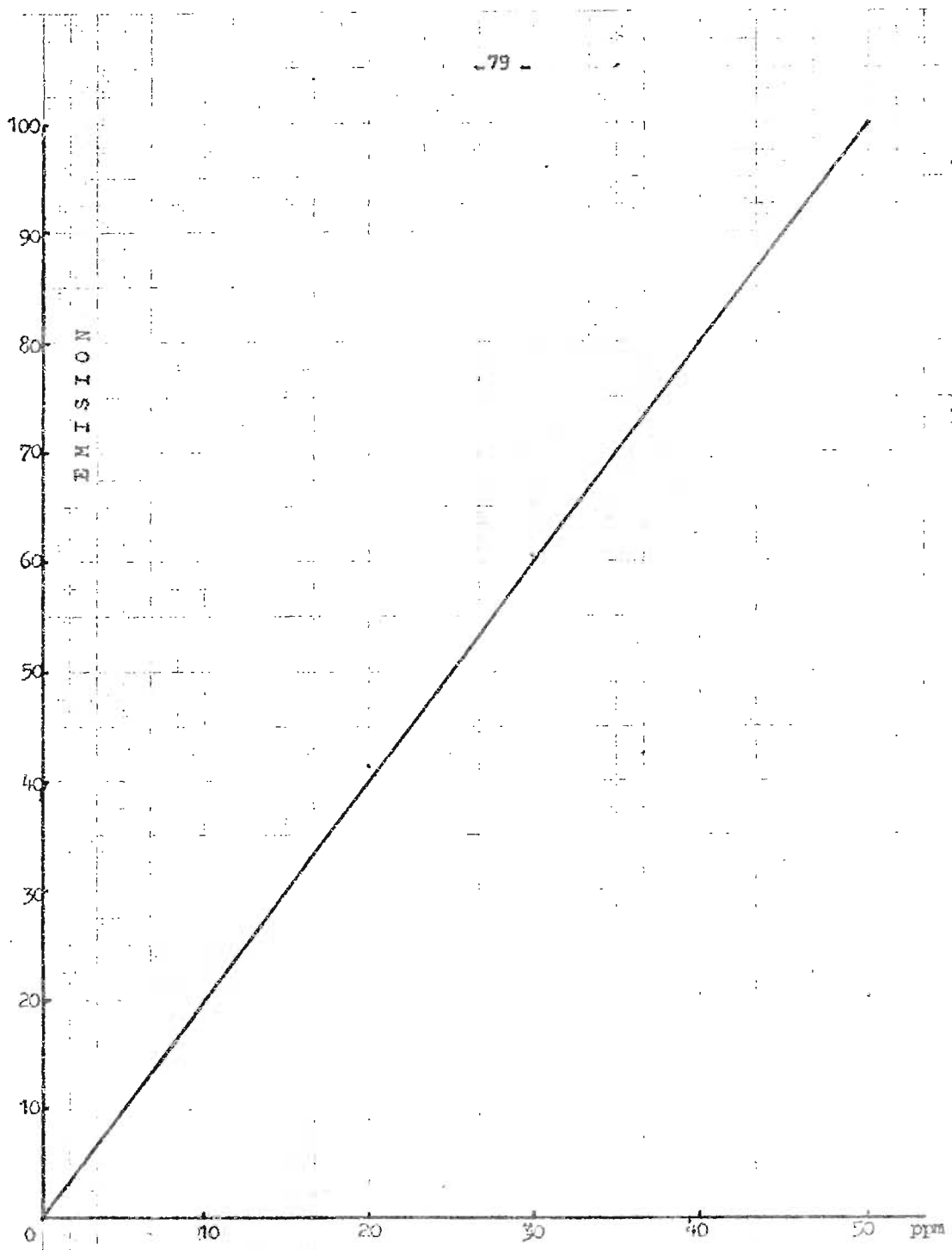


Gráfico 16: Curva de calibración de litio por espectrofotometría de llama.

TABLA 10

COMPARACION DE LOS DOS EQUIPOS UTILIZADOS

<u>EQUIPO</u>	<u>FUENTE DE ENERGIA</u>	<u>SISTEMA DE GASES</u>	<u>SISTEMA OPTICO</u>	<u>MEZCLA DE GASES.</u>	<u>TIPO DE INSTRUMENTO</u>
Fotómetro de Llama, Coleman 51 Ga.	LLAMA	QUEMADOR COMBINADO	FILTROS:	PROPANO- OXIGENO	HAZ SIMPLE
Espectrofotómetro de Absorción Atómica, Perkin-Elmer, 305-B.	LAMPARA DE CATODO HUECO.	MEZCLA PREVIA	MONOCROMADOR	ACETILENO OXIGENO	DOBLE HAZ

CAPITULO

TRES

3.1 OBSERVACIONES

1. El mismo tipo de muestras se analizaron en iguales condiciones de trabajo para ambos métodos.
2. Para la elaboración de las diferentes curvas de calibración utilizadas en los métodos comparados, las soluciones estándares de cada elemento se prepararon en diferentes rangos de concentración, dependiendo de las especificaciones y sensibilidad de cada equipo.
3. Las curvas de calibración elaboradas para cada elemento cumplen la ley de Lambert y Beer.
4. En el proceso de análisis de las muestras se presentaron mayores fluctuaciones en las lecturas del fotómetro de llama por lo que debía calibrarse frecuentemente.
5. En la determinación de calcio se hizo uso de un agente complejante, La_2O_3 al 1% para la eliminación de interferencias.
6. Respecto al litio, solamente se presentan las curvas de calibración porque las muestras en estudio no contienen dicho elemento.

7. En algunos casos hubo necesidad de diluir las muestras porque tenían alta concentración de elementos, lo que dificultaba las lecturas en el equipo correspondiente.
8. En términos generales la técnica en el equipo de absorción atómica ofreció menores dificultades y mayor comodidad en su manejo en comparación con el de fotometría de llama.
9. No se presenta tabla de parámetros del equipo de fotometría de llama pues este utiliza filtros de interferencia para aislar la radiación monocromática.

3.2 ANALISIS DE DATOS.

1. Las series de datos obtenidos para un mismo elemento fueron semejantes para cada método, aunque hubo ligeras variaciones no pudiendo detectarse con precisión la falla, pero podría deberse al equipo.
2. De los datos obtenidos por el método de absorción atómica no se rechazó ninguno, mientras que en el de fotometría de llama no se consideraron algunos de ellos en el análisis del mismo elemento en el mismo vegetal, esto nos sugiere mayor reproducibilidad del primer equipo.
3. En la determinación de sodio por fotometría de llama hay muchos datos rechazados, no pudiendo detectarse con certeza la falla, probablemente se deba al equipo ya que necesita calibrarse continuamente.
4. En la determinación de potasio se observa que los datos rechazados corresponden en su mayoría a las muestras donde la dilución es menor, lo mismo ocurre con los resultados del calcio.
5. Comparando todos los datos obtenidos al final del análisis por ambos métodos se observa que éstos fueron más reproducibles en el equipo de absorción atómica lo que redundó en una mayor exactitud.

6. Las variaciones encontradas entre ambos equipos pueden deberse a la clase de componentes de cada uno de ellos, tales como tipo de atomizador, tipo de llama producida, mezcla de gases utilizados y otros, los cuales tiene sus limitaciones en la resolución de las muestras analizadas.

3.3 DISCUSION DE RESULTADOS.

1. Comparando los resultados obtenidos por ambos métodos se observa una pequeña diferencia, lo que indica que también existen diferencias en la resolución dada por ambos equipos que está relacionada con la composición, sensibilidad y precisión de cada uno.
2. Los resultados no pueden ser comparados con patrones de referencia ya que las concentraciones de los elementos en las muestras analizadas varían por razones expuestas en el contenido de este trabajo.
3. Los resultados obtenidos en la determinación de sodio y potasio por ambos métodos son bastantes cercanos entre sí.
4. En la determinación de calcio, los resultados varían un poco más de un método a otro. La razón probablemente se deba a la presencia de cationes o aniones interferentes y a la capacidad del equipo utilizado en eliminarlas.
5. Se puede afirmar que las diferencias en la composición de los dos equipos utilizados, influyen directamente en la sensibilidad, precisión, reproducibilidad y exactitud de los resultados obtenidos.

3.4 CONCLUSIONES

1. Basándose en el análisis de los datos y resultados obtenidos puede afirmarse que la sensibilidad, precisión y reproducibilidad dada por el equipo de absorción atómica es mayor que la dada por el de fotometría de llama.
2. Comparando los dos equipos utilizados en la determinación de los elementos en estudio, se hace notar que además de la comodidad en el manejo del equipo de absorción atómica, es más sensible y por lo tanto más confiable en la resolución dada en un análisis.

RECOMENDACIONES

Por lo anteriormente expuesto se recomienda el método espectrofotométrico de absorción atómica para un análisis preciso y eficiente en la determinación de estos elementos en vegetales.

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

1. ANALYTICAL METHODS FOR ATOMIC ABSORTION SPECTROPHOTOMETRY, by Perkin - Elmer, The Perkin - Elmer Corporation, Norwalk, Connecticut, U.S.A. 1973.
2. BATAGLIA ONDINO C. ; GALLO, J.R., Determination of calcium - and magnesium in plant material by absorption flame photometry, Chemical Abstracts, Vol. 81-6, 103716 q, 1974.
3. BIFFEN, FRANK M., Modern Instruments in Chemical Analysis, New York, Toronto, Mc Graw, 1956.
4. BROWNIN, D.R., Espectroscopia, Edit. Torya - Masson, S.A. Barcelona 1a. Edición 1971, Cap. 8.
5. COOPER, BARBER, MITCHEL, RYNBERGEN, GREENE, Nutrition in health and disease, J.B., Lippincolt Company, 1963, 14a. Edic., U.S.A.
6. CHAPMAN, HOMER D., Métodos de Análisis para suelos, plantas y - aguas., Editorial Trillas, 1913, México.

7. EZDAKOR, V.I.; DEREPAKINA, S.J.; Photometric determination of some alkali metals in plant ash, Chemical Abstracts, Vol. 80-3, 45367 t, 1974.
8. FIRTER, HAROLD J., Manual of standardized procedures for spectro-photometric chemistry, Standar Scientific Supply Corporation, 1950, New York.
9. FRITZ, JAMES S., SHENK, GEORGE H., Química Analítica Cuantitativa Editorial Limusa, México, 3a. edición, 1979, Caps. 5,23.
10. GARCIA VIDOR, L.O.; BENITEZ, C.M., Evaluation of the effect of variables on the emission spectrophotometry of alkali and alkaline earth metals with hydrogen-oxygen flame, Chemical Abstracts, Vol. 80-5, 90785 p, 1974.
11. GILBERT, H. AYRES., Análisis Químico Cuantitativo, University of Texas, Austin Harper and Row Publishers Inc. 1970. Cap. 31.
12. KAHN, HERBERT L., Principles and Practice of Atomic Absortion, Perkin Elmer, Norwalk, Conn., U.S.A.

13. KRUGERS, J.; KENLEMANS, A.I.M., Practical instrumental analysis, Elseviers Publishing Company, 1965, Amsterdam, London-New York.
14. LEVERTON, R.M., Sodium, potasium and magnesium, Food, Yearbook of Agriculture, Washington, 1959, U.S.A. Cap. 11.
15. MANUAL DE INSTRUMENTACION QUIMICA, Departamento de Análisis Químico e Instrumental, Facultad de Química y Farmacia., Universidad de El Salvador, San Salvador, El Salvador, C.A.
16. OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF THE ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMIST, Horwitz W., Editor, Twelfth Edition, 1975, Washington.
17. PECSOK, ROBERT L. Y SHIELDS L. DONALD., Métodos Modernos de Análisis Químico, Editorial Limusa, México 1973, 1a. Edición. Caps. 5, 8, 10, 22.
18. POTTER, NORMAN N., La Ciencia de los alimentos, Edutex, S.A., Edición, México.
19. SHUBERT, JOHAN, Effect of chronic lithium treatment in monoamine metabolism in rat brain, Chemical Abstracts, Vol. 80-4, 78390 z, 1975.

20. SMITH, F.W.; JOHNSON A.D., Rapid semimicro digestión technique for mayor element analysis of plant material, Chemical Abstracts, Vol. 80-6, 105604 e, 1974.
21. SKOOG, DOUGLAS A.; WEST, DONALD M., Análisis Instrumental, Nueva Editorial Interamericana, S.A. de C.V., 1975, México. Caps. 2,5,10, 11.
22. WILLARD, HOBART H., Instrumental Methods of Analysis, Van Nostrand Ed., 1965, 4a. Edición, Toronto, New York, London. Cap.11.