



Escuela de
Ingeniería y Arquitectura
Universidad Zaragoza



Escuela Universitaria de
Ingeniería
Técnica Industrial
Universidad Zaragoza



DEPARTAMENTO
DE QUÍMICA ANALÍTICA

PROYECTO FINAL DE CARRERA:

DETERMINACIÓN DE COBRE, MANGANESO Y POTASIO EN CAFÉ DE CÁPSULAS POR EAA CON LLAMA

Alumno: DIEGO SANCHO ASÍN

Especialidad: QUÍMICA INDUSTRIAL

Fecha: SEPTIEMBRE 2011

Directora: ANGÉLICA FERNÁNDEZ CASTEL



Quisiera expresar mi más sincero agradecimiento, y pedir disculpas por todas las molestias que les haya podido causar:

A la Dra. Angélica Fernández Castel, Directora del proyecto, por su total ayuda y dedicación. La elaboración de este proyecto hubiese sido totalmente imposible sin ella.

A mis padres, mi hermano Andrés, mis tíos y mi primo Pablo que me han aguantado durante toda la carrera, y a todos mis amigos. En especial a mis compañeras de laboratorio Ana y M^a Carmen, y a José Manuel, Marta y Daniel.



ÍNDICE

1. OBJETIVOS	4
2. INTRODUCCIÓN	6
2.1 DESCRIPCIÓN DEL CAFÉ	7
2.2 TIPOS.....	8
2.2.1 <i>Coffea arábica (cafeto arábica)</i>	8
2.2.2 <i>Coffea canephora (cafeto robusta)</i>	8
2.3 PROCESAMIENTO DEL CAFÉ	9
2.3.1 <i>Cosecha</i>	9
2.3.2 <i>Tratamiento</i>	10
2.3.3 <i>Método seco</i>	10
2.3.4 <i>Método húmedo^[4]</i>	10
2.3.5 <i>Semi-húmedo</i>	11
2.3.6 <i>Clasificación</i>	12
2.3.7 <i>Descafeinamiento</i>	12
2.3.8 <i>Tueste del café</i>	12
2.4 NESPRESSO.....	13
3. PARTE EXPERIMENTAL	14
3.1 MATERIALES Y EQUIPOS	15
3.1.1 <i>Materiales</i>	15
3.1.2 <i>Equipos</i>	16
3.2 REACTIVOS	17
3.2.1 <i>Cobre^[7]</i>	17
3.2.2 <i>Manganeso^[7]</i>	17
3.2.3 <i>Potasio^[7]</i>	17
3.2.4 <i>Cloruro de Lantano</i>	18
3.2.5 <i>Disolución de cloruro de lantano</i>	18
3.2.6 <i>Disolución del blanco</i>	18
3.3 EXPERIMENTACIÓN	19
3.3.1 <i>Espectroscopia de absorción atómica con llama (EAA)</i>	19
3.3.2 <i>Interferencias en AAS con llama</i>	21
3.3.3 <i>Toma de medidas</i>	22
3.4 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS.....	23
3.5 DETERMINACIÓN DE COBRE.....	25
3.5.1 <i>Parámetros instrumentales utilizados</i>	25
3.5.2 <i>Recta de calibrado</i>	26
3.5.3 <i>Límite de detección</i>	29
3.5.4 <i>Límite de cuantificación</i>	29
3.5.5 <i>Lecturas de la absorbancia de cobre en las muestras</i>	30
3.5.6 <i>Cálculo de las concentraciones de cobre</i>	31
3.6 DETERMINACIÓN DE MANGANESO	32
3.6.1 <i>Parámetros instrumentales utilizados</i>	32
3.6.2 <i>Recta de calibrado</i>	33
3.6.3 <i>Límite de detección</i>	36
3.6.4 <i>Límite de cuantificación</i>	36
3.6.5 <i>Lecturas de la absorbancia de manganeso en las muestras</i>	37
3.6.6 <i>Cálculo de las concentraciones de manganeso</i>	38
3.6.7 <i>Adición de patrón</i>	39
3.6.8 <i>Agua de red</i>	52



3.7	DETERMINACIÓN DE POTASIO	58
3.7.1	<i>Parámetros instrumentales utilizados</i>	58
3.7.2	<i>Recta de calibrado</i>	59
3.7.3	<i>Límite de detección</i>	62
3.7.4	<i>Límite de cuantificación</i>	62
3.7.5	<i>Lecturas de la absorbancia de potasio en las muestras</i>	63
3.7.6	<i>Cálculo de las concentraciones de potasio</i>	64
3.7.7	<i>Adición de patrón</i>	66
3.7.8	<i>Agua de red</i>	83
4.	CONCLUSIONES	90
4.1	TABLAS GENERALES.....	91
4.1.1	<i>Parámetros instrumentales</i>	91
4.1.2	<i>Rectas de calibrado</i>	91
4.1.3	<i>Características de las muestras</i>	94
4.2	MANGANESO.....	96
4.2.1	<i>Comparación por tipos de café</i>	97
4.2.2	<i>Comparación por tipos de café</i>	103
4.2.3	<i>Comparación por procedencia del café</i>	106
4.3	COMPARACIÓN ENTRE ELEMENTOS	108
5.	BIBLIOGRAFÍA	110
5.1	PAGINAS WEB	111
5.2	LIBROS Y PUBLICACIONES.....	111
6.	ÍNDICE DE TABLA	112
7.	ÍNDICE DE FIGURAS	114



Determinación de cobre, manganeso y potasio en café de capsulas por
EAA con llama.



1. OBJETIVOS



El presente proyecto tiene como objetivo la determinación cuantitativa de cobre, manganeso y potasio en distintas muestras de café preparadas a partir de cápsulas y la comparación de los resultados obtenidos en las diferentes variedades y condiciones (agua destilada y de la red).

Para llevar a cabo la determinación cuantitativa se utilizara el método de espectroscopia de absorción atómica con llama (EAA). Se realizarán, para cada elemento, calibraciones con patrones externos y adiciones de patrón.

Además con el desarrollo de este proyecto se cumplirá uno de los requisitos para obtener la titulación de Ingeniería Técnica Industrial (especialidad Química Industrial) en la Escuela de Ingeniería y Arquitectura de Zaragoza.



2. INTRODUCCIÓN

2.1 DESCRIPCIÓN DEL CAFÉ

El denomina café a las semillas procedentes de la planta del café o cafeto (coffea).

El cafeto es un arbusto de 3 a 6 metros de altura, aunque puede alcanzar los 15 metros. Esta planta proporciona su primer fruto entre los 3 y 5 años de vida, en cuyo interior contiene dos semillas rodeadas de una pulpa amarillenta. Estas semillas son los granos de café.



Figura 1.- Planta del café o cafeto (Fuente: www.innatia.com^[1]).



2.2 TIPOS

Según su origen, hay más de 80 variedades distintas de café, aunque son solo dos las que se usan principalmente para el consumo humano^[2].

2.2.1 Coffea arábica (cafeto arábica)

El cultivo de la Coffea arábica es el que más atrás en el tiempo se remonta. Esta clase se considera la más fina, aromática, menos amarga y más baja en cafeína. La vaina es alargada y ampliamente acuñaada.

Para su correcto crecimiento, necesita un clima más fresco. El cultivo del arábica es más delicado, menos productivo y está reservado a tierras altas de montaña, entre 900 y 2.000 m. América central y del sur, junto con zonas tropicales de África, son las áreas geográficas donde se cultiva esta planta. Su peso en el mercado mundial es, con diferencia, mucho mayor que el de otras clases, representando entre un 60% y un 80% del mercado.

2.2.2 Coffea canephora (cafeto robusta)

La clase canephora contiene el doble de cafeína que el café arábigo y es menos aromático. Es más resistente al calor, las enfermedades y los parásitos. Por este motivo se le llama “robusta”. Su grano es más bien redondo y la entalladura recta.

Las regiones de África Central y Oriental, el Sudeste de Asia y Brasil, son las zonas donde se cultiva. Representa entre un 30% y un 40% del mercado.

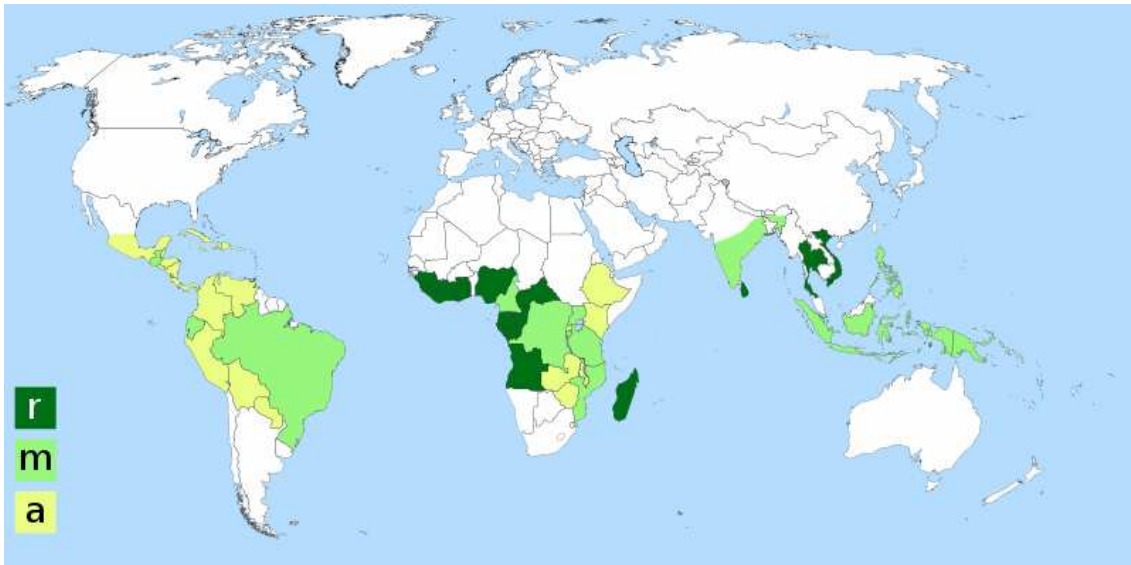


Figura 2.- Distribución del cultivo mundial de café. R: Robusta, m: Mezcla de robusta y arábica, a: Arábica. (Fuente: Wikipedia^[3]).

2.3 PROCESAMIENTO DEL CAFÉ

2.3.1 Cosecha

Los frutos llegan a la madurez de los 6 a los 11 meses (depende de la variedad) después de la floración.

Hay dos formas principales de recolectar los frutos del café.

La primera, y evidentemente la más antigua, es a mano. Este proceso es lento, costoso y tedioso. Sin embargo, es la forma con la que mejor calidad de café se obtiene. Esto es debido a que solo se cogen los frutos listos para su recolección, dejando los más verdes e inmaduros, mejorando los resultados finales del café recolectado.

Por otro lado, la otra forma habitual de recolección es mediante maquinaria. Este proceso mecanizado es más económico y rápido. Pero, al contrario que el caso de la recolección a mano, los frutos que aun no han madurado se recogen junto con los demás. Por este motivo, el café obtenido de esta forma es más ácido, y por tanto de peor calidad.



La recolección, en el hemisferio sur (donde se encuentra la inmensa mayoría de las plantaciones de café), se realiza durante la segunda mitad del año. En agosto como pronto, y termina en noviembre.

Tras la recolección, el fruto se limpia mediante venteado.

2.3.2 Tratamiento

Una vez recolectados los granos de café deben ser procesados (limpieza, molienda, etc.). Existen tres métodos:

2.3.3 Método seco.

Los granos se secan al sol, y se muelen, eliminando la capa exterior, el mucílago seco, la vitela y la cáscara plateada. Después de algunos días, la parte carnosa ya deshidratada se separa.

Este método se usa para la variedad robusta y gran parte del arábico.

2.3.4 Método húmedo^[4].

Este método se emplea para conseguir la variedad arábica de mayor calidad.

Consiste en la eliminación de la piel y pulpa del grano mientras que el fruto del café está todavía húmedo. Este procedimiento, intensifica la acidez del café. En los métodos modernos de desmucilado, la pulpa o mucílago es limpiado en los granos por una máquina.

La mayoría de los mejores cafés del mundo son procesados usándose este método.



2.3.5 Semi-húmedo

Se hace pasar el fruto a través de un rastrillo que eliminar la piel y parte de la pulpa como en el proceso húmedo pero el producto resultante es secado al sol sin fermentar ni cepillar.

Su uso se limita a Brasil, Costa Rica y Sumatra/Célebes.



2.3.6 Clasificación

Cuando el café ya esta completamente seco, pasa a ser café verde. Su clasificación se hace o bien a mano, o bien mediante algún proceso mecanizado. Esta clasificación consiste en la eliminación de impurezas y de los granos no aptos.

2.3.7 Descafeinamiento

La semilla de cafeto contiene un 2% de cafeína.

Este proceso, cuando se lleva a cabo, sirve para eliminar el contenido de cafeína en el café (Aproximadamente un 2% en la semilla de cafeto), pero sin modificar el sabor del mismo. Esta condición no se puede conseguir totalmente, y siempre se modifica el sabor.

Existen varios métodos para el descafeinamiento, aunque el principal es el de Roselius, que consiste en empapar los granos en agua, extraer la cafeína del líquido así obtenido por adición de solvente orgánico o por adsorción sobre carbón activo, y finalmente volver a empapar los granos en el líquido empobrecido en cafeína para que reabsorban los otros compuestos siempre presentes. El acetato de etilo, el solvente utilizado, que se encuentra en los frutos, nunca está en contacto con los granos, sólo con el agua con la cual se empapa el grano.

2.3.8 Tueste del café

Consiste en un conjunto de procesos de limpieza, tueste (propriamente dicho), enfriamiento, molienda y empaquetado.

El café verde se deposita en una tolva y es limpiado de broza mediante agitación. Después los granos son pesados y depositados en tolvas de almacenamiento. Desde allí, son transportados al tostador.

Los tostadores trabajan con temperaturas entre 190 y 280 °C, y los granos son tostados durante un período que pueden variar desde algunos minutos hasta cerca de 30 minutos. Los tostadores son generalmente tambores que giran horizontalmente y que hacen caer los granos de café verde en una corriente de gases de combustión calientes; los tostadores funcionan tanto en lotes como en modo continuo y pueden utilizar fuego directo o indirecto.

Después de este proceso, solo queda la molienda.

Industrialmente^[5], se usan molinos de rodillos con capacidad desde 500 hasta 4000kg. Básicamente consisten en parejas de rodillos que pulverizan el café al pasar los granos a través de estos.

2.4 NESPRESSO

Este proyecto utilizará exclusivamente muestras de café Nespresso.

Nespresso^[6] pertenece a la compañía Nestlé Nespresso SA, dentro del Grupo Nestlé. Sus productos están basados en un sistema propietario de cápsulas individuales que contienen café molido, y máquinas específicas que sean capaces de producir el café a partir del contenido de la cápsula.



Figura 3.- Cápsulas de café Nespresso.



3. PARTE EXPERIMENTAL

3.1 MATERIALES Y EQUIPOS

3.1.1 Materiales

- Vasos de precipitados de distintos volúmenes. (Entre 25 y 250ml).
- Varilla de vidrio.
- Matraces aforados de 5.0, 10.0, 25.0, 50.0 y 100.0 ml.
- Cuentagotas
- Pipetas de 1, 2, 3, 5, 10 y 25 ml.



Figura 4.- Pipetas de distintos volúmenes

- Pipeteadores
- Viales de 25 ml.

3.1.2 Equipos

- Balanza analítica (Marca: Sartorius ; Modelo; TE214S)

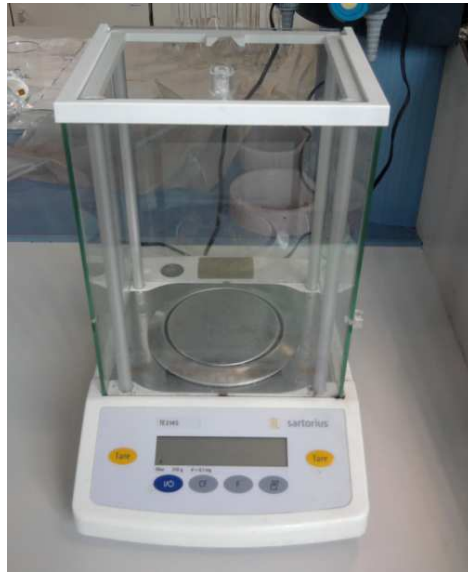


Figura 5.- Balanza analítica (Marca: Sartorius).

- Espectrofotómetro de emisión-absorción atómica Pekín-Elmer 2280.



Figura 6.- Espectrofotómetro Pekin-Elmer 2280.



3.2 REACTIVOS

3.2.1 Cobre^[7]

- Marca Sharlau MA 0085.
- $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ en HNO_3 0,5 N
- Disolución patrón de cobre de 1000 mg/l
- Densidad = 1,01 g/cm³

3.2.2 Manganeso^[7]

- Marca Sharlau MA 01110500.
- $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ en HNO_3 0,5 N
- Disolución patrón de manganeso de 1000 mg/l
- Densidad = 1,01 g/cm³

3.2.3 Potasio^[7]

- Marca Sharlau MA 01050500.
- KNO_3 en HNO_3 0,5 N
- Disolución patrón de potasio de 1000 mg/l
- Densidad = 1,01 g/cm³



3.2.4 Cloruro de Lantano

- Marca Sharlau MA 00900250.
- $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.
- $M = 371,37$

3.2.5 Disolución de cloruro de lantano

El cloruro de lantano se utilizara para evitar interferencias durante las lecturas del potasio.

Se disuelven 2 gramos de cloruro de lantano en 100 ml de agua destilada. Se consigue así una disolución del 2% m/v.

3.2.6 Disolución del blanco

Para el caso del cobre y manganeso simplemente se utiliza agua destilada.

Para la determinación de K se utiliza como blanco cloruro de lantano al 0,2%.



3.3 EXPERIMENTACIÓN

3.3.1 Espectroscopia de absorción atómica con llama (EAA)

La espectroscopia atómica^[8] se utiliza para determinar la identidad y concentración de átomos de una especie en una muestra.

La espectroscopia de absorción atómica se basa en que cuando un haz de radiación atraviesa un medio que contiene átomos gaseosos, estos absorben parte de la radiación, atenuándola. Según sea la cantidad de radiación atenuada y el espectro emitido (característico de cada especie), se puede conocer de que elemento se trata y su concentración.

Es necesario entonces, que la especie a determinar se encuentre en estado atómico. Como esto no es lo habitual, sino que por norma general, se encuentran formando compuestos o complejos, hay que atomizar la muestra.

Para ello, se utilizará un nebulizador. Centrándose en el equipo Pekín-Elmer 2280, que es el que se utilizara en este proyecto, la muestra líquida es aspirada a través de un capilar mediante un flujo de gas a alta presión (oxidante, que en este caso será aire) alrededor de la punta del mismo. Gracias a la alta velocidad del gas, la muestra líquida se dispersa en finas gotas de varios tamaños, que se introducen en la llama.

La llama es proporcionada por un mechero. En el caso del Pekín-Elmer 2280 este es de flujo laminar o premezcla. En este tipo de mechero, el aerosol formado por las gotas de muestra y el oxidante se mezcla con el combustible (acetileno), pasando por un deflector que elimina las gotas más grandes. Esta nueva mezcla se quema en un quemador produciendo la llama.

La relación combustible/oxidante es determinante, puesto que de ello dependerá la temperatura de la llama, según sea la cual, se favorecerá la atomización en detrimento de la ionización, perjudicial para la absorción atómica.



Para saber la concentración del elemento a analizar en la muestra, se debe utilizar una fuente emisión de radiación que al atravesar la llama, donde se encuentra la muestra atomizada, variará su intensidad.

La variación de intensidad de radiación (Intensidad a la entrada y a la salida de llama) esta relacionada con la concentración del elemento en ala llama mediante la Ley de Beer:

$$A = \log (I_o / I) = \xi \cdot b \cdot c$$

Donde:

A = Absorbancia.

I_o / I = relación de la intensidad a ka entrada y a la salida de la llama.

ξ = Absortividad molar.

b = Anchura de la rendija.

c = Concentración del elemento en la llama.

En espectroscopia, se usan muchas fuentes distintas según sea el método. En este caso, se utiliza una lámpara de cátodo hueco. Cada elemento suele utilizar una lámpara distinta, aunque hay casos en los que se puede utilizar la misma (Ca y K, por ejemplo). La lámpara debe de contener una línea de emisión correspondiente a una de las líneas más intensas del espectro atómico del elemento a analizar. Como estas líneas son distintas para cada elemento, es por ello que se requieren lámparas distintas.

Las lámparas consisten en un ánodo de Wolframio y un cátodo cilíndrico, cerrados herméticamente por un tubo de vidrio lleno de Neón y Argón a baja presión. El cátodo está formado por el metal que se desea obtener. Algunos cátodos, están formados por varios elementos (multielemental), permitiendo el análisis de los mismos con una sola lámpara (Ca y K, como se ha citado anteriormente, por ejemplo).



3.3.2 Interferencias en AAS con llama

Las interferencias en la AAS con llama, son las sustancias, que pueden dar lugar a la lectura de datos erróneos, que no se corresponden con la realidad de la muestra.

Hay dos tipos:

- Interferencias espectrales:
 - Se presentan cuando la absorción de la especie que interfiere se solapa o aparece muy próxima a la absorción del analito. Provocando, que el análisis del espectro sea inviable.
 - También se pueden producir cuando hay presencia de productos de combustión que poseen bandas de absorción anchas o que dispersan la radiación.
- Interferencias químicas:
 - Son más comunes que las anteriores. Hay tres causas principales.
 - Por la formación de compuestos de baja volatilidad, que reducen la velocidad de atomización, dando resultados menores a los reales. Se eliminan aumentando la temperatura o usando agentes liberadores, como es el caso del lantano (que se utilizará en la determinación de potasio), que reaccionan con la interferencia e impide que interaccione con el analito.
 - También se producen por las reacciones de disociación.
 - Por ultimo, las reacciones de ionización son otro motivo. Se eliminan utilizando supresores de ionización.



3.3.3 Toma de medidas

Como ya se ha comentado, el equipo a utilizar, es el espectrofotómetro Pekín-Elmer 2280. Para tomar las medidas, se deben realizar los siguientes pasos:

- Abrir los caudales de aire (oxidante) y acetileno (combustible).
- Colocar la lámpara de cátodo hueco, para el elemento a analizar, en el espectrofotómetro
- Introducir los parámetros indicados en la bibliografía para el elemento a analizar.
- Se enciende el mechero.
- Optimizar los valores mediante una ligera variación de los mismos, observando como obtener la mayor ganancia posible.
- Colocar el capilar en la disolución en blanco.
- Obtener el valor autocero midiendo la disolución en blanco.
- Colocar la muestra a analizar. En este caso, se tomaran 3 medidas con una diferencia de 1 segundo entre ellas. Estos parámetros pueden ser diferentes en otras situaciones.
- Se procede a al lectura del coeficiente de variación y de la desviación estándar.

Mientras se cambia de muestra, hay que dejar el capilar depositado de nuevo en la disolución en blanco. A continuación se repite el proceso de toma de medias.

3.4 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Durante la descripción del proyecto realizado, por comodidad, no se hará referencia a los nombres concretos de las muestras utilizadas, sino que a cada una se le asigna un número:

Muestra	Nombre de la variedad
1	Ristretto
2	Arpeggio
3	Roma
4	Livanto
5	Capriccio
6	Volluto
7	Cosi
8	Indriya
9	Rosabaya
10	Dulsao
11	Decaffeinato
12	Livanto con sabor a almendra
13	Fortissio
14	Vivalto
15	Finezza
16	Onirio
17	Decaffeinato Lungo

Tabla 1.- Asignación de número a cada variedad de café.



De esta manera, cada vez que se haga referencia a la muestra 2, por ejemplo, se estará tratando la variedad “Arpegio”.

Las muestras se prepararon en aproximadamente 40 ml de agua (tamaño de expresso), con la cafetera de la marca Nespresso. Con esto se consigue que las mediciones se realicen sobre las muestras tal como se consumen.

Para cada variedad, se prepararon dos tipos de muestras. Una con agua destilada y otra con agua de red.



3.5 DETERMINACIÓN DE COBRE

3.5.1 Parámetros instrumentales utilizados

Para obtener la mayor sensibilidad posible, se introducen los parámetros teóricos en el espectrofotómetro de absorción atómica^[9]. Una vez introducidos, se hace variar ligeramente la longitud de onda para comprobar cual es el valor que ofrece una mayor sensibilidad, así como la posición de la lámpara. De esta manera, también se optimiza el caudal de aire y el de acetileno, así como, la altura y profundidad del mechero. Los parámetros finalmente utilizados han sido los siguientes:

Parámetros instrumentales:	
Longitud de onda:	323,8 nm
Caudal de aire:	25 u.a.
Caudal de acetileno:	5 u.a.
Altura del mechero:	7 u.a.
Profundidad del mechero:	8 u.a.
Anchura de la rendija:	0,7 nm
Intensidad de la lámpara:	10 mA

Tabla 2.- Parámetros utilizados para la determinación de cobre.



3.5.2 Recta de calibrado

Para realizar la recta de calibrado^[10], se preparan 5 disoluciones con concentraciones en un intervalo desde 1,000 mg/l hasta 5,000 mg/l. El intervalo ha sido elegido a partir de datos bibliográficos (cita bibliográfica) que indican que para la longitud de onda introducida, la recta de calibrado se mantendrá lineal durante todo ese rango de concentraciones.

Para preparar las 5 disoluciones se dispone de una disolución patrón de cobre de 1000 mg/l.

Se pipetea 10 ml de esta disolución patrón en un matraz de 100 ml y se enrasa con agua. De esta manera, se obtiene una nueva disolución de 100 mg/l, que permite trabajar con mayor comodidad a la hora de preparar las disoluciones de la recta.

A partir de esta disolución se realizan los cálculos para saber que cantidad debemos añadir a cada matraz de 100,0 ml, obteniendo de esta manera las concentraciones deseadas.

$$\text{Concentración} \times \text{Volumen} = \text{Concentración} \times \text{Volumen}$$

- 1,00 mg/l:

$$100 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 1,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 1,0 \text{ ml}$$

- 2,00 mg/l

$$100 \text{ mg/l} \times V_2 \text{ (ml)} = 2,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_2 \text{ (ml)} = 2,0 \text{ ml}$$



- 3,00 mg/l

$$100 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 3,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 3,0 \text{ ml}$$

- 4,00 mg/l

$$100 \text{ mg/l} \times V_4 \text{ (ml)} = 4,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_4 \text{ (ml)} = 4,0 \text{ ml}$$

- 5,00 mg/l

$$100 \text{ mg/l} \times V_5 \text{ (ml)} = 5,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_5 \text{ (ml)} = 5,0 \text{ ml}$$

Así pues, a cada uno de los matraces se añade 1, 2, 3, 4 y 5 ml respectivamente.

Finalmente, se enrasan los matraces con agua destilada.

Una vez preparadas las disoluciones, y con los parámetros introducidos en el espectrofotómetro, se toman 5 lecturas de absorbancia de 1 segundo cada una, obteniéndose los siguientes resultados:

Concentración (mg/l)	Absorbancia	Coefficiente de variación	Desviación estándar
1,00	0,018	0,52	0,0001
2,00	0,055	0,69	0,0004
3,00	0,076	0,72	0,0006
4,00	0,109	0,78	0,0009
5,00	0,133	1,06	0,0014

Tabla 3.- Resultados obtenidos para la recta de calibrado para cobre.

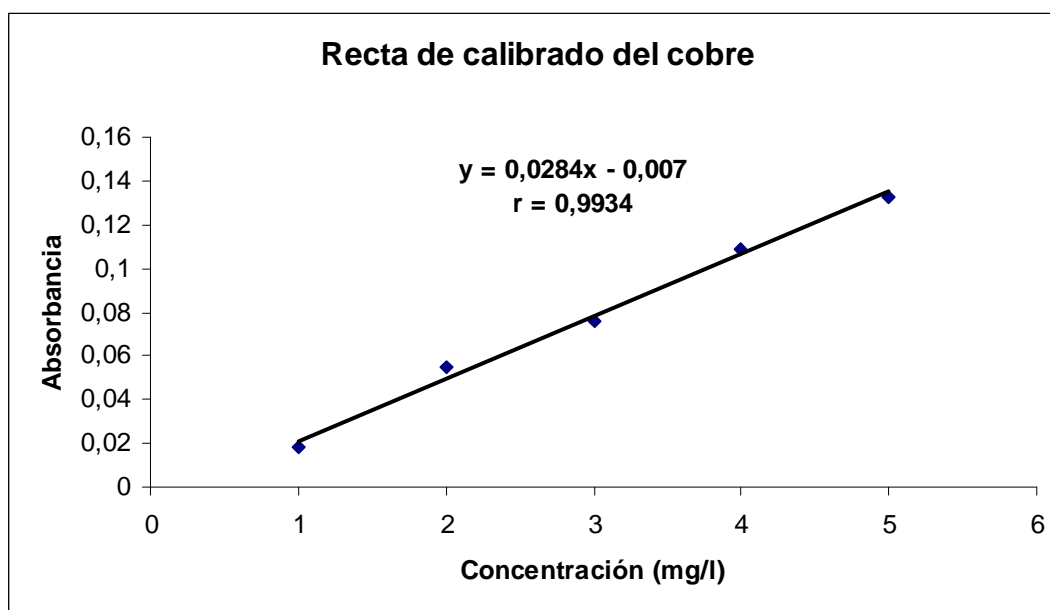


Figura 7.- Recta de calibrado para la determinación del cobre.



3.5.3 Límite de detección

$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0006

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0284

$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times 0,0006}{0,0284} = 0,063 \text{ mg/l}$$

3.5.4 Límite de cuantificación

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0006

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0284

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times 0,0006}{0,0284} = 0,211 \text{ mg/l}$$



3.5.5 Lecturas de la absorbancia de cobre en las muestras

Se procede a la lectura de la absorbancia de las muestras para cobre en el espectrofotómetro. Por supuesto, se utilizan los mismos parámetros usados para la lectura de las muestras de la recta de calibrado. Los datos obtenidos son los siguientes:

Muestra	Absorbancia	Coefficiente de variación	Desviación estándar
1	0,003	21,36	0,0006
2	0,001	31,02	0,0003
3	0,001	38,22	0,0004
4	0,002	87,74	0,0020
5	0,002	1,740	0,0010
6	0,002	68,14	0,0014
7	-	-	-
8	-	-	-
9	0,001	54,78	0,0007
10	-	-	-
11	-	-	-
12	-	-	-
13	-	-	-
14	-	-	-
15	-	-	-

Tabla 4.- Lectura de la absorbancia para el cobre.



3.5.6 Cálculo de las concentraciones de cobre

Debido a los datos obtenidos, no se puede realizar ningún tipo de cálculo en la determinación de la concentración de cobre. En la mayoría de las muestras, no se ha obtenido ninguna señal, y en el resto, se encuentran por debajo del límite de cuantificación, e incluso del de detección.

3.6 DETERMINACIÓN DE MANGANESO

3.6.1 Parámetros instrumentales utilizados

Para obtener la mayor sensibilidad posible, se introducen los parámetros teóricos en el espectrofotómetro de absorción atómica^[9]. Una vez introducidos, se hace variar ligeramente la longitud de onda para comprobar cual es el valor que ofrece una mayor sensibilidad, así como la posición de la lámpara. De esta manera, también se optimiza el caudal de aire y el de acetileno, así como, la altura y profundidad del mechero. Los parámetros finalmente utilizados han sido los siguientes:

Parámetros instrumentales:	
Longitud de onda:	278,5 nm
Caudal de aire:	30 u.a.
Caudal de acetileno:	15 u.a.
Altura del mechero:	8 u.a.
Profundidad del mechero:	8 u.a.
Anchura de la rendija:	0,2 nm
Intensidad de la lámpara:	15 mA

Tabla 5.- Parámetros utilizados para la determinación de manganeso.



3.6.2 Recta de calibrado

Para realizar la recta de calibrado^[10], se preparan 6 disoluciones con concentraciones en un intervalo desde 1,000 mg/l hasta 6,000 mg/l. El intervalo ha sido elegido a partir de datos bibliográficos que indican que para la longitud de onda introducida, la recta de calibrado se mantendrá lineal durante todo ese rango de concentraciones.

Para preparar las 6 disoluciones se dispone de una disolución patrón de manganeso de 1000 mg/l.

Se pipetea 10 ml de esta disolución patrón en un matraz de 100 ml y se enrasa con agua. De esta manera, se obtiene una nueva disolución de 100 mg/l, que permite trabajar con mayor comodidad a la hora de preparar las disoluciones de la recta.

A partir de esta disolución se realizan los cálculos para saber que volumen debemos añadir a cada matraz de 100,0 ml, obteniendo de esta manera las concentraciones deseadas.

$$\text{Concentración} \times \text{Volumen} = \text{Concentración} \times \text{Volumen}$$

- 1,00 mg/l:

$$100 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 1,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 1,0 \text{ ml}$$

- 2,00 mg/l:

$$100 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 2,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 2,0 \text{ ml}$$



- 3,00 mg/l:

$$100 \text{ mg/l} \times V_2 \text{ (ml)} = 3,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_2 \text{ (ml)} = 3,0 \text{ ml}$$

- 4,00 mg/l:

$$100 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 4,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 4,0 \text{ ml}$$

- 5,00 mg/l:

$$100 \text{ mg/l} \times V_4 \text{ (ml)} = 5,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_4 \text{ (ml)} = 5,0 \text{ ml}$$

- 6,00 mg/l:

$$100 \text{ mg/l} \times V_5 \text{ (ml)} = 6,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_5 \text{ (ml)} = 6,0 \text{ ml}$$

Así pues, a cada uno de los matraces se añade 1, 2, 3, 4, 5 y 6 ml respectivamente.

Finalmente, se enrasan los matraces con agua destilada.

Una vez preparadas las disoluciones, y con los parámetros introducidos en el espectrofotómetro, se toman las medidas de absorbancia, obteniéndose los siguientes resultados:

Concentración (mg/l)	Absorbancia	Coefficiente de variación	Desviación estándar
1,00	0,033	0,77	0,0003
2,00	0,054	0,76	0,0004
3,00	0,102	0,68	0,0007
4,00	0,133	0,22	0,0003
5,00	0,171	0,76	0,0013
6,00	0,199	0,58	0,0012

Tabla 6.- Resultados obtenidos para la recta de calibrado para manganeso.

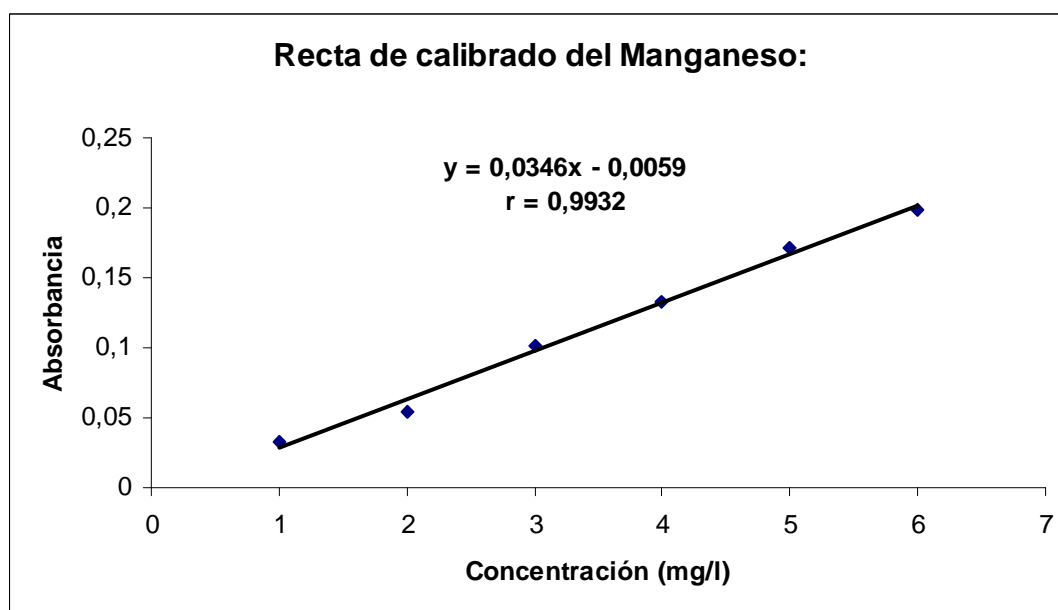


Figura 8.- Recta de calibrado para la determinación del manganeso.



3.6.3 Límite de detección

$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0002

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0346

$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times 0,0002}{0,0346} = 0,017 \text{ mg/l}$$

3.6.4 Límite de cuantificación

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0002

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0346

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times 0,0002}{0,0346} = 0,058 \text{ mg/l}$$



3.6.5 Lecturas de la absorbancia de manganeso en las muestras

Se procede a la lectura de la absorbancia de las muestras para manganeso en el espectrofotómetro. Por supuesto, se utilizan los mismos parámetros usados para la lectura de las muestras de la recta de calibrado. Los datos obtenidos son los siguientes:

Muestra	Absorbancia	Coef. Variación	Desviación estándar
1	0,031	0,62	0,0002
2	0,038	1,73	0,0007
3	0,030	1,47	0,0004
4	0,031	1,29	0,0004
5	0,026	0,84	0,0002
6	0,027	1,17	0,0003
7	0,036	0,49	0,0002
8	0,032	1,31	0,0004
9	0,032	0,48	0,0002
10	0,032	2,10	0,0006
11	0,034	0,12	0,0000
12	0,032	1,21	0,0004
13	0,024	1,22	0,0003
14	0,023	2,46	0,0006
15	0,028	0,18	0,0001

Tabla 7.- Lectura de la absorbancia para el manganeso.



3.6.6 Cálculo de las concentraciones de manganeso

Una vez obtenida la absorbancia, se aplica la fórmula calculada a partir de la recta de calibrado, para hallar la concentración de las muestras.

$$Y = \text{Absorbancia} = 0,0346 X - 0,0059$$

$$X = \text{Concentración (mg/l)} = (Y + 0,0059) / 0,0346$$

Los datos calculados son los siguientes:

Muestra	Concentración (mg/l):	Muestra	Concentración (mg/l):
1	1,070	9	1,102
2	1,270	10	1,103
3	1,040	11	1,154
4	1,072	12	1,105
5	0,922	13	0,860
6	0,951	14	0,842
7	1,212	15	0,983
8	1,103		

Tabla 8.- Cálculo de la concentración de manganeso en las muestras.



3.6.7 Adición de patrón

Para cada muestra, se toman 4 o 5 matraces de 5 ml. En todos ellos, se añaden:

- 4 ml de muestra
- Adición de Manganeso.

Según los datos bibliográficos, la linealidad de la recta se mantiene hasta valores cercanos a 6 mg/l. Por lo tanto, en este proyecto, se utilizan distintos rangos de concentración de potasio en las muestras para comprobarlo.

Se toman 2,5 ml de la disolución patrón de 1000 mg/l y se depositan en un matraz de 100 ml para de esta forma obtener una disolución de 25 mg/l en manganeso:

Esta disolución se usara para obtener las disoluciones de 1, 2, 3, 4 y 5 mg/l.

$$\text{Concentración} \times \text{Volumen} = \text{Concentración} \times \text{Volumen}$$

Todas las muestras:

- 1,00 mg/l:

$$25 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 1,00 \text{ mg/l} \times 5,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 0,2 \text{ ml}$$

- 2,00 mg/l

$$25 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 2,00 \text{ mg/l} \times 5,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 0,4 \text{ ml}$$

- 3,00 mg/l

$$25 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 3,00 \text{ mg/l} \times 5,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 0,6 \text{ ml}$$



➤ 4,00 mg/l

$$25 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 4,00 \text{ mg/l} \times 5,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 0,8 \text{ ml}$$

Muestra 3 y 11:

➤ 5,00 mg/l:

$$25 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 5,00 \text{ mg/l} \times 5,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 1,0 \text{ ml}$$

- Enrasar con agua destilada.

Se procede a la lectura de la absorbancia de las muestras para manganeso en el espectrofotómetro. Por supuesto, se utilizan los mismos parámetros usados para la lectura de las muestras de la recta de calibrado.

Los datos obtenidos son los siguientes:

Calibración por adición de patrón				
Muestra	Adición	Absorbancia	Coef. Variación	Desv. Estándar
1.0	0,00	0,014	2,66	0,0004
1.1	1,00	0,031	1,91	0,0006
1.2	2,00	0,051	0,64	0,0003
1.3	3,00	0,073	0,79	0,0006
1.4	4,00	0,091	0,89	0,0008
2.0	0,00	0,020	2,73	0,0006
2.1	1,00	0,036	1,37	0,0005
2.2	2,00	0,055	0,96	0,0005
2.3	3,00	0,074	0,30	0,0002
2.4	4,00	0,093	0,39	0,0004



Calibración por adición de patrón				
Muestra	Adición	Absorbancia	Coef. Variación	Desv. Estándar
3.0	0,00	0,020	1,42	0,0003
3.1	1,00	0,050	0,33	0,0002
3.2	2,00	0,070	0,73	0,0005
3.3	3,00	0,096	1,39	0,0013
3.4	4,00	0,116	0,21	0,0002
3.5	5,00	0,137	0,81	0,0011
4.0	0,00	0,020	2,20	0,0003
4.1	1,00	0,049	0,79	0,0002
4.2	2,00	0,068	0,60	0,0005
4.3	3,00	0,093	0,85	0,0013
4.4	4,00	0,119	0,14	0,0002
5.0	0,00	0,014	2,73	0,0002
5.1	1,00	0,031	1,37	0,0002
5.2	2,00	0,051	0,96	0,0004
5.3	3,00	0,071	0,30	0,0004
5.4	4,00	0,088	0,39	0,0010
6.0	0,00	0,019	2,12	0,0003
6.1	1,00	0,041	0,31	0,0003
6.2	2,00	0,069	0,63	0,0004
6.3	3,00	0,090	0,50	0,0005
6.4	4,00	0,118	0,68	0,0009



Calibración por adición de patrón				
Muestra	Adición	Absorbancia	Coef. Variación	Desv. Estándar
7.0	0,00	0,024	2,46	0,0003
7.1	1,00	0,046	0,62	0,0002
7.2	2,00	0,074	0,78	0,0005
7.3	3,00	0,096	0,52	0,0013
7.4	4,00	0,118	0,46	0,0002
8.0	0,00	0,021	1,31	0,0003
8.1	1,00	0,043	2,07	0,0003
8.2	2,00	0,070	3,54	0,0004
8.3	3,00	0,090	0,74	0,0005
8.4	4,00	0,113	0,31	0,0009
9.0	0,00	0,021	0,98	0,0003
9.1	1,00	0,043	1,58	0,0003
9.2	2,00	0,069	0,87	0,0004
9.3	3,00	0,093	0,81	0,0005
9.4	4,00	0,117	0,88	0,0009
10.0	0,00	0,016	0,98	0,0004
10.1	1,00	0,038	1,58	0,0007
10.2	2,00	0,054	0,87	0,0004
10.3	3,00	0,074	0,81	0,0007
10.4	4,00	0,093	0,88	0,0010



Calibración por adición de patrón				
Muestra	Adición	Absorbancia	Coef. Variación	Desv. Estándar
11.0	0,00	0,020	1,59	0,0003
11.1	1,00	0,050	0,73	0,0003
11.2	2,00	0,067	0,64	0,0004
11.3	3,00	0,090	0,55	0,0005
11.4	4,00	0,116	0,65	0,0009
11.5	5,00	0,136	0,79	0,0011
13.0	0,00	0,015	2,57	0,0003
13.1	1,00	0,036	1,36	0,0002
13.2	2,00	0,059	1,47	0,0008
13.3	3,00	0,081	1,12	0,0011
13.4	4,00	0,108	0,91	0,0008
14.0	0,00	0,013	2,66	0,0003
14.1	1,00	0,031	1,91	0,0004
14.2	2,00	0,050	0,64	0,0007
14.3	3,00	0,068	0,79	0,0008
14.4	4,00	0,090	0,89	0,0008
15.0	0,00	0,017	1,13	0,0006
15.1	1,00	0,041	0,75	0,0007
15.2	2,00	0,064	0,87	0,0004
15.3	3,00	0,087	0,54	0,0007
15.4	4,00	0,114	1,13	0,0005

Tabla 9.- Resultados obtenidos para la adición de manganeso.

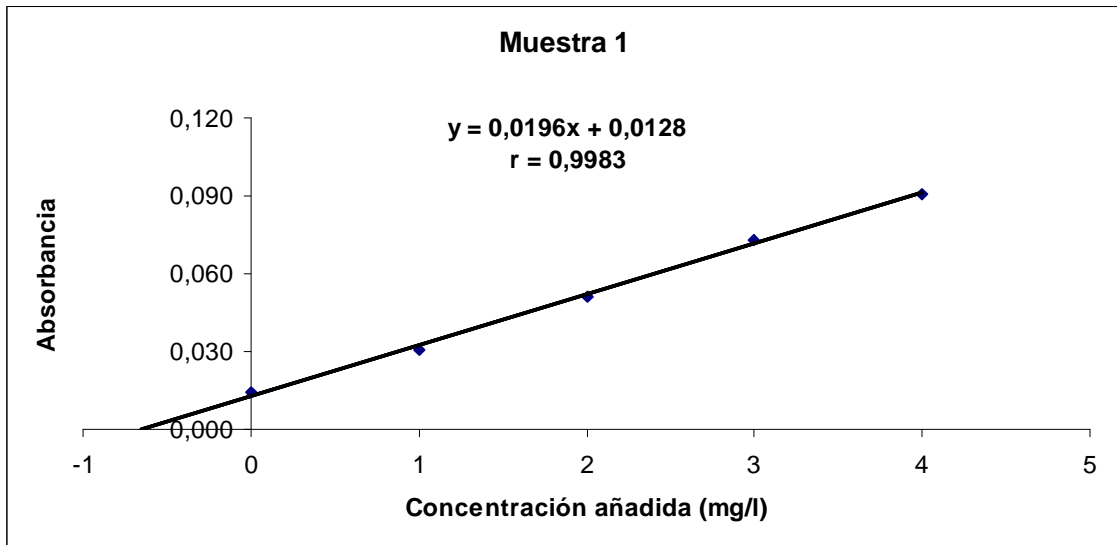


Figura 9.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 1.

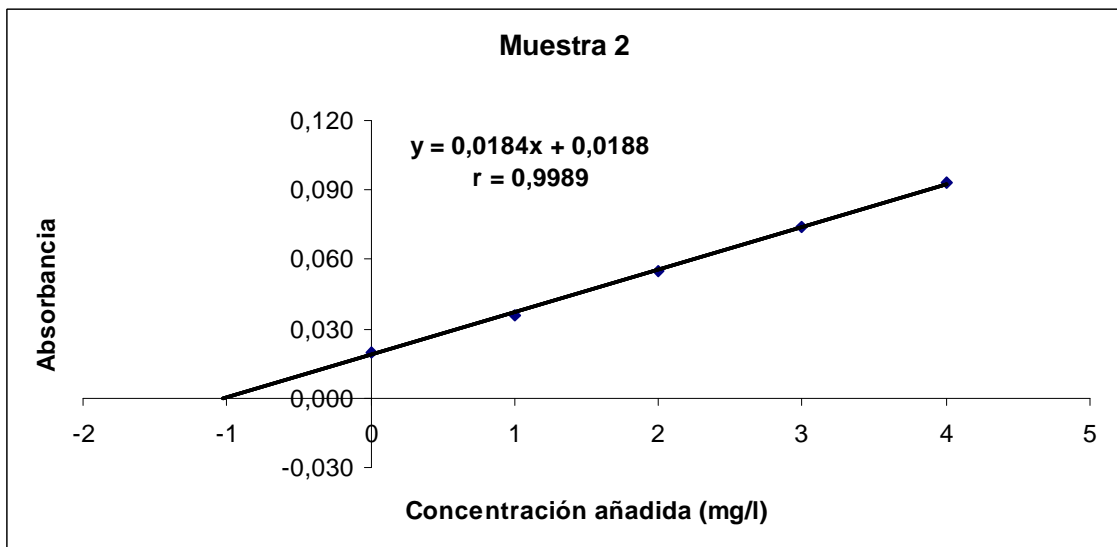


Figura 10.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 2.

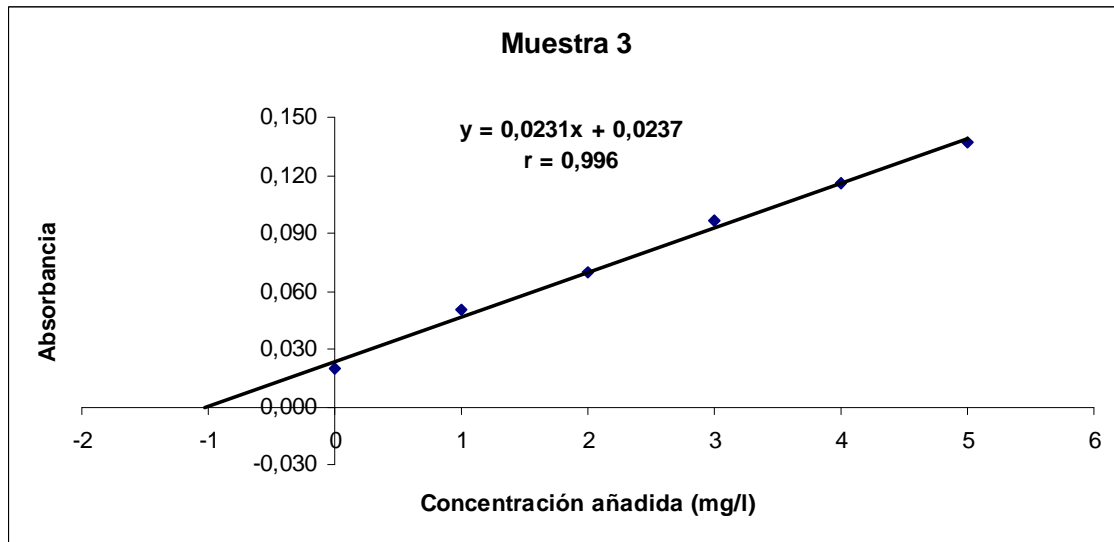


Figura 11.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 3.

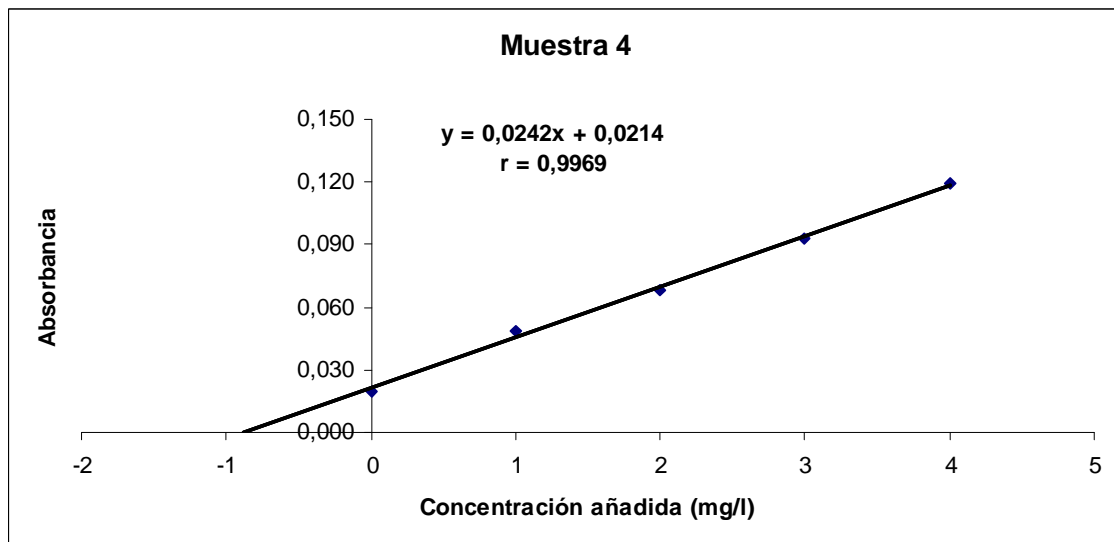


Figura 12.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 4.

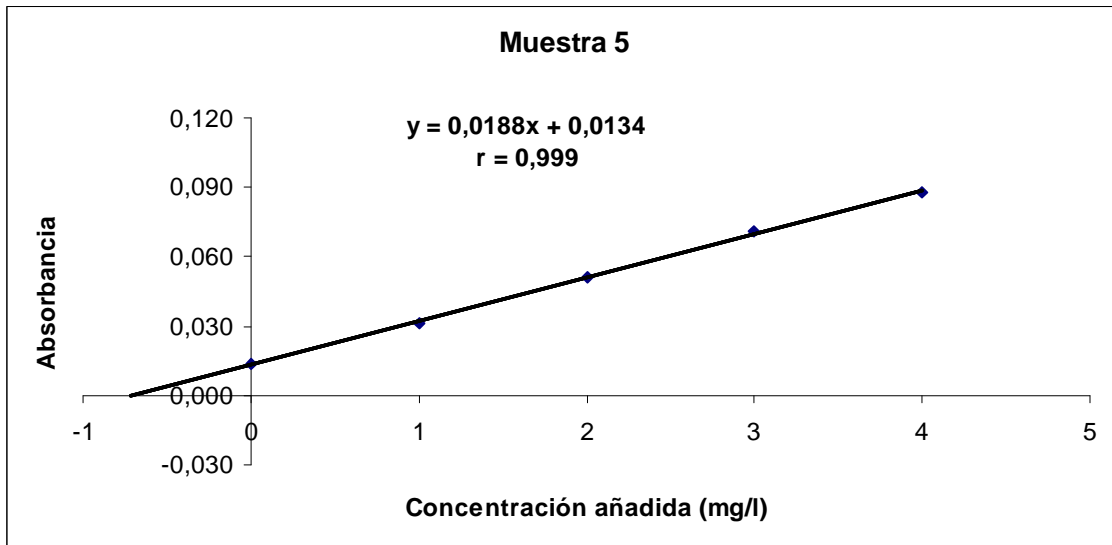


Figura 13.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 5.

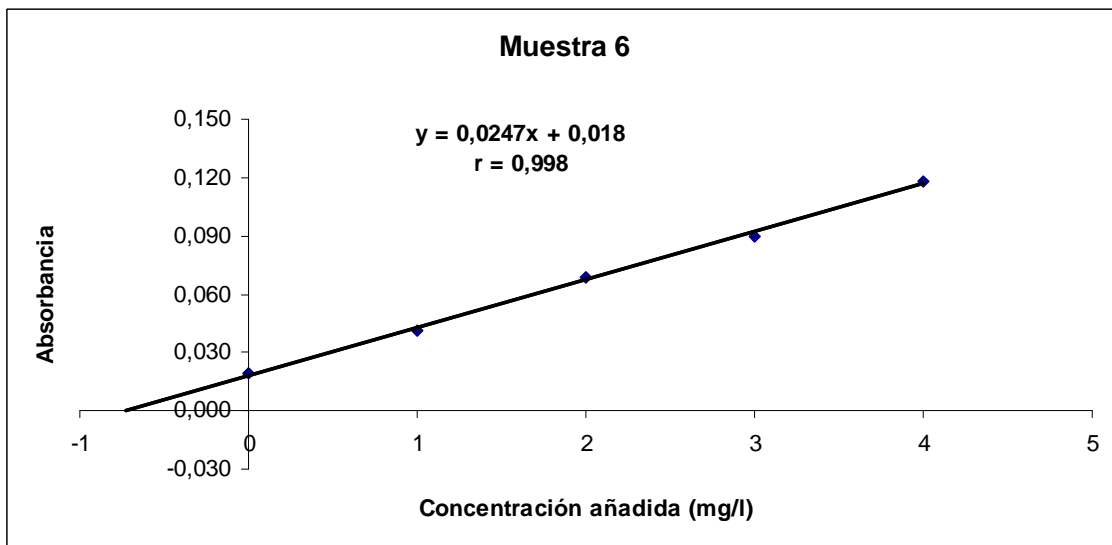


Figura 14.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 6.

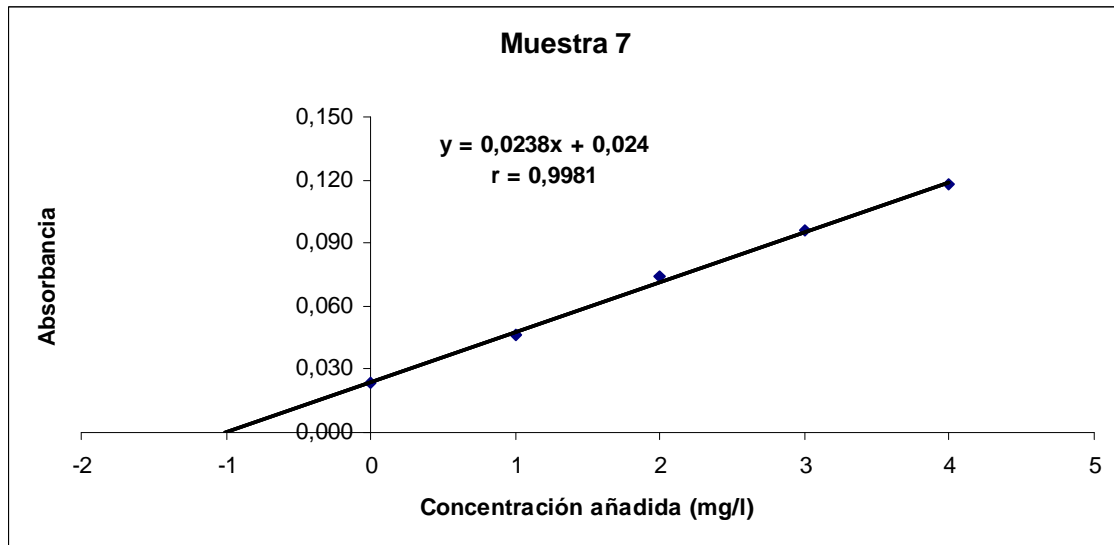


Figura 15.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 7.

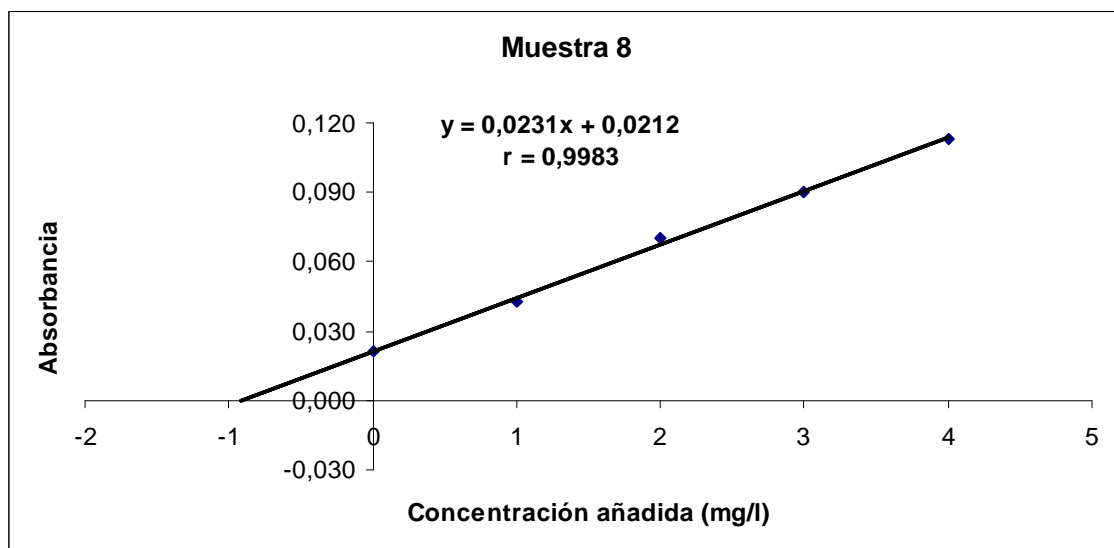


Figura 16.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 8.

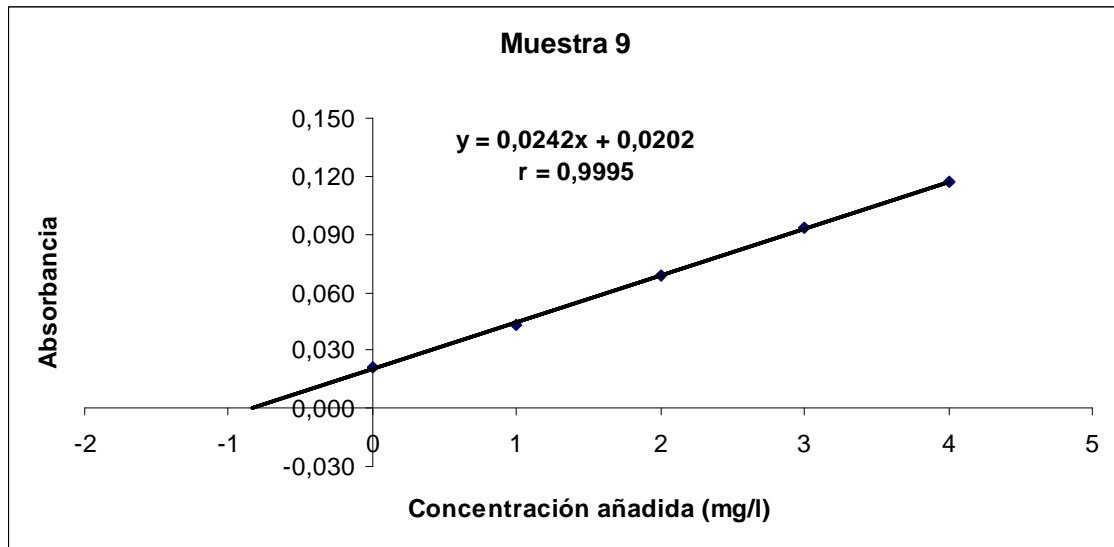


Figura 17.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 9.

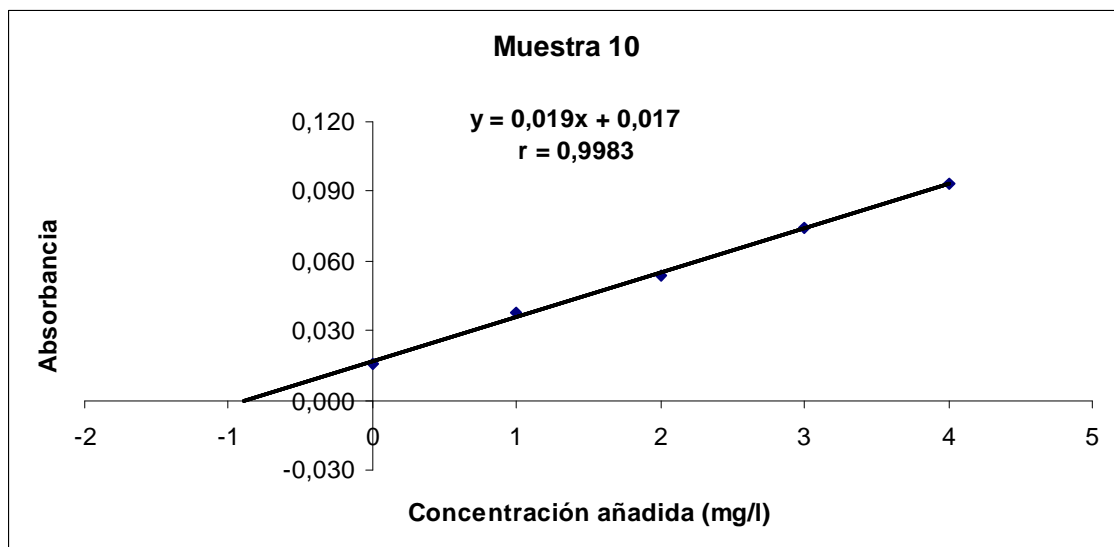


Figura 18.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 10.

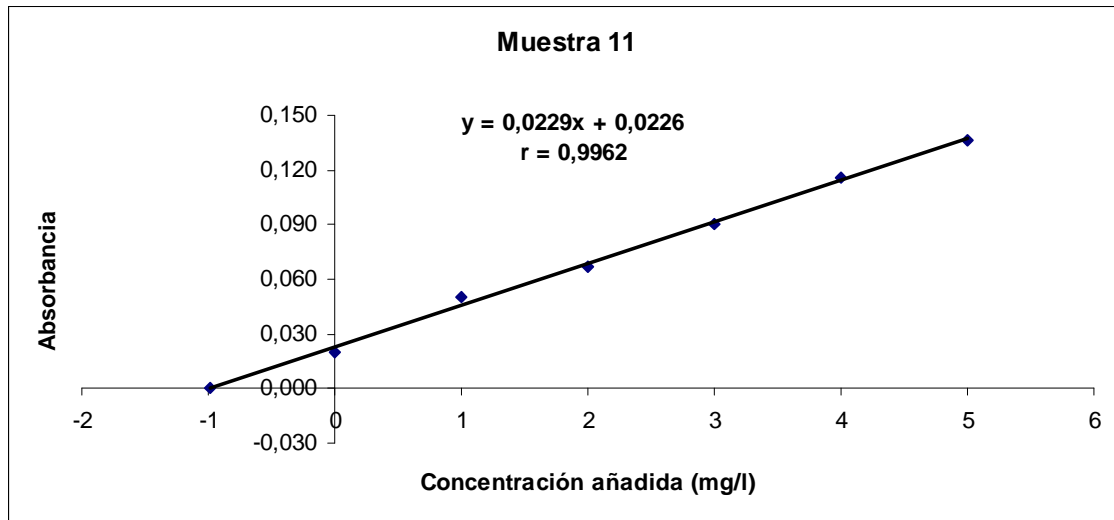


Figura 19.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 11.

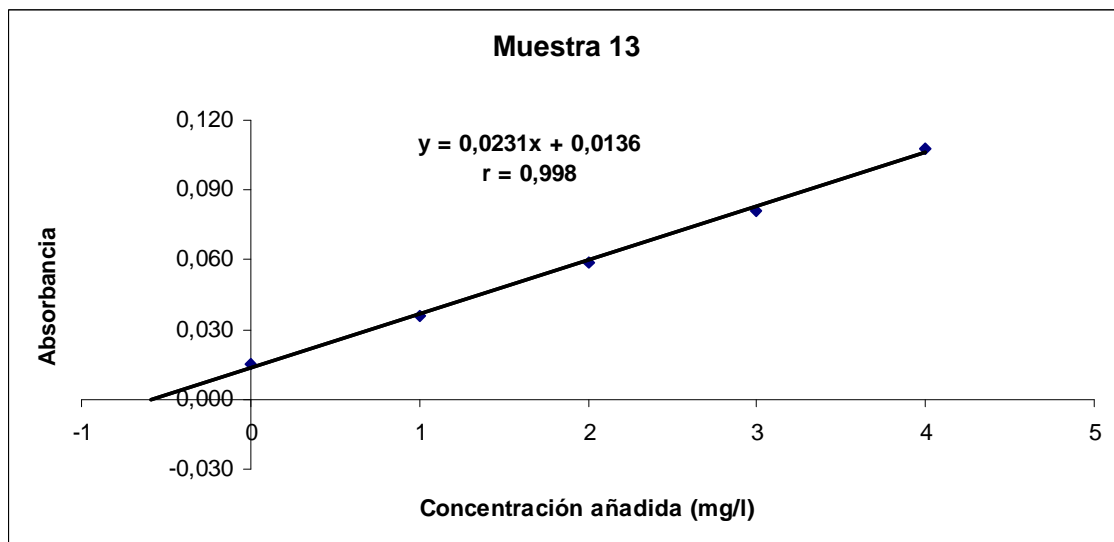


Figura 20.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 13.

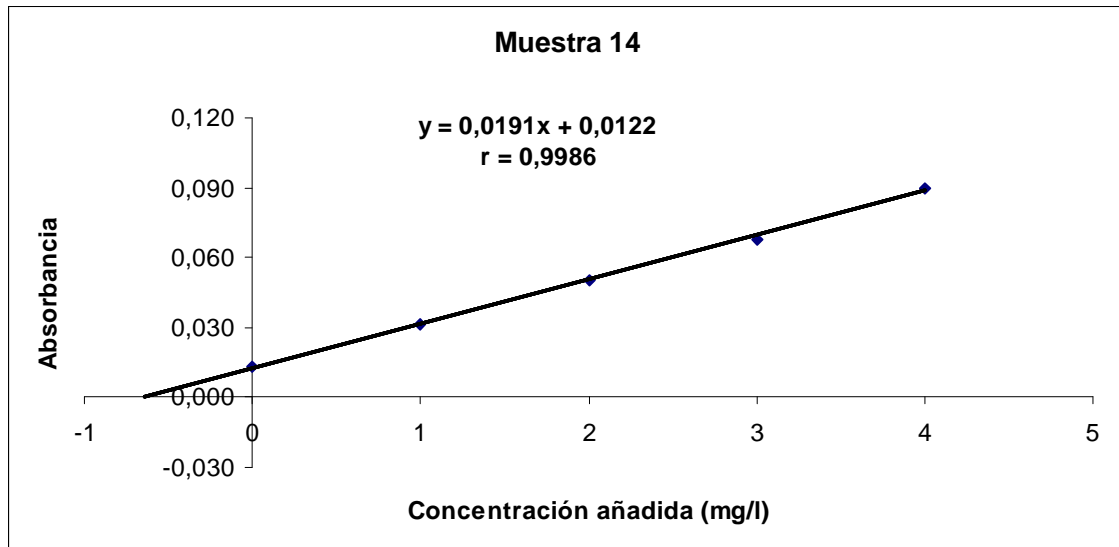


Figura 21.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 14.

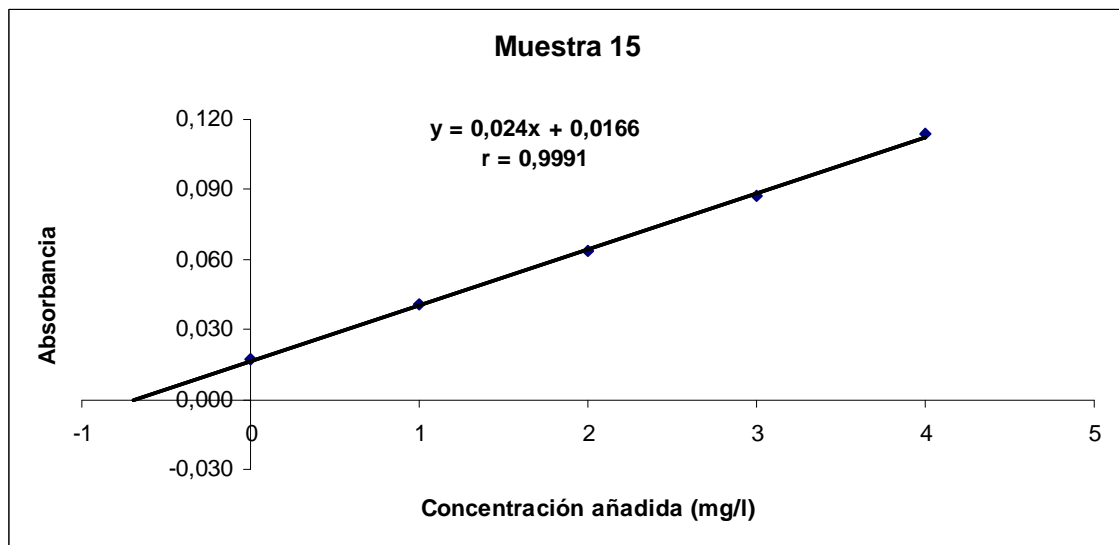


Figura 22.- Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 15.



Conocida la recta para cada muestra, se calcula el valor de X cuando $y=0$.

Al resultado de esa operación se le debe de aplicar el factor de dilución:

$$X x (5,0 \text{ ml totales} / 4,0 \text{ ml muestra}) = X x 1,25 = \text{Concentración (mg/l)}$$

Muestra	Resultado de la fórmula, cuando $y=0$	Concentración (mg/l)(x1,25)
1	0,653	0,816
2	1,022	1,278
3	1,026	1,283
4	0,884	1,105
5	0,713	0,891
6	0,729	0,991
7	1,008	1,261
8	0,918	1,148
9	0,835	1,044
10	0,895	1,119
11	0,990	1,238
13	0,589	0,736
14	0,639	0,799
15	0,692	0,865

Tabla 10.- Cálculo de la concentración en las muestras (adición de manganeso).



3.6.8 Agua de red

Para realizar la recta de calibrado, se utiliza el mismo procedimiento que para el caso de agua destilada. Se preparan 5 disoluciones con concentraciones en un intervalo desde 1,000 mg/l hasta 5,000 mg/l. El intervalo ha sido elegido a partir de datos bibliográficos que indican que para la longitud de onda introducida, la recta de calibrado se mantendrá lineal durante todo ese rango de concentraciones.

Para preparar las 5 disoluciones se dispone de una disolución patrón de manganeso de 1000 mg/l.

Se pipetea 10 ml de esta disolución patrón en un matraz de 100 ml y se enrasa con agua destilada. De esta manera, se obtiene una nueva disolución de 100 mg/l, que permite trabajar con mayor comodidad a la hora de preparar las disoluciones de la recta.

A partir de esta disolución se realizan los cálculos para saber que volumen debemos añadir a cada matraz de 100,0 ml, obteniendo de esta manera las concentraciones deseadas.

$$\text{Concentración} \times \text{Volumen} = \text{Concentración} \times \text{Volumen}$$

- 1,00 mg/l:

$$100 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 1,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 1,0 \text{ ml}$$

- 2,00 mg/l:

$$100 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 2,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 2,0 \text{ ml}$$



- 3,00 mg/l

$$100 \text{ mg/l} \times V_2 \text{ (ml)} = 3,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_2 \text{ (ml)} = 3,0 \text{ ml}$$

- 4,00 mg/l

$$100 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 4,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 4,0 \text{ ml}$$

- 5,00 mg/l

$$100 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 5,00 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 5,0 \text{ ml}$$

Así pues, a cada uno de los matraces se añade 1, 2, 3, 4 y 5 ml respectivamente.

Finalmente, se enrasan los matraces con agua destilada.

Una vez preparadas las disoluciones, y con los parámetros introducidos en el espectrofotómetro, se toman las medidas de absorbancia, obteniéndose los siguientes resultados:

Concentración (mg/l)	Absorbancia	Coefficiente de variación	Desviación estándar
1,00	0,023	1,20	0,0003
2,00	0,042	0,92	0,0004
3,00	0,065	0,45	0,0003
4,00	0,086	0,64	0,0006
5,00	0,107	0,53	0,0007

Tabla 11.-Recta de calibrado para manganeso (Agua de red).

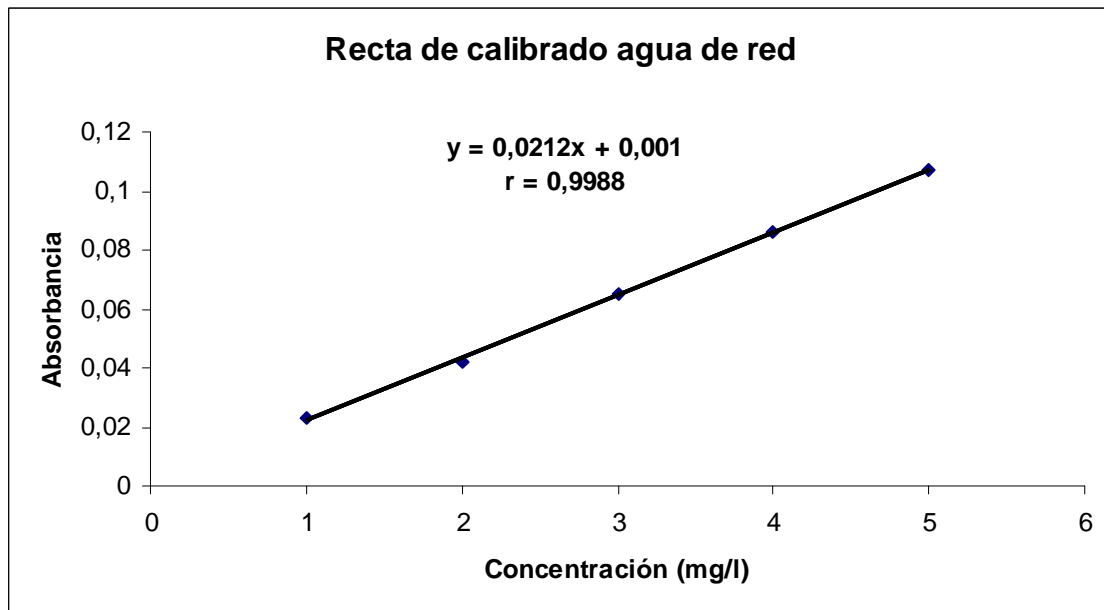


Figura 23.- Recta de calibrado para el manganeso con agua de red.



$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0003

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0212

$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times 0,0003}{0,0212} = 0,042 \text{ mg/l}$$

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0003

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0212

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times 0,0003}{0,0212} = 0,142 \text{ mg/l}$$



Se procede a la lectura de la absorbancia de las muestras para manganeso en el espectrofotómetro. Por supuesto, se utilizan los mismos parámetros usados para la lectura de las muestras de la recta de calibrado. La diferencia radica en que las muestras se preparan en agua de red.

Los datos obtenidos son los siguientes:

Muestra	Absorbancia	Coef. variación	Desviación estándar
1	0,030	1,34	0,0004
2	0,043	1,25	0,0007
3	0,025	1,16	0,0001
4	0,032	0,28	0,0001
5	0,022	0,74	0,0002
6	0,027	2,51	0,0004
7	0,037	2,13	0,0008
8	0,041	1,09	0,0004
9	0,043	0,70	0,0003
10	0,045	0,73	0,0003
11	0,021	0,99	0,0002
13	0,018	2,69	0,0005
14	0,040	0,42	0,0002
15	0,025	1,16	0,0001
16	0,027	1,87	0,0005
17	0,017	1,90	0,0003

Tabla 12.-Lectura de la absorbancia para el manganeso (Agua de red).



Una vez obtenida la absorbancia, se aplica la fórmula calculada a partir de la recta de calibrado, para hallar la concentración de las muestras.

$$Y = \text{Absorbancia} = 0,0212 X + 0,0010$$

$$X = \text{Concentración (mg/l)} = (Y - 0,0010) / 0,0212$$

Los datos calculados son los siguientes:

Muestra	Concentración (mg/l):	Muestra	Concentración (mg/l):
1	1,370	9	1,980
2	1,982	10	2,082
3	1,133	11	0,940
4	1,464	13	0,800
5	0,990	14	1,840
6	1,235	15	1,132
7	1,700	16	1,233
8	1,890	17	0,750

Tabla 13.-Concentración de manganeso en las muestras (Agua de red).



3.7 DETERMINACIÓN DE POTASIO

3.7.1 Parámetros instrumentales utilizados

Para obtener la mayor sensibilidad posible, se introducen los parámetros teóricos en el espectrofotómetro de absorción atómica^[9]. Una vez introducidos, se hace variar ligeramente la longitud de onda para comprobar cual es el valor que ofrece una mayor sensibilidad, así como la posición de la lámpara. De esta manera, también se optimiza el caudal de aire y el de acetileno, así como, la altura y profundidad del mechero. Los parámetros finalmente utilizados han sido los siguientes:

Parámetros instrumentales:	
Longitud de onda:	403,1 nm
Caudal de aire:	30 u.a.
Caudal de acetileno:	10 u.a.
Altura del mechero:	8-9 u.a.
Profundidad del mechero:	8 u.a.
Anchura de la rendija:	0,7 nm
Intensidad de la lámpara:	12 mA

Tabla 14.-Parámetros utilizados para la determinación de potasio.



3.7.2 Recta de calibrado

Para realizar la recta de calibrado^[10], se preparan 5 disoluciones con concentraciones en un intervalo desde 50,0 mg/l hasta 250,0 mg/l. El intervalo ha sido elegido a partir de datos bibliográficos que indican que para la longitud de onda introducida, la recta de calibrado se mantendrá lineal durante todo ese rango de concentraciones.

Para preparar las 5 disoluciones se dispone de una disolución patrón de potasio de 1000 mg/l.

A partir de esta disolución se realizan los cálculos para saber que cantidad debemos añadir a cada matraz de 50,0 ml, obteniendo de esta manera las concentraciones deseadas.

$$\text{Concentración} \times \text{Volumen} = \text{Concentración} \times \text{Volumen}$$

- 50,00 mg/l:

$$1000 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 50,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 5,0 \text{ ml}$$

- 100,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_2 \text{ (ml)} = 100,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_2 \text{ (ml)} = 10 \text{ ml}$$

- 150,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 150,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 15 \text{ ml}$$



- 200,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_4 \text{ (ml)} = 200,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_4 \text{ (ml)} = 20 \text{ ml}$$

- 250,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_5 \text{ (ml)} = 250,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_5 \text{ (ml)} = 25 \text{ ml}$$

Así pues, a cada uno de los matraces se añade 5, 10, 15, 20 y 25 ml, respectivamente, de la disolución patrón de potasio de 1000 mg/l.

A continuación, se adicionan en todos los matraces 5 ml de cloruro de lantano (2% m/v). Con esto se consigue que la disolución contenga un 0,2% en lantano.

Finalmente, se enrasan los matraces con agua destilada.

Una vez preparadas las disoluciones, y con los parámetros introducidos en el espectrofotómetro, se toman las medidas de absorbancia, obteniéndose los siguientes resultados:

Concentración (mg/l)	Absorbancia	Coefficiente de variación	Desviación estándar
50,00	0,017	4,42	0,0008
100,00	0,034	1,82	0,0006
150,00	0,045	2,78	0,0013
200,00	0,067	0,32	0,0002
250,00	0,086	1,75	0,0015

Tabla 15.-Resultados obtenidos para la recta de calibrado para potasio.

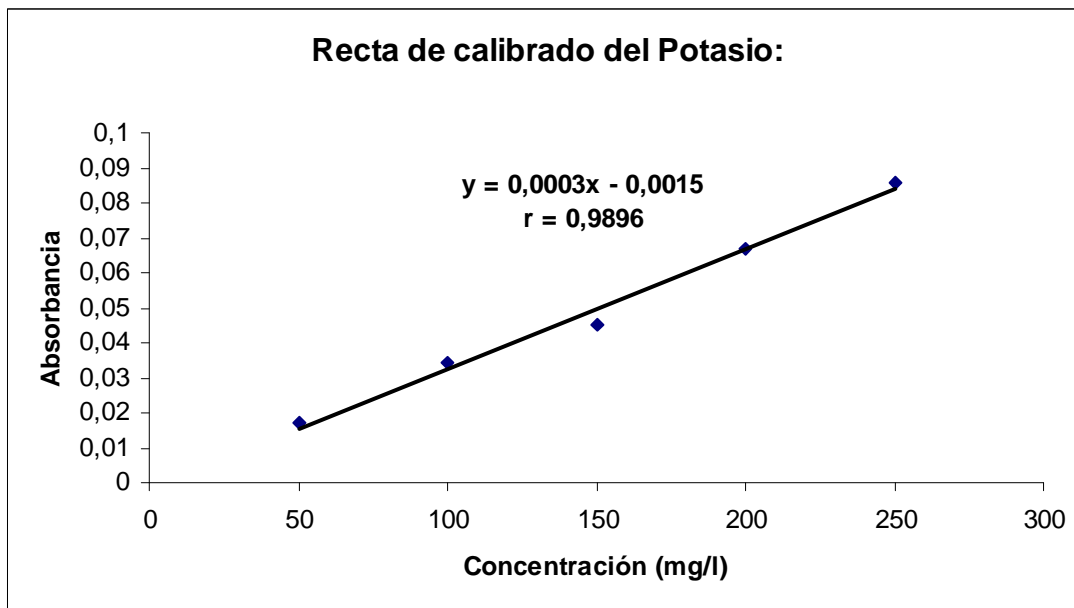


Figura 24.- Recta de calibrado para la determinación del potasio.



3.7.3 Límite de detección

$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0007

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0003

$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times 0,0007}{0,0003} = 7,000 \text{ mg/l}$$

3.7.4 Límite de cuantificación

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0007

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0003

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times 0,0007}{0,0003} = 23.33 \text{ mg/l}$$



3.7.5 Lecturas de la absorbancia de potasio en las muestras

Se procede a la lectura de la absorbancia de las muestras para potasio en el espectrofotómetro. Por supuesto, se utilizan los mismos parámetros usados para la lectura de las muestras de la recta de calibrado. Los datos obtenidos son los siguientes:

Muestra	Absorbancia	Coef. variación	Desviación estándar
1	0,066	1,68	0,0011
2	0,060	1,17	0,0007
3	0,047	2,27	0,0011
4	0,054	1,47	0,0008
5	0,053	3,92	0,0021
6	0,046	3,79	0,0017
7	0,046	2,93	0,0013
8	0,073	2,82	0,0020
9	0,059	0,47	0,0003
10	0,061	3,17	0,0019
11	0,052	1,81	0,0010
12	0,049	3,39	0,0017
13	0,063	1,63	0,0010
14	0,060	0,13	0,0001
15	0,049	4,38	0,0021

Tabla 16.-Lectura de la absorbancia para el potasio.



3.7.6 Cálculo de las concentraciones de potasio

Para determinar el potasio, no se realizan las medidas directamente sobre las muestras, ya que se deben eliminar las posibles interferencias, y diluir para adecuar la concentración al rango lineal. Para ello, con cada muestra, se utiliza un matraz de 25 ml, en los que se añaden:

- 2 ml de muestra.
- 2,5 ml de cloruro de lantano. (2% m/v)
- Enrasar con agua destilada.

Posteriormente se realizan las mediciones.

Una vez obtenida la absorbancia, se aplica la fórmula calculada a partir de la recta de calibrado, para hallar la concentración de las muestras.

$$Y = \text{Absorbancia} = 0,0003 X - 0,0015$$

$$X = (Y + 0,0015) / 0,0003$$

Una vez hallado el resultado de la formula, se debe aplicar el factor de dilución.

$$X x (25,0 \text{ ml totales} / 2,0 \text{ ml muestra}) = X x 12,5 = \text{Concentración (mg/l)}$$



Los datos calculados son los siguientes:

Muestra	Resultado fórmula:	Concentración (mg/l):
1	225,0	2813
2	205,0	2563
3	161,7	2021
4	185,0	2313
5	181,7	2271
6	158,3	1979
7	158,3	1979
8	248,3	3104
9	201,7	2521
10	208,3	2604
11	178,3	2229
12	168,3	2104
13	215,0	2688
14	205,0	2563
15	168,3	2104

Tabla 17.-Cálculo de la concentración de potasio en las muestras.



3.7.7 Adición de patrón

Para cada muestra, se toman 5 matraces de 50 ml. En todos ellos, se añaden:

- 1 ml de muestra
- 5 ml de cloruro de lantano (2% m/v).
- Adición de Potasio.

Según los datos bibliográficos, la linealidad de la recta se mantiene hasta valores superiores a 400 mg/l. Por lo tanto, en este proyecto, se utilizan distintos rangos de concentración de potasio en las muestras para comprobarlo. Se utilizará la disolución patrón de 1000 mg/l, y otra de 500 mg/l (Para la muestra 5 y 6).

Muestra 1, 2 y 3:

$$\text{Concentración} \times \text{Volumen} = \text{Concentración} \times \text{Volumen}$$

- 50,0 mg/l:

$$1000 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 50,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 2,5 \text{ ml}$$

- 100,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_2 \text{ (ml)} = 100,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_2 \text{ (ml)} = 5,0 \text{ ml}$$

- 150,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 150,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 7,5 \text{ ml}$$



- 200,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_4 \text{ (ml)} = 200,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_4 \text{ (ml)} = 10 \text{ ml}$$

Muestra 4, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 y 15:

Concentración x Volumen = Concentración x Volumen

- 40,0 mg/l:

$$1000 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 40,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 2,0 \text{ ml}$$

- 80,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_2 \text{ (ml)} = 80,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_2 \text{ (ml)} = 4,0 \text{ ml}$$

- 120,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 120,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 6,0 \text{ ml}$$

- 200,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_4 \text{ (ml)} = 160,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_4 \text{ (ml)} = 8,0 \text{ ml}$$



Muestra 5:

$$\text{Concentración} \times \text{Volumen} = \text{Concentración} \times \text{Volumen}$$

- 100,0 mg/l:

$$500 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 100,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 10 \text{ ml}$$

- 200,0 mg/l

$$500 \text{ mg/l} \times V_2 \text{ (ml)} = 200,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_2 \text{ (ml)} = 20 \text{ ml}$$

- 300,0 mg/l

$$500 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 300,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 30 \text{ ml}$$

- 400,0 mg/l

$$500 \text{ mg/l} \times V_4 \text{ (ml)} = 400,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_4 \text{ (ml)} = 40 \text{ ml}$$

Muestra 6:

$$\text{Concentración} \times \text{Volumen} = \text{Concentración} \times \text{Volumen}$$

- 50,00 mg/l:

$$500 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 50,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 5,0 \text{ ml}$$



➤ 100,0 mg/l

$$500 \text{ mg/l} \times V_2 \text{ (ml)} = 100,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_2 \text{ (ml)} = 10 \text{ ml}$$

➤ 150,0 mg/l

$$500 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 150,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 15 \text{ ml}$$

➤ 200,0 mg/l

$$500 \text{ mg/l} \times V_4 \text{ (ml)} = 200,0 \text{ mg/l} \times 50,0 \text{ ml}$$

$$V_4 \text{ (ml)} = 20 \text{ ml}$$

- Enrasar con agua destilada.

Se procede a la lectura de la absorbancia de las muestras para potasio en el espectrofotómetro. Por supuesto, se utilizan los mismos parámetros usados para la lectura de las muestras de la recta de calibrado.

Los datos obtenidos son los siguientes:

Calibración por adición de patrón				
Muestra	Adición	Absorbancia	Coef. Variación	Desv. Estándar
1.0	0,00	0,012	4,28	0,0005
1.1	50,0	0,030	0,73	0,0002
1.2	100	0,050	1,35	0,0007
1.3	150	0,065	0,87	0,0006
1.4	200	0,086	0,20	0,0002



Calibración por adición de patrón				
Muestra	Adición	Absorbancia	Coef. Variación	Desv. Estándar
2.0	0,00	0,012	3,56	0,0004
2.1	50,0	0,031	3,57	0,0011
2.2	100	0,045	1,29	0,0006
2.3	150	0,065	1,96	0,0013
2.4	200	0,061	1,43	0,0009
3.0	0,00	0,009	3,70	0,0003
3.1	50,0	0,027	0,21	0,0001
3.2	100	0,043	0,41	0,0002
3.3	150	0,062	1,10	0,0007
3.4	200	0,081	0,55	0,0004
4.0	0,00	0,011	8,79	0,0010
4.1	40,0	0,022	4,32	0,0010
4.2	80,0	0,032	3,60	0,0010
4.3	120	0,047	3,02	0,0014
4.4	160	0,060	4,37	0,0026
5.0	0,00	0,011	6,71	0,0015
5.1	100	0,038	4,33	0,0017
5.2	200	0,073	3,07	0,0022
5.3	300	0,104	1,09	0,0011
5.4	400	0,135	3,64	0,0049



Calibración por adición de patrón				
Muestra	Adición	Absorbancia	Coef. Variación	Desv. Estándar
6.0	0,00	0,009	7,24	0,0006
6.1	50,0	0,025	2,36	0,0006
6.2	100	0,040	2,38	0,0009
6.3	150	0,055	2,63	0,0014
6.4	200	0,071	2,80	0,0020
7.0	0,00	0,010	7,47	0,0070
7.1	40,0	0,020	7,82	0,0016
7.2	80,0	0,031	7,54	0,0023
7.3	120	0,041	5,02	0,0021
7.4	160	0,055	3,71	0,0021
8.0	0,00	0,014	6,21	0,0009
8.1	40,0	0,027	10,79	0,0010
8.2	80,0	0,035	5,30	0,0015
8.3	120	0,050	2,23	0,0011
8.4	160	0,059	0,522	0,0003
9.0	0,00	0,002	2,03	0,0006
9.1	40,0	0,003	1,36	0,0004
9.2	80,0	0,004	1,89	0,0008
9.3	120	0,005	1,14	0,0006
9.4	160	0,007	0,71	0,0005



Calibración por adición de patrón				
Muestra	Adición	Absorbancia	Coef. Variación	Desv. Estándar
10.0	0,00	0,001	1,31	0,0002
10.1	40,0	0,002	1,48	0,0004
10.2	80,0	0,004	0,98	0,0004
10.3	120	0,005	1,66	0,0009
10.4	160	0,007	0,82	0,0005
11.0	0,00	0,001	4,13	0,0005
11.1	40,0	0,002	2,51	0,0006
11.2	80,0	0,004	1,71	0,0006
11.3	120	0,005	1,65	0,0008
11.4	160	0,006	1,38	0,0009
12.0	0,00	0,001	3,03	0,0004
12.1	40,0	0,002	1,20	0,0003
12.2	80,0	0,004	2,26	0,0008
12.3	120	0,005	1,82	0,0009
12.4	160	0,006	0,50	0,0005
13.0	0,00	0,001	3,33	0,0004
13.1	40,0	0,003	2,55	0,0006
13.2	80,0	0,004	1,67	0,0007
13.3	120	0,005	1,94	0,0010
13.4	160	0,006	0,73	0,0005



Calibración por adición de patrón				
Muestra	Adición	Absorbancia	Coef. Variación	Desv. Estándar
14.0	0,00	0,001	5,61	0,0008
14.1	40,0	0,002	4,46	0,0011
14.2	80,0	0,004	3,20	0,0012
14.3	120	0,005	1,13	0,0006
14.4	160	0,007	0,94	0,0006
15.0	0,00	0,001	6,24	0,0006
15.1	40,0	0,002	5,09	0,0011
15.2	80,0	0,003	1,71	0,0006
15.3	120	0,005	1,32	0,0006
15.4	160	0,006	1,52	0,0009



Punto eliminado de la gráfica, porque se desvía demasiado de la linealidad.

Tabla 18.-Resultados obtenidos para la adición de potasio.

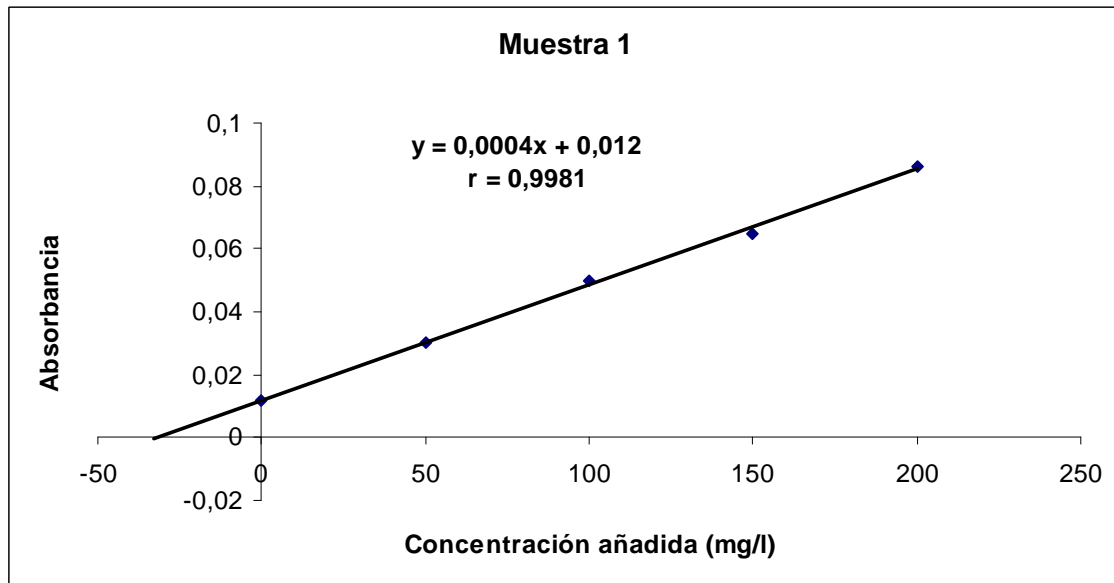


Figura 25.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 1.

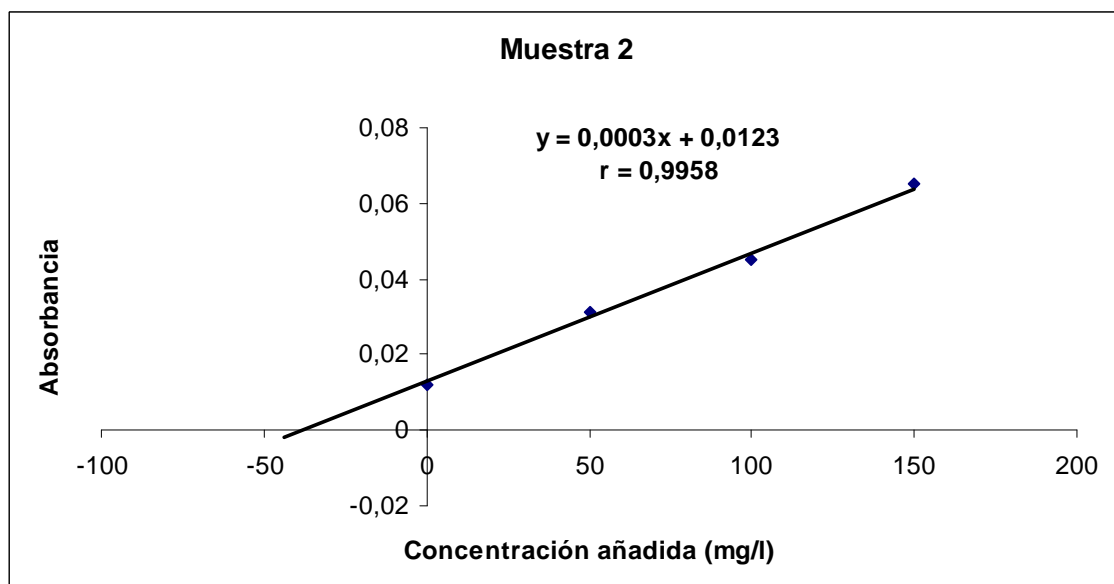


Figura 26.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 2.

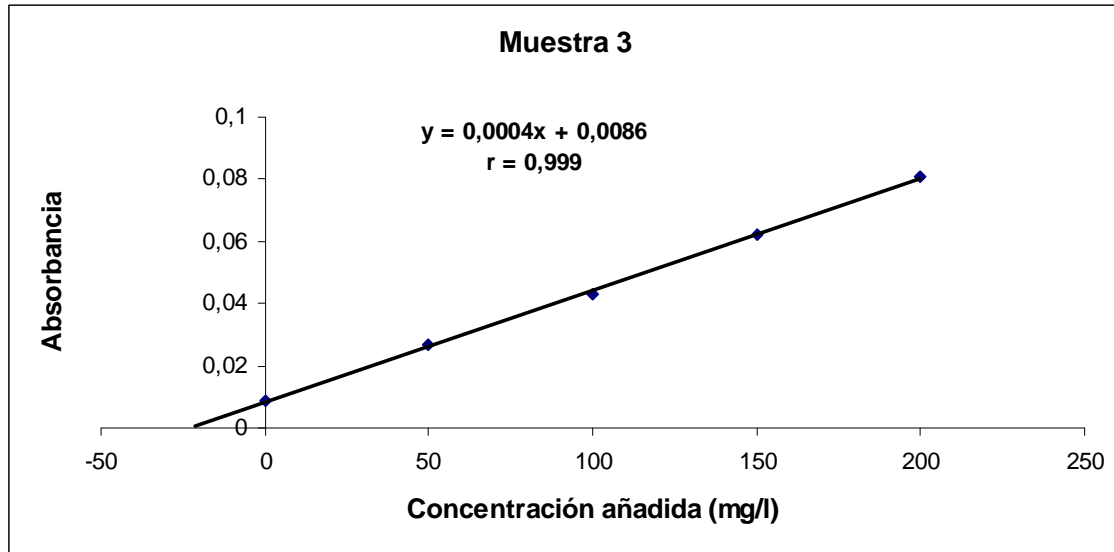


Figura 27.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 3.

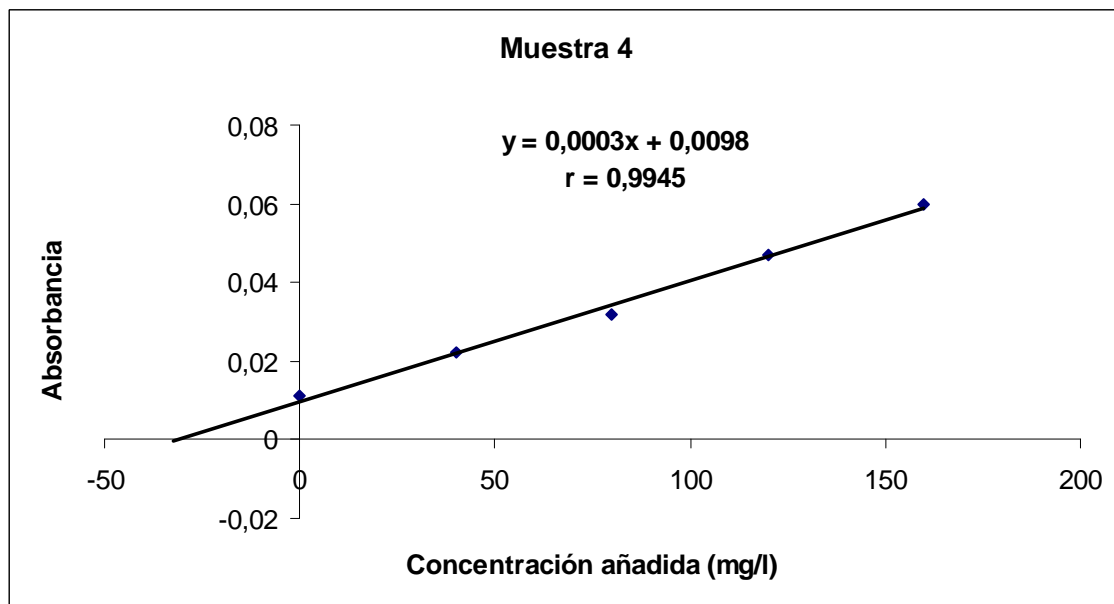


Figura 28.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 4.

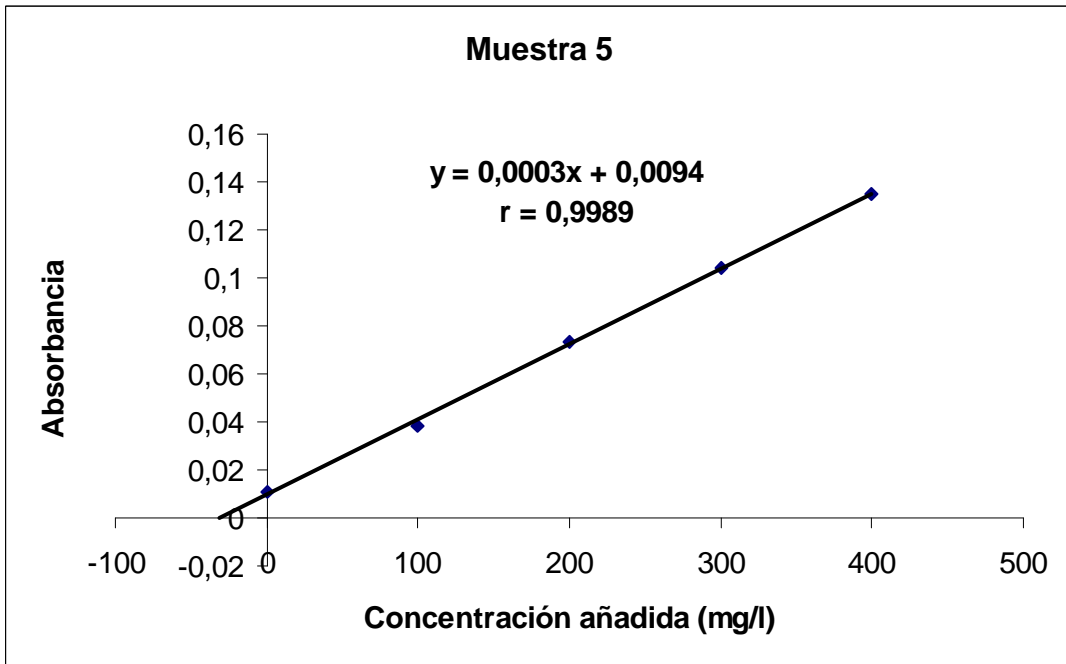


Figura 29.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 5.

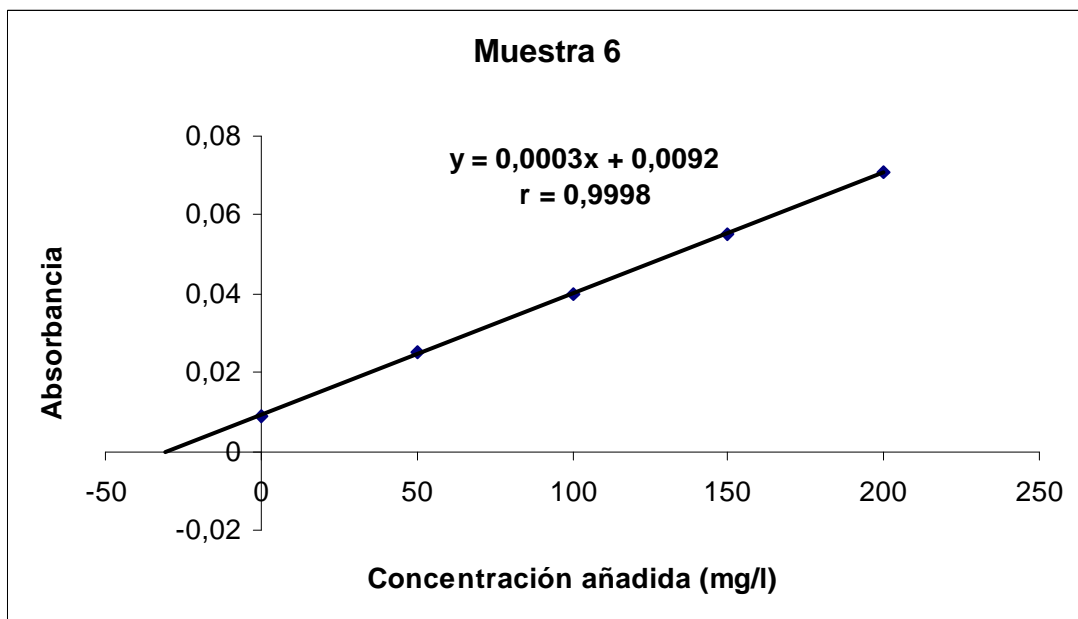


Figura 30.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 6.

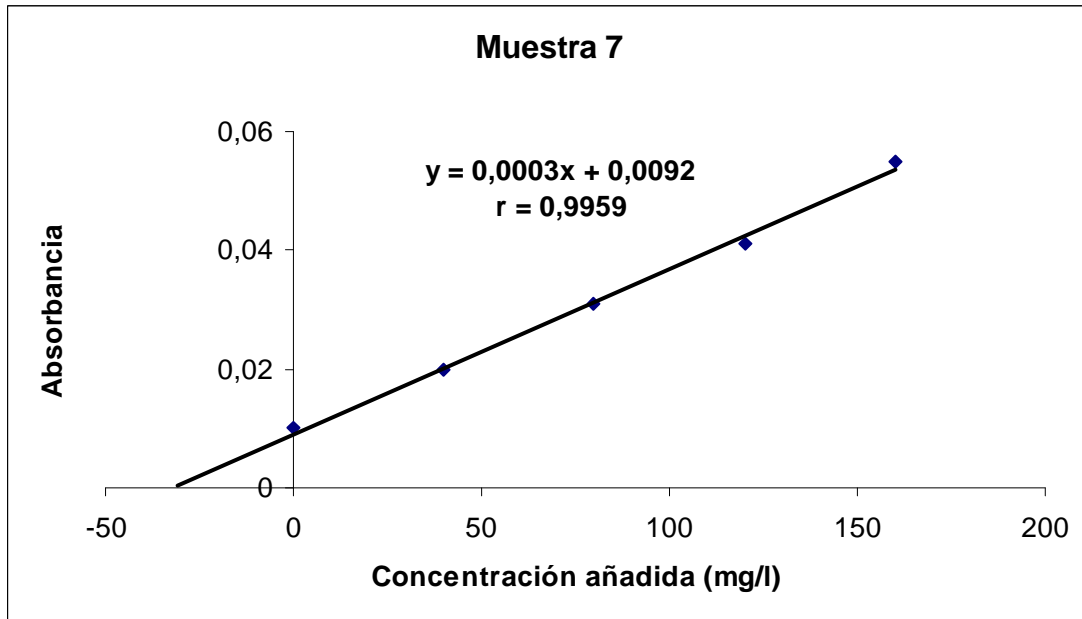


Figura 31.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 7.

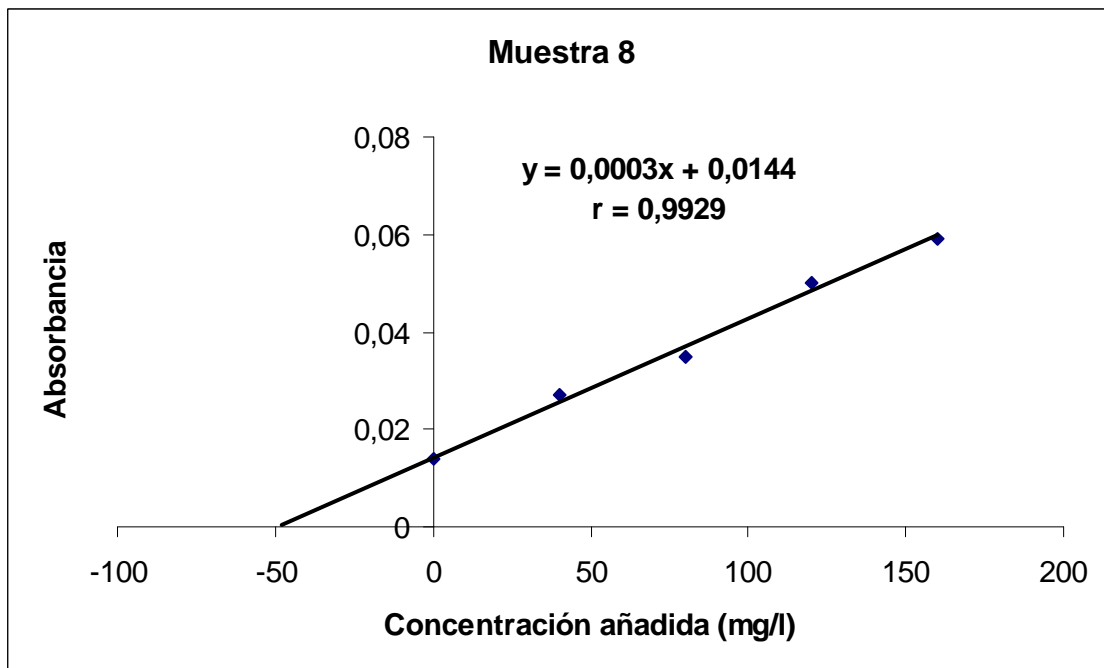


Figura 32.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 8.

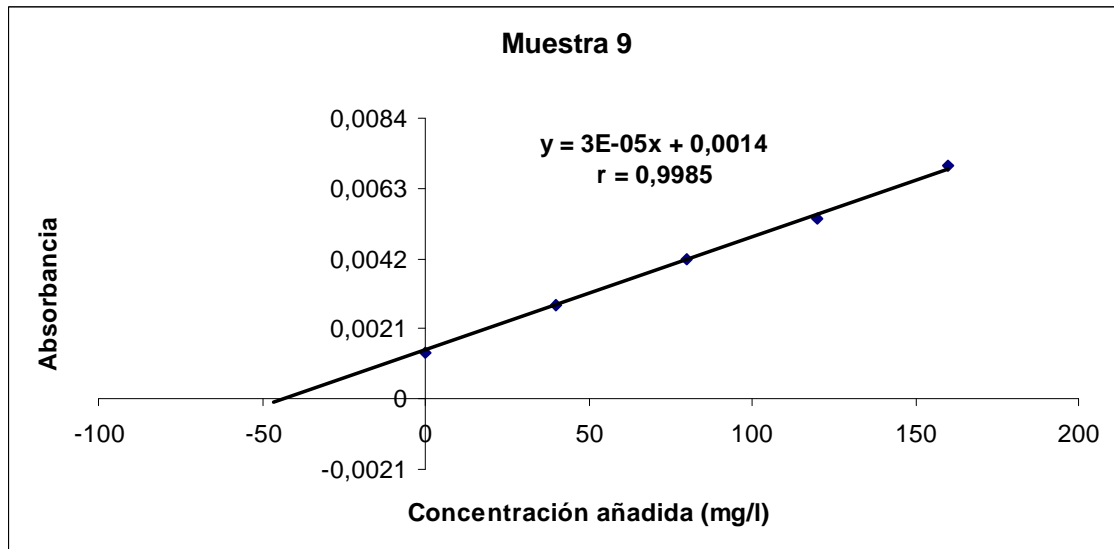


Figura 33.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 9.

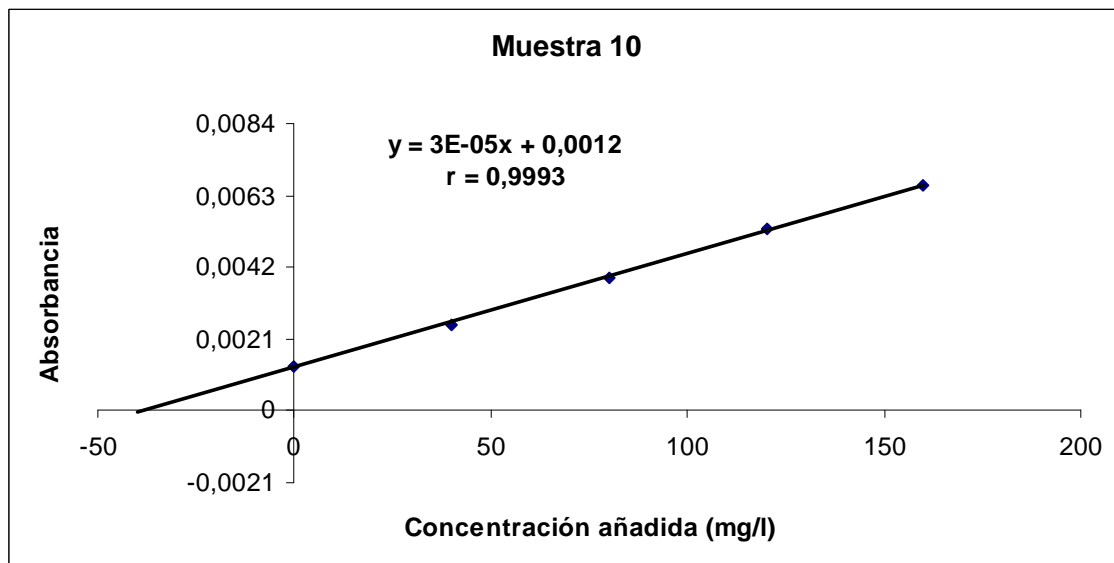


Figura 34.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 10.

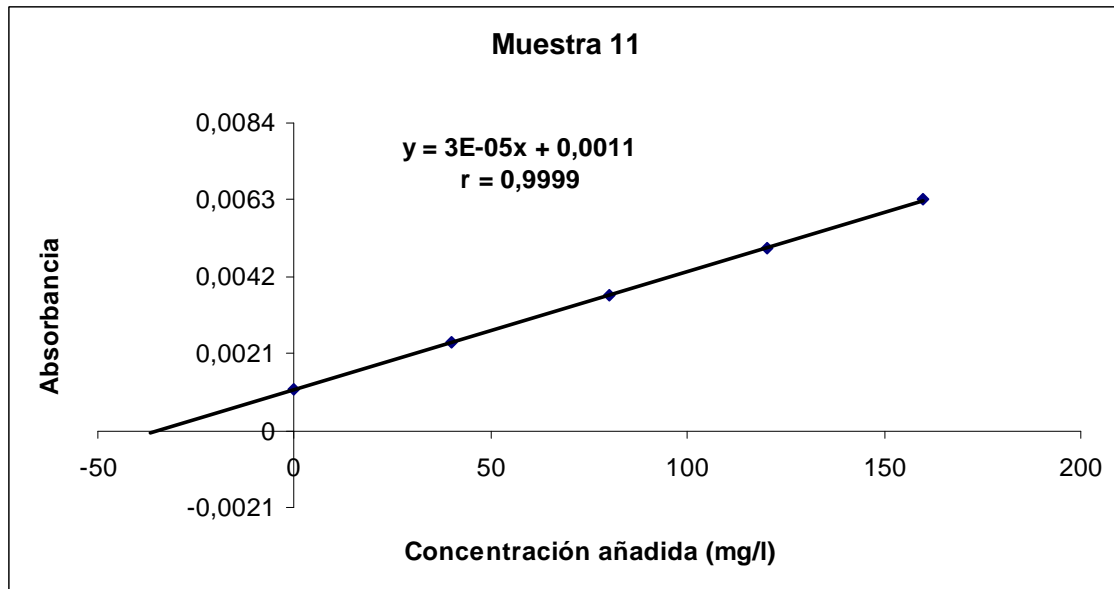


Figura 35.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 11.

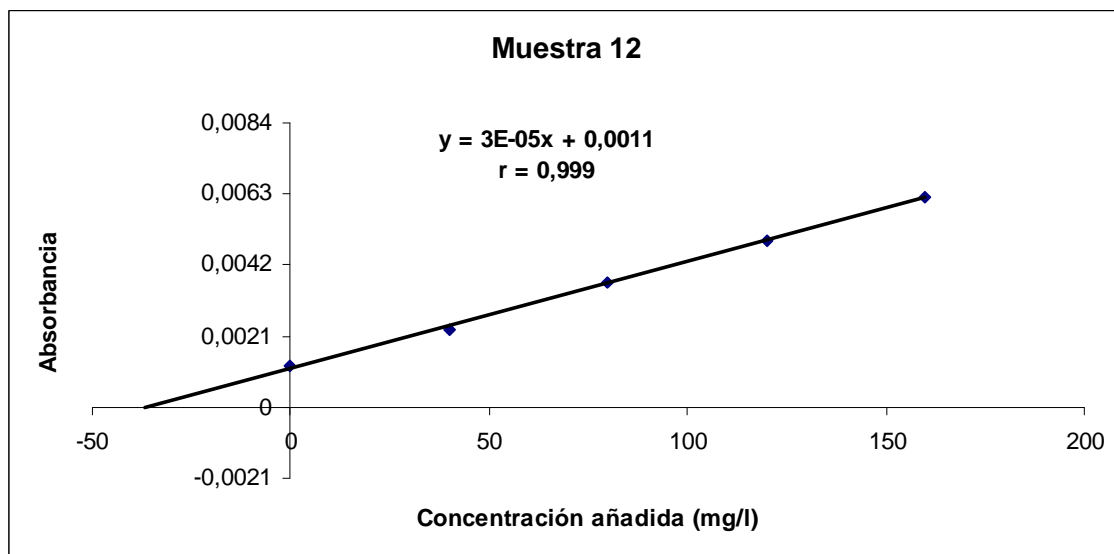


Figura 36.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 12.

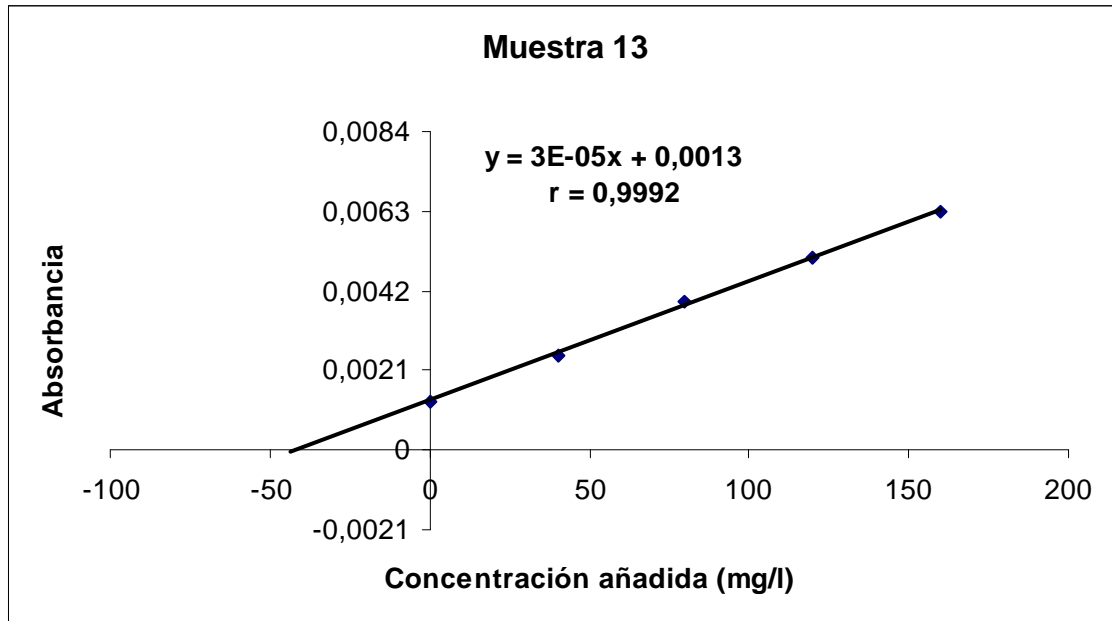


Figura 37.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 13.

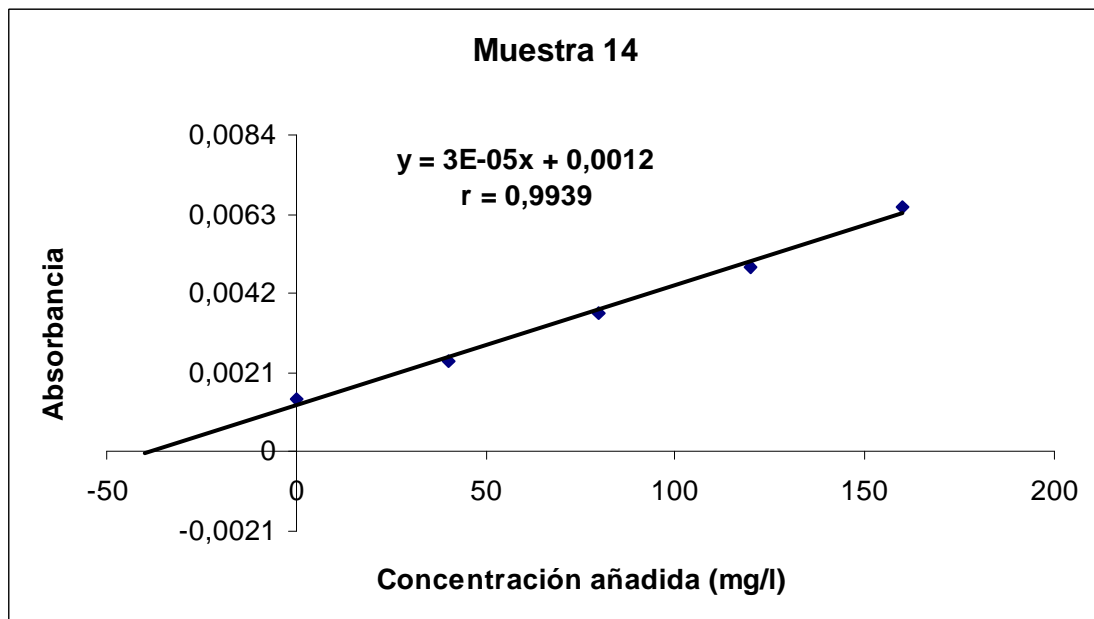


Figura 38.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 14.

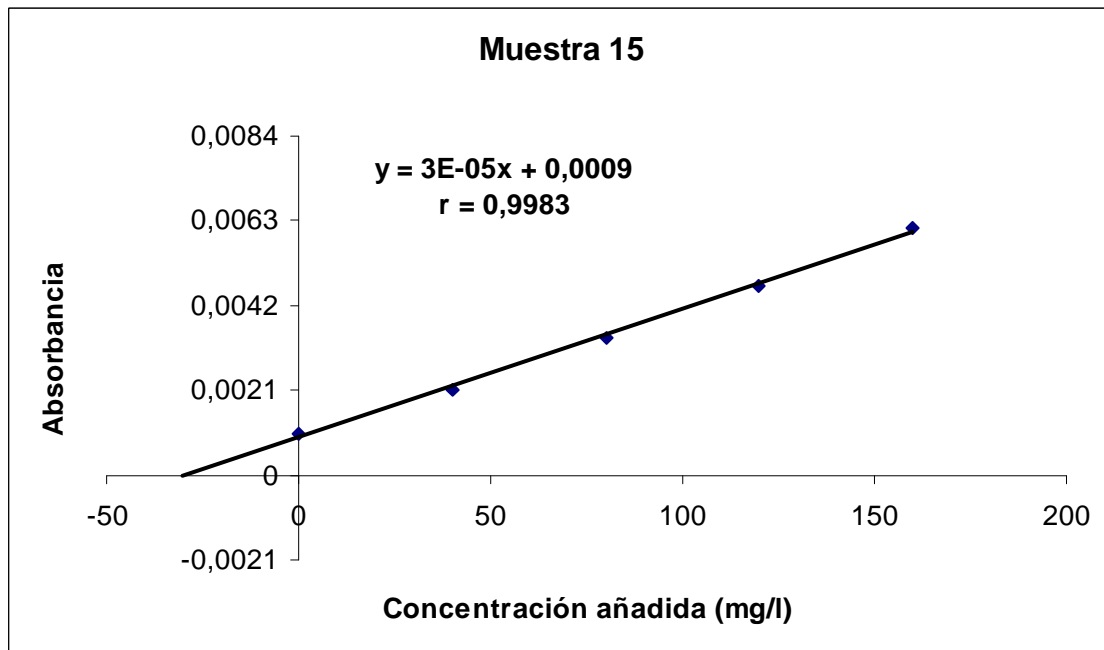


Figura 39.- Recta de adición estándar de potasio para la muestra 15.



Conocida la recta para cada muestra, se calcula el valor de X cuando $y=0$.

Al resultado de esa operación se le debe de aplicar el factor de dilución:

$$X x (50,0 \text{ ml totales} / 1,0 \text{ ml muestra}) = X x 50 = \text{Concentración (mg/l)}$$

Muestra	Resultado de la fórmula, cuando $y=0$	Concentración (mg/l)(x50)
1	30,00	1500
2	54,67	2734
3	21,50	1075
4	32,67	1634
5	31,33	1567
6	30,67	1534
7	30,67	1534
8	48,00	2400
9	46,67	2334
10	40,00	2000
11	36,67	1834
12	36,67	1834
13	43,33	2167
14	40,00	2000
15	30,00	1500

Tabla 19.-Cálculo de la concentración en las muestras (adición de potasio).



3.7.8 Agua de red

Para realizar la recta de calibrado, se utiliza el mismo procedimiento que para el caso de agua destilada. Se preparan 5 disoluciones con concentraciones en un intervalo desde 50,0 mg/l hasta 250,0 mg/l. El intervalo ha sido elegido a partir de datos bibliográficos que indican que para la longitud de onda introducida, la recta de calibrado se mantendrá lineal durante todo ese rango de concentraciones.

Para preparar las 5 disoluciones se dispone de una disolución patrón de potasio de 1000 mg/l.

A partir de esta disolución se realizan los cálculos para saber que cantidad debemos añadir a cada matraz de 50,0 ml, obteniendo de esta manera las concentraciones deseadas.

$$\text{Concentración} \times \text{Volumen} = \text{Concentración} \times \text{Volumen}$$

- 50,0 mg/l:

$$1000 \text{ mg/l} \times V_1 \text{ (ml)} = 50,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_1 \text{ (ml)} = 5,00 \text{ ml}$$

- 100,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_2 \text{ (ml)} = 100,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_2 \text{ (ml)} = 10,0 \text{ ml}$$

- 150,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_3 \text{ (ml)} = 150,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_3 \text{ (ml)} = 15,0 \text{ ml}$$



- 200,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_4 \text{ (ml)} = 200,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_4 \text{ (ml)} = 20,0 \text{ ml}$$

- 250,0 mg/l

$$1000 \text{ mg/l} \times V_5 \text{ (ml)} = 250,0 \text{ mg/l} \times 100,0 \text{ ml}$$

$$V_5 \text{ (ml)} = 25,0 \text{ ml}$$

Así pues, a cada uno de los matraces se añade 5, 10, 15, 20 y 25 ml respectivamente.

Finalmente, se enrasan los matraces con agua destilada.

Una vez preparadas las disoluciones, y con los parámetros introducidos en el espectrofotómetro, se toman las medidas de absorbancia, obteniéndose los siguientes resultados:

Concentración (mg/l)	Absorbancia	Coefficiente de variación	Desviación estándar
50,00	0,013	10,57	0,0014
100,00	0,022	5,78	0,0013
150,00	0,035	2,16	0,0008
200,00	0,049	1,98	0,0010
250,00	0,052	1,73	0,0012

Tabla 20.- Recta de calibrado para potasio (Agua de red).

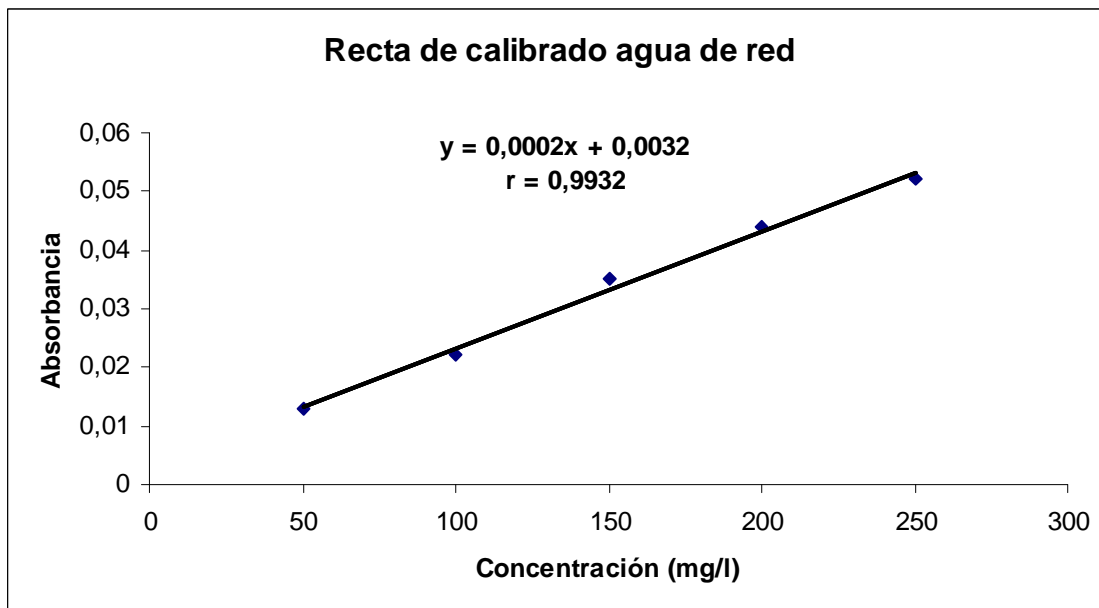


Figura 40.- Recta de calibrado para la determinación del potasio con agua de red.



$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0005

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0002

$$\text{Límite de detección} = \frac{3 \times 0,0005}{0,0002} = 7,500 \text{ mg/l}$$

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times s}{m}$$

Datos:

s = Desviación estándar del blanco = 0.0005

m = sensibilidad (pendiente de la recta) = 0.0002

$$\text{Límite de cuantificación} = \frac{10 \times 0,0005}{0,0002} = 25,00 \text{ mg/l}$$



Se procede a la lectura de la absorbancia de las muestras para potasio en el espectrofotómetro. Por supuesto, se utilizan los mismos parámetros usados para la lectura de las muestras de la recta de calibrado. La diferencia radica en que las muestras se preparan en agua de red.

Los datos obtenidos son los siguientes:

Muestra	Absorbancia	Coef. variación	Desviación estándar
1	0,045	1,13	0,0005
2	0,062	1,06	0,0007
3	0,027	2,24	0,0006
4	0,035	2,76	0,0010
5	0,025	4,03	0,0010
6	0,036	2,96	0,0011
7	0,055	1,26	0,0007
8	0,069	1,02	0,0007
9	0,049	1,27	0,0006
10	0,056	2,24	0,0014
11	0,018	2,19	0,0004
13	0,023	4,28	0,0010
14	0,061	1,59	0,0010
15	0,018	4,03	0,0007
16	0,048	0,74	0,0004
17	0,021	3,68	0,0008

Tabla 21.-Lectura de la absorbancia para el potasio (Agua de red).



Al igual que en las determinación con agua destilada y que con las adiciones, Para determinar el potasio, se deben eliminar las posibles interferencias en las muestras, y diluirlas para adecuar la concentración al rango lineal. Para ello, con cada muestra, se utiliza un matraz de 25 ml, en los que se añaden:

- 2 ml de muestra.
- 2,5 ml de cloruro de lantano. (2% en volumen)
- Enrasar con agua destilada.

Posteriormente se realizan las mediciones.

Una vez obtenida la absorbancia, se aplica la fórmula calculada a partir de la recta de calibrado, para hallar la concentración de las muestras.

$$Y = \text{Absorbancia} = 0,0002 X + 0,002$$

$$X = \text{Concentración (mg/l)} = (Y - 0,002) / 0,0002$$

Una vez hallado el resultado de la formula, se debe aplicar el factor de dilución.

$$X x (25,0 \text{ ml totales} / 2,0 \text{ ml muestra}) = X x 12,5 = \text{Concentración (mg/l)}.$$

Los datos calculados son los siguientes:

Muestra	Resultado fórmula:	Concentración (mg/l):
1	215,0	2688
2	300,0	3750
3	125,0	1563
4	165,0	2063
5	115,0	1438
6	170,0	2125
7	265,0	3313
8	335,0	4188
9	235,0	2938
10	270,0	3375
11	80,00	1000
13	105,0	1313
14	295,0	3688
15	80,00	1000
16	230,0	2875
17	95,00	1188

Tabla 22.-Concentración de potasio en las muestras (Agua de red).



4. CONCLUSIONES



4.1 Tablas generales

4.1.1 Parámetros instrumentales

Parámetros instrumentales:	Cobre	Manganeso	Potasio
Longitud de onda:	323,8 nm	278,5 nm	403,1 nm
Caudal de aire:	25 u.a.	30 u.a.	30 u.a.
Caudal de acetileno:	5 u.a.	15 u.a.	10 u.a.
Altura del mechero:	7 u.a.	8 u.a.	8-9 u.a.
Profundidad del mechero:	8 u.a.	8 u.a.	8 u.a.
Anchura de la rendija:	0,7 nm	0,2 nm	0,7 nm
Intensidad de la lámpara:	10 mA	15 mA	12 mA

Tabla 23.-Resumen de los parámetros instrumentales para cada elemento.

4.1.2 Rectas de calibrado

	Cobre	Manganeso	Potasio
Ecuación de la recta:	$y = 0,0284x - 0,007$	$y = 0,0346x - 0,0059$	$y = 0,0003 - 0,0015$
Coefficiente de regresión	$r = 0,9934$	$r = 0,9932$	$r = 0,9896$
Límite de detección (mg/l)	0,063	0,017	7,000
Límite de cuantificación (mg/l)	0,211	0,058	23,33

Tabla 24.-Rectas de calibrado de cada elemento (Calibración externa).



	Manganeso	Potasio
Ecuación de la Recta:	$y = 0,0346x - 0,0059$	$y = 0,0002 - 0,0032$
Coefficiente de regresión	$r = 0,9932$	$r = 0,9932$
Límite de detección (mg/l)	0,042	7,500
Límite de cuantificación (mg/l)	0,142	25,00

Tabla 25.-Rectas de calibrado de cada elemento (Agua de red).

Adición de patrón				
Manganeso			Potasio	
Muestra	Ecuación de la Recta:	Coefficiente de regresión:	Ecuación de la Recta:	Coefficiente de regresión:
1	$y = 0,0196x - 0,0128$	$r = 0,9983$	$y = 0,0004x - 0,012$	$r = 0,9981$
2	$y = 0,0184x - 0,0188$	$r = 0,9989$	$y = 0,0003x - 0,0123$	$r = 0,9958$
3	$y = 0,0231x - 0,0237$	$r = 0,9961$	$y = 0,0004x - 0,0086$	$r = 0,9991$
4	$y = 0,0242x - 0,0214$	$r = 0,9969$	$y = 0,0003x - 0,0098$	$r = 0,9945$
5	$y = 0,0188x - 0,0134$	$r = 0,9998$	$y = 0,0003x - 0,0094$	$r = 0,9989$
6	$y = 0,0247x - 0,018$	$r = 0,9983$	$y = 0,0003x - 0,0092$	$r = 0,9998$
7	$y = 0,0238x - 0,024$	$r = 0,9981$	$y = 0,0003x - 0,0093$	$r = 0,9959$
8	$y = 0,0231x - 0,0212$	$r = 0,9983$	$y = 0,0003x - 0,0144$	$r = 0,9929$
9	$y = 0,0242x - 0,0202$	$r = 0,9995$	$y = 0,3E-05x - 0,0014$	$r = 0,9985$
10	$y = 0,019x - 0,017$	$r = 0,9983$	$y = 0,3E-05x - 0,0012$	$r = 0,9993$



Adición de patrón				
Manganeso		Potasio		
Muestra	Ecuación de la Recta:	Coefficiente de regresión:	Ecuación de la Recta:	Coefficiente de regresión:
11	$y = 0,0229x - 0,0226$	$r = 0,9962$	$y = 0,3E-05x - 0,0011$	$r = 0,9999$
12	-	-	$y = 0,3E-05x - 0,0012$	$r = 0,9992$
13	$y = 0,0231x - 0,0136$	$r = 0,9981$	$y = 0,3E-05x - 0,0013$	$r = 0,9992$
14	$y = 0,0191x - 0,0122$	$r = 0,9986$	$y = 0,3E-05x - 0,0012$	$r = 0,9939$
15	$y = 0,024x - 0,0166$	$r = 0,9991$	$y = 0,3E-05x - 0,0009$	$r = 0,9983$

Tabla 26.-Datos obtenidos mediante adición estándar para manganeso y potasio.

4.1.3 Características de las muestras

Tipo	Numero Asignado	Origen	Variedad	Nombre
Espressos	1	América del Sur y África	Arábica/Robusta	Ristretto
	2	América del Sur y Central	Arábica	Arpeggio
	3	América del Sur y Central	Arábica/Robusta	Roma
	4	América del Sur y Central	Arábica	Livanto
	5	América del Sur	Arábica/Robusta	Capriccio
	6	América del Sur	Arábica	Volluto
	7	América del Sur y Central	Arábica	Cosi
	12	América del Sur y Central	Arábica	Livanto con sabor a almendra
Pure Origin	8	India	Arábica/Robusta	Indriya
	9	Colombia	Arábica	Rosabaya
	10	Brasil	Arábica	Dulsao
	16	Etiopía	Arábica	Onirio
Decaffeinatos	11	América del Sur	Arábica/Robusta	Decaffeinato
	17	América del Sur	Arábica/Robusta	Decaffeinato Lungo

Tabla 27.-Nombre y tipo de las muestras de café utilizada (Parte 12).



Tipo	Numero Asignado	Origen	Variedad	Nombre
Lungos	13	América del Sur y África	Arábica	Vivalto
	14	América del Sur y Central	Arábica/Robusta	Fortissio
	15	América del Sur y África	Arábica	Finezzo

Tabla 28.-Nombre y tipo de las muestras de café utilizada (Parte 2).

Todas las muestras, pertenecen a la marca Nespresso.

Los cafés del tipo “Pure Origin”, son los únicos que, como su propio nombre indica, provienen de un único país. Los demás, son mezclas de contenido, de distintas zonas.

4.2 Manganeso

Muestra	Nombre	Concentraciones (mg/l)		
		Calibración externa	Adición estándar	Agua de red
1	Ristretto	1,070	0,816	1,370
2	Arpeggio	1,270	1,278	1,982
3	Roma	1,040	1,283	1,133
4	Livanto	1,072	1,105	1,464
5	Capriccio	0,922	0,891	0,990
6	Volluto	0,951	0,991	1,235
7	Cosi	1,212	1,261	1,700
8	Indriya	1,103	1,148	1,890
9	Rosabaya	1,102	1,044	1,980
10	Dulsao	1,103	1,119	2,082
11	Decaffeinato	1,154	1,238	0,940
12	Livanto SA	1,105	-	0,800
13	Vivalto	0,860	0,736	1,840
14	Fortissio	0,842	0,799	1,132
15	Finezzo	0,983	0,865	1,233
16	Onirio	-	-	0,750
17	Decaffeinato Lungo	-	-	1,980

Tabla 29.-Concentraciones obtenidas para manganeso.

4.2.1 Comparación por tipos de café

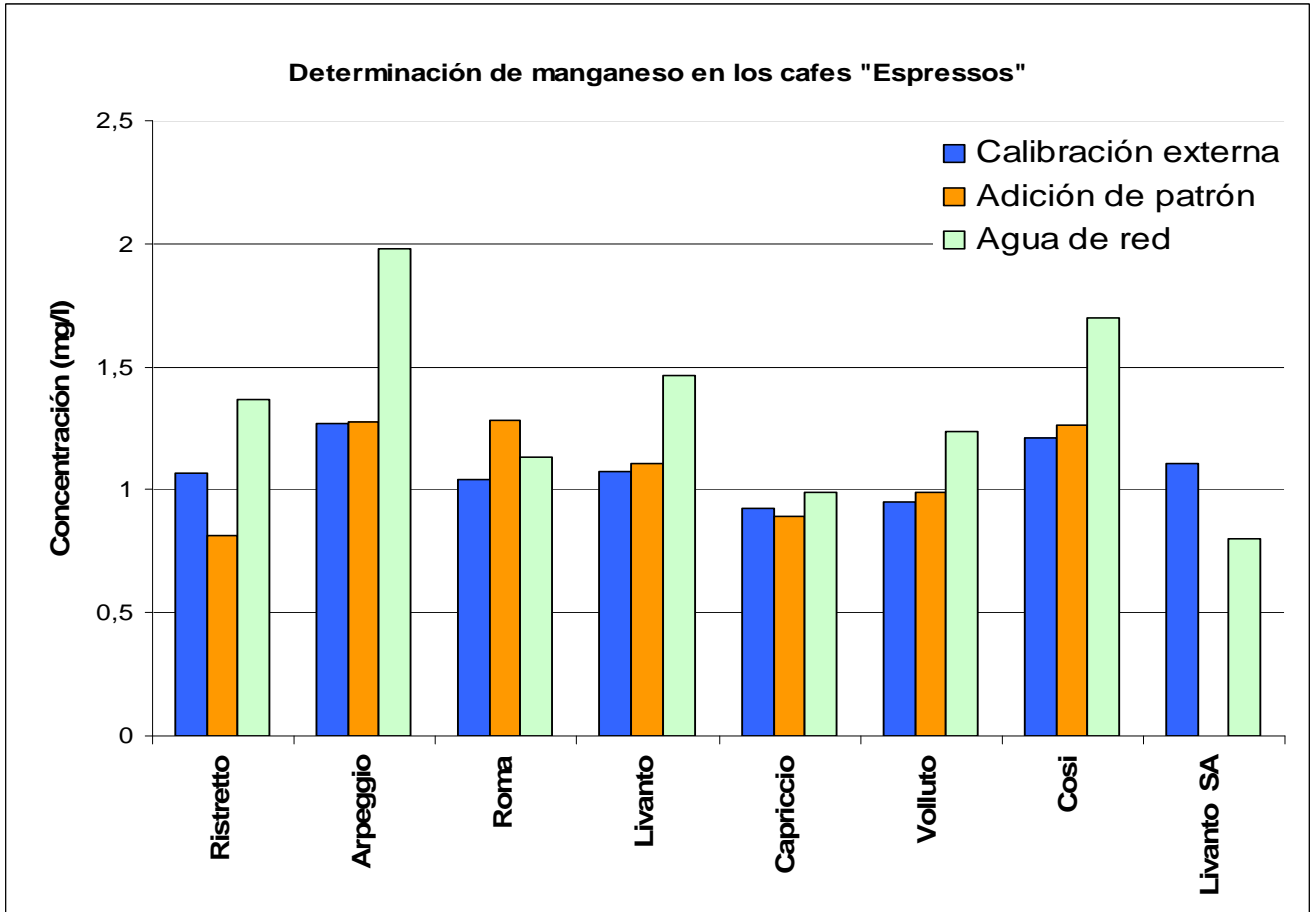


Figura 41.- Determinación de manganeso en los cafés "Espressos".

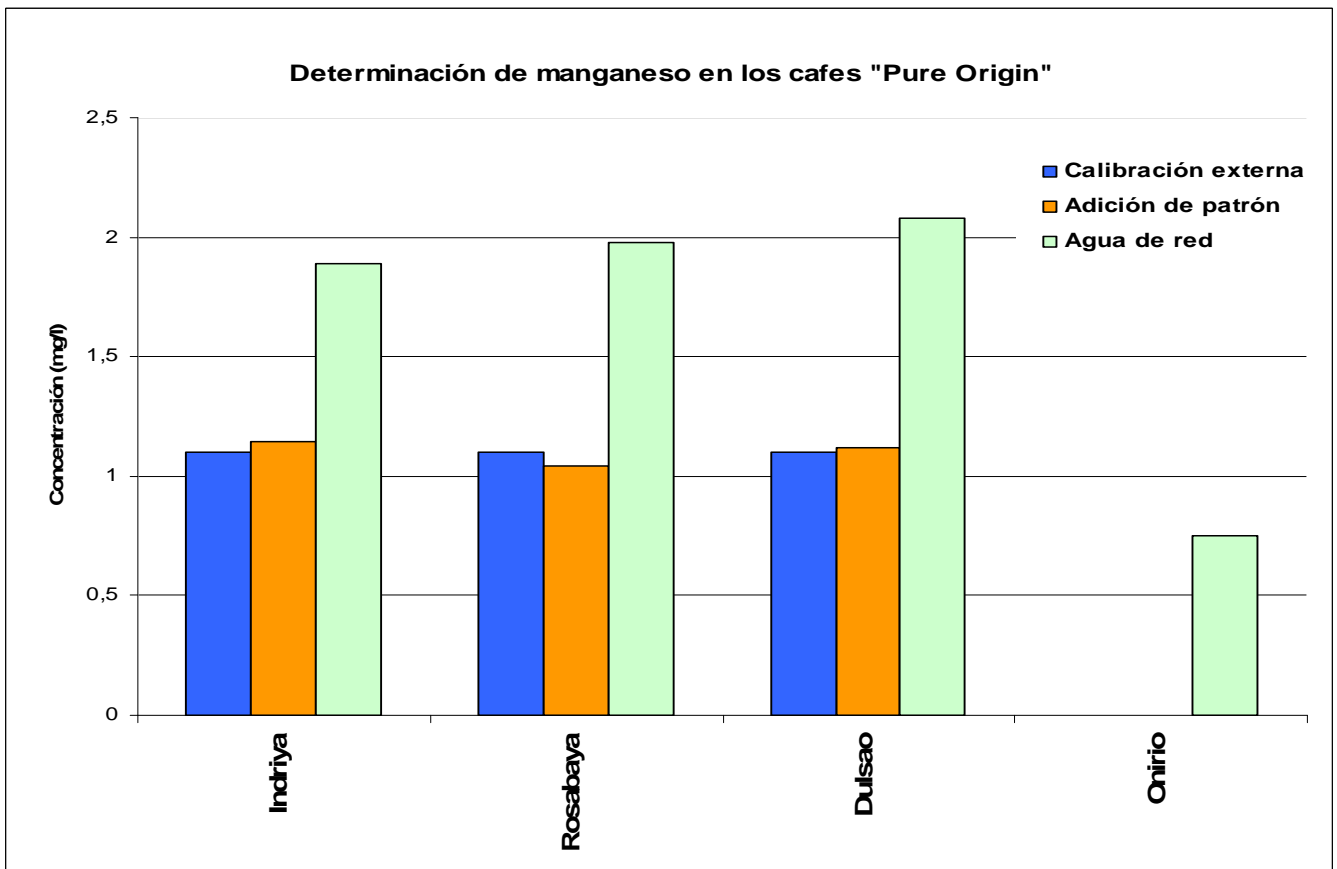


Figura 42.- Determinación de manganeso en los cafés "Pure Origin".

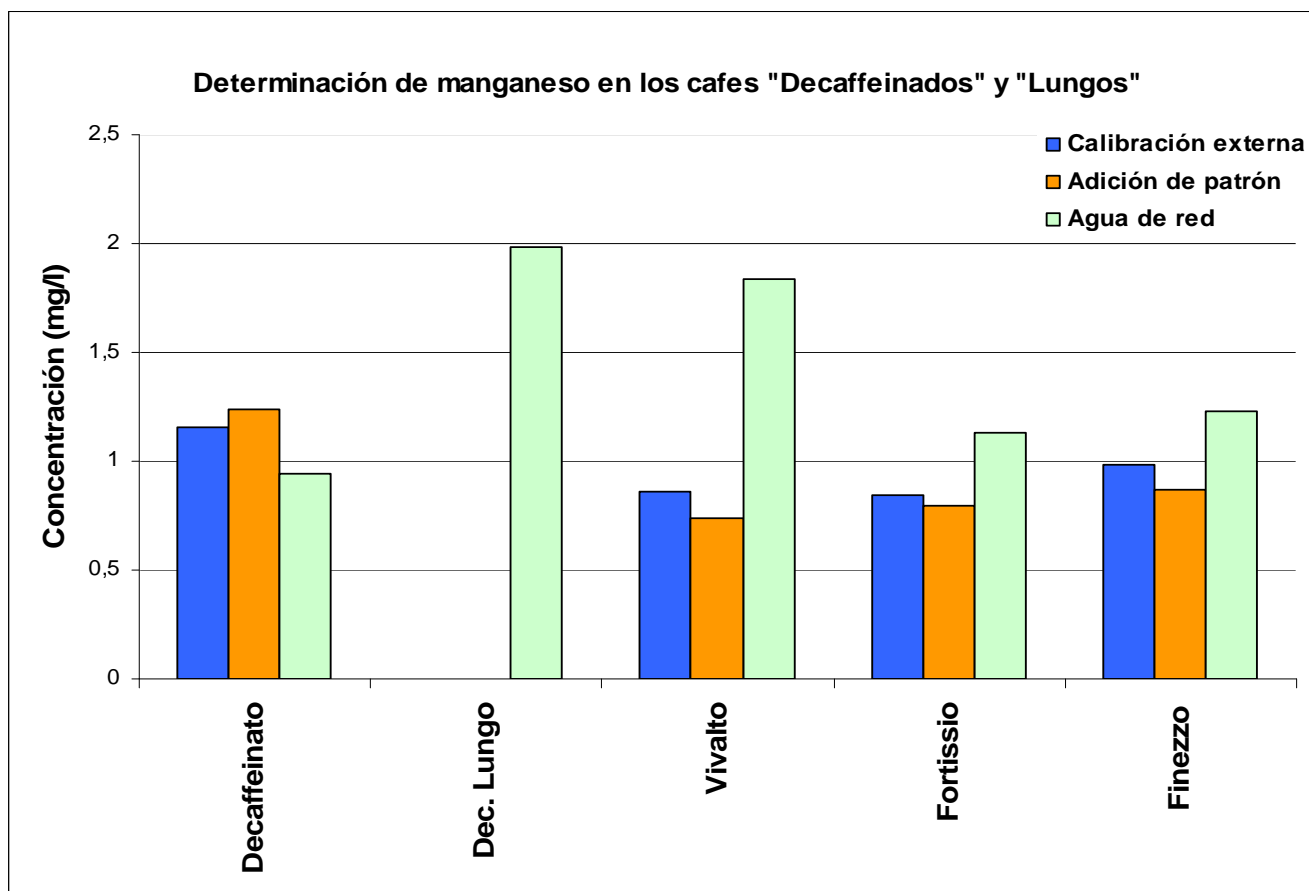


Figura 43.- Det. de manganeso en los cafés “Decaffeinatos” y “Lungos”.

A la vista de los resultados obtenidos, queda de manifiesto la presencia de interferencias que aumentan la señal en mayor o menor grado, ya que por adición de patrón, en la mayoría de los casos, la concentración de manganeso obtenida es menor.. Solo en el caso de la mayoría de los “espressos” y del “descafeinado” no se da este hecho.

Por otro lado, cabe destacar la mayor presencia de manganeso en el agua de red, ya que los resultados obtenidos por este método son generalmente de valores más altos que por los otros dos métodos.

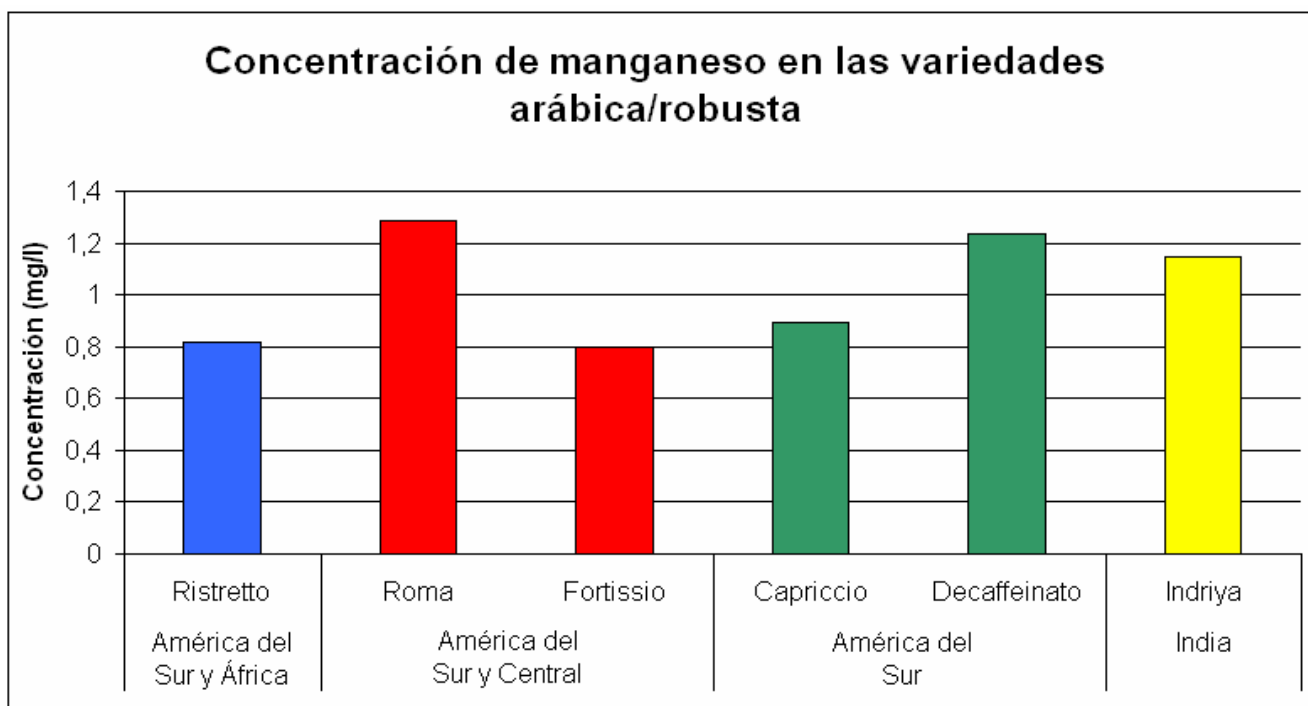


Figura 44.- Conc. de manganeso en los cafés de variedades arábica/robusta.

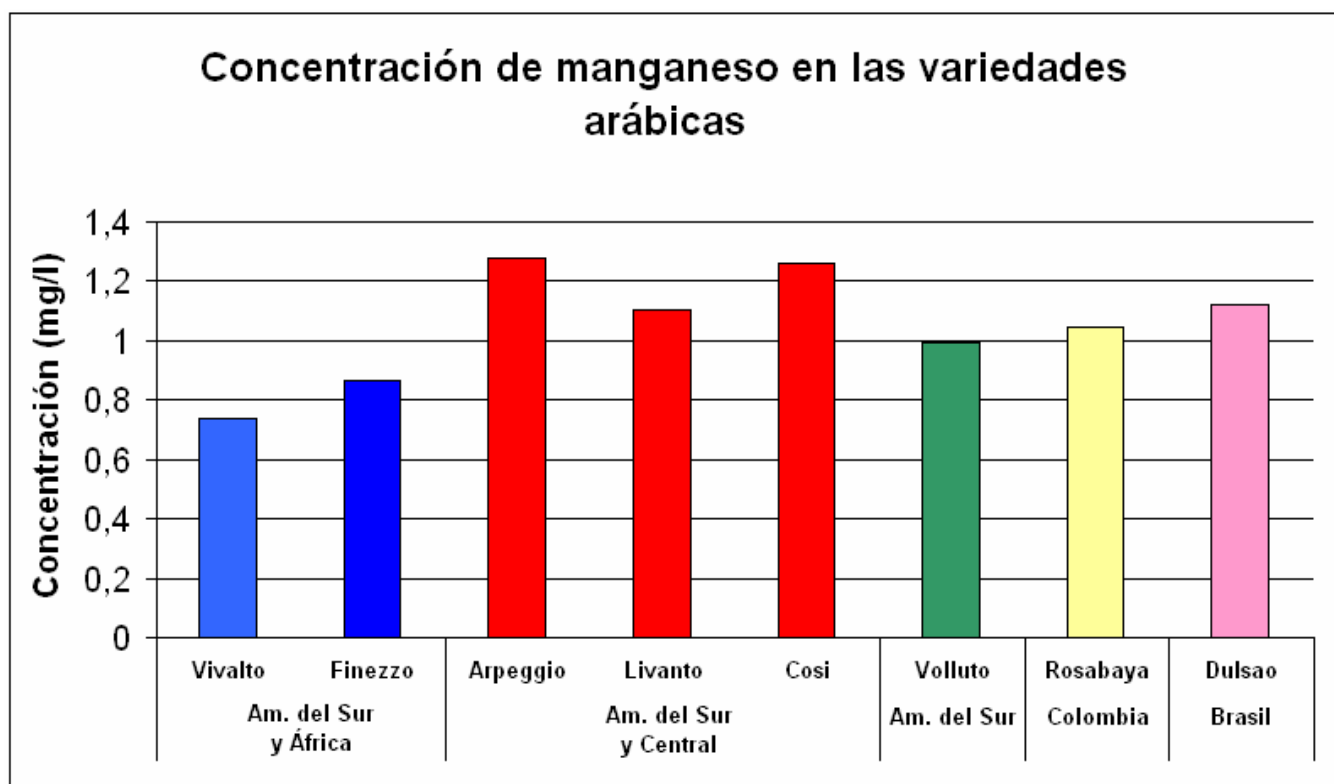


Figura 45.- Concentración de manganeso en los cafés de variedades arábicas.



Con la realización de las graficas de la concentración según la variedad y la procedencia, se pretende observar posibles diferencias debido a estos factores. Sin embargo, aunque hay diferencias, no son suficientemente significativas o claras como para alcanzar una conclusión.

Para ello lo ideal hubiese sido utilizar más muestras que procediesen de zonas concretas, como los “Pure Origin”, y con muestras que únicamente perteneciesen a la variedad “robusta” por un lado, y “arábica” por otro.

Potasio

Muestra	Nombre	Concentraciones (mg/l)		
		Calibración externa	Adición estándar	Agua de red
1	Ristretto	2813	1500	2688
2	Arpeggio	2563	2734	3750
3	Roma	2021	1075	1563
4	Livanto	2313	1634	2063
5	Capriccio	2271	1567	1438
6	Volluto	1979	1534	2125
7	Cosi	1979	1534	3313
8	Indriya	3104	2400	4188
9	Rosabaya	2521	2334	2938
10	Dulsao	2604	2000	3375
11	Decaffeinato	2229	1834	1000
12	Livanto SA	2104	1834	-
13	Vivalto	2688	2167	1313
14	Fortissio	2563	2000	3688
15	Finezzo	2104	1500	1000
16	Onirio	-	-	2875
17	Decaffeinato Lungo	-	-	1188

Tabla 30.-Concentraciones obtenidas para potasio.

4.2.2 Comparación por tipos de café

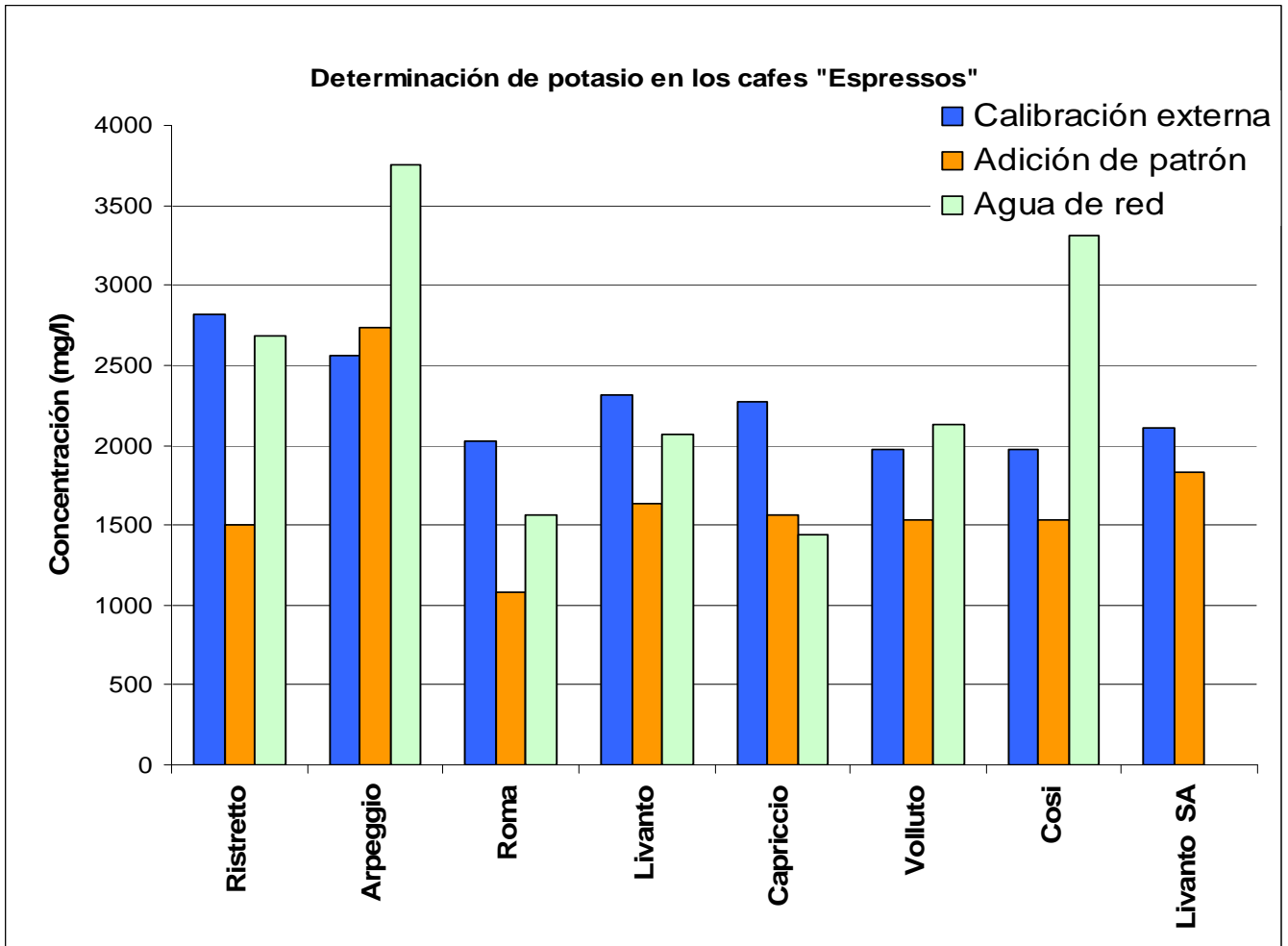


Figura 46.- Determinación de potasio en los cafés "Espressos".

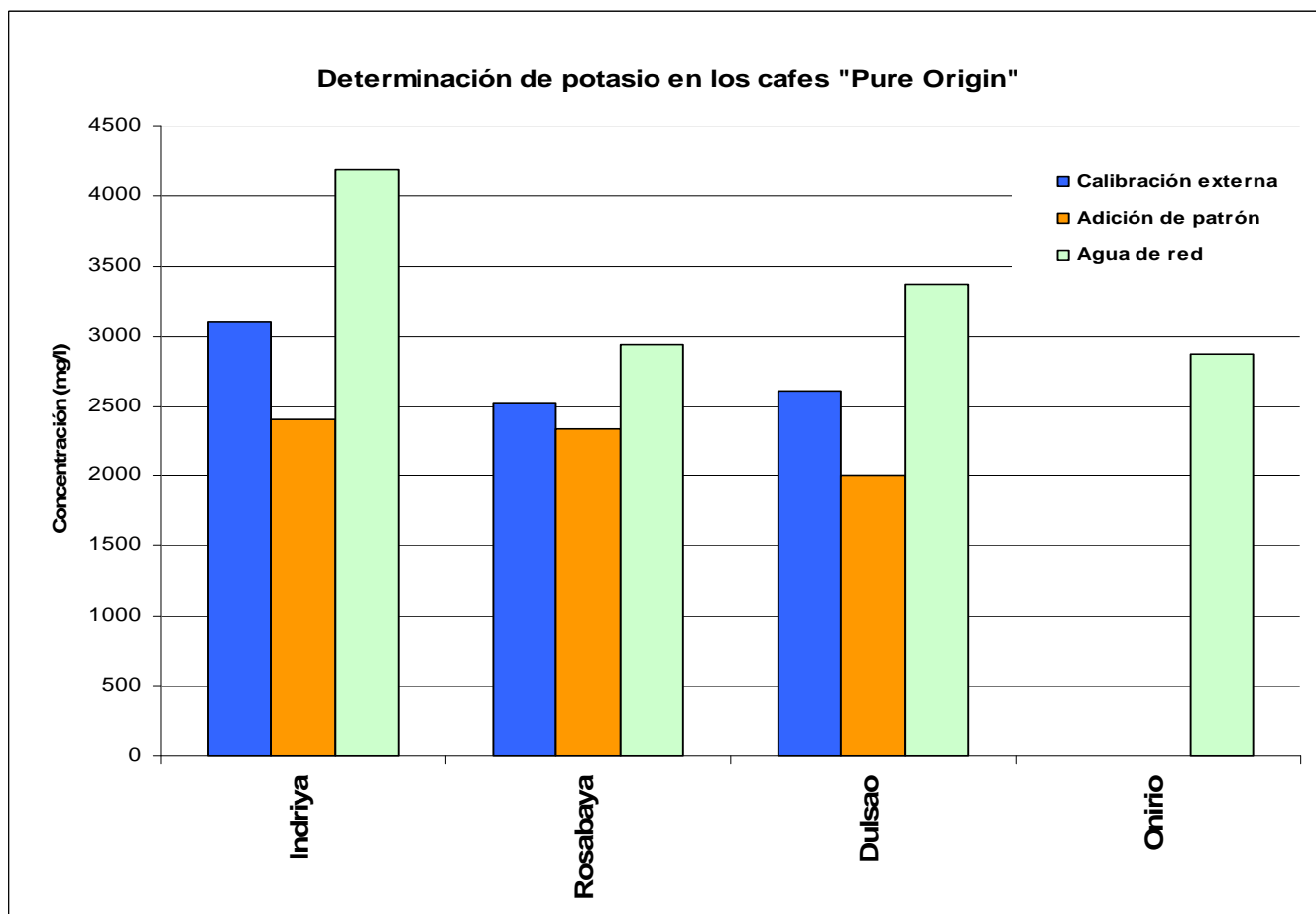


Figura 47.- Determinación de potasio en los cafés "Pure Origin".

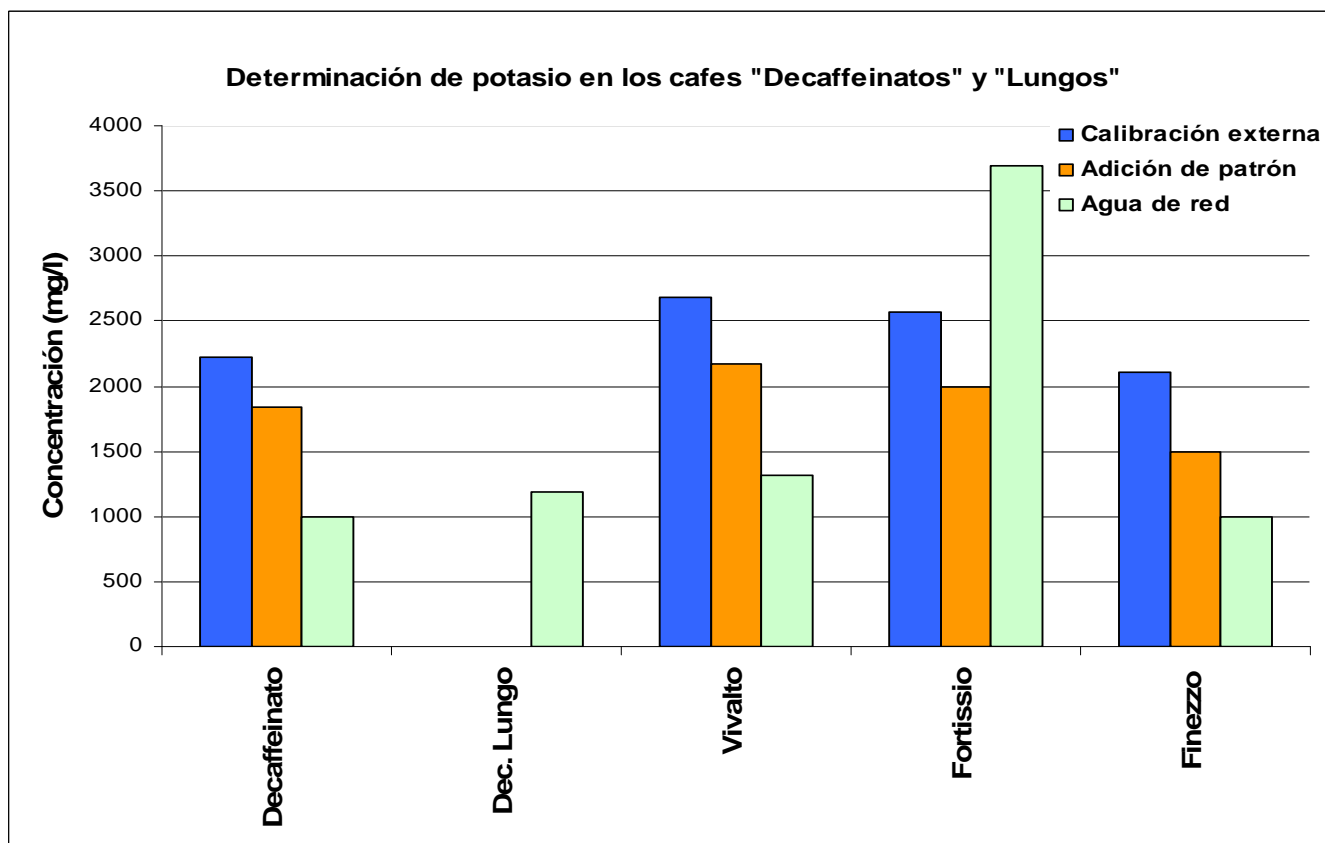


Figura 48.- Determinación de potasio en los cafés "Decaffeinatos" y "Lungos".

Se aprecia que básicamente ocurre lo mismo que en el caso del manganeso. De nuevo, la presencia de interferencias aumenta la señal en mayor o menor grado, ya que por adición de patrón, por norma general, la concentración de potasio obtenida es menor.

4.2.3 Comparación por procedencia del café

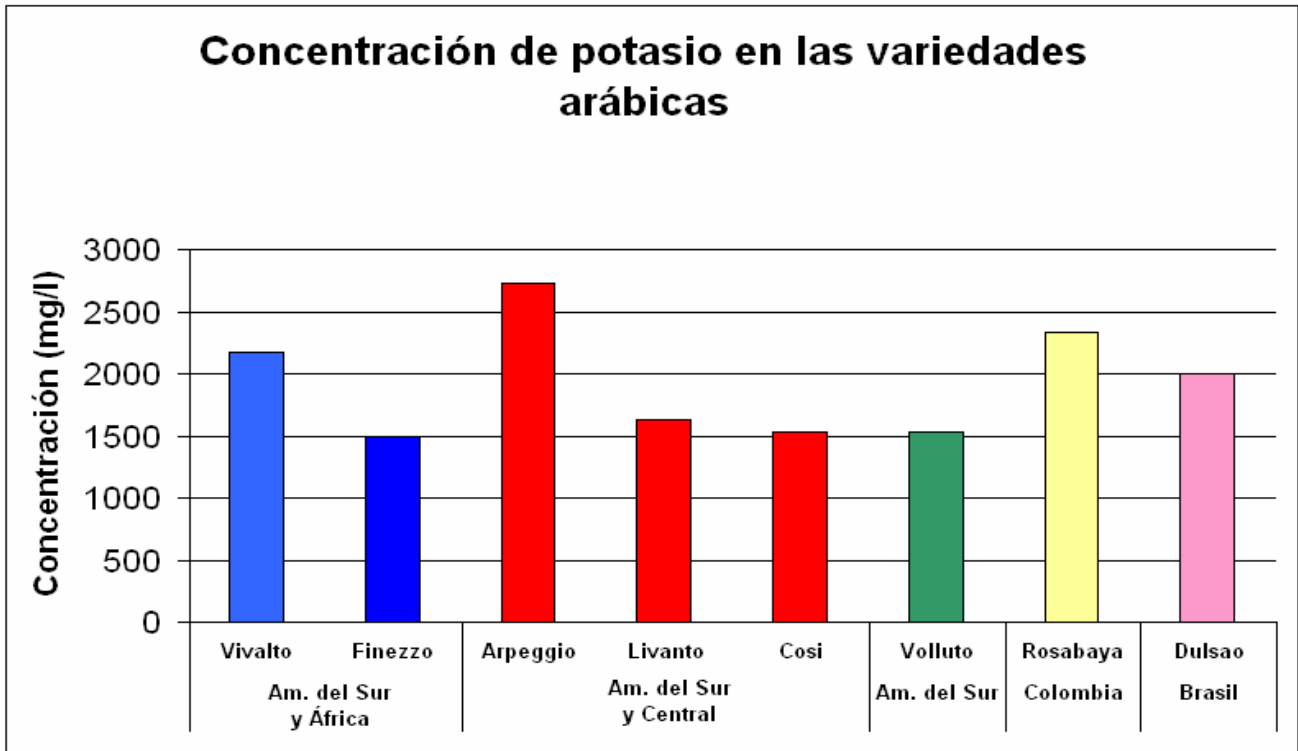


Figura 49.- Concentración de potasio en los cafés de variedades arábicas.

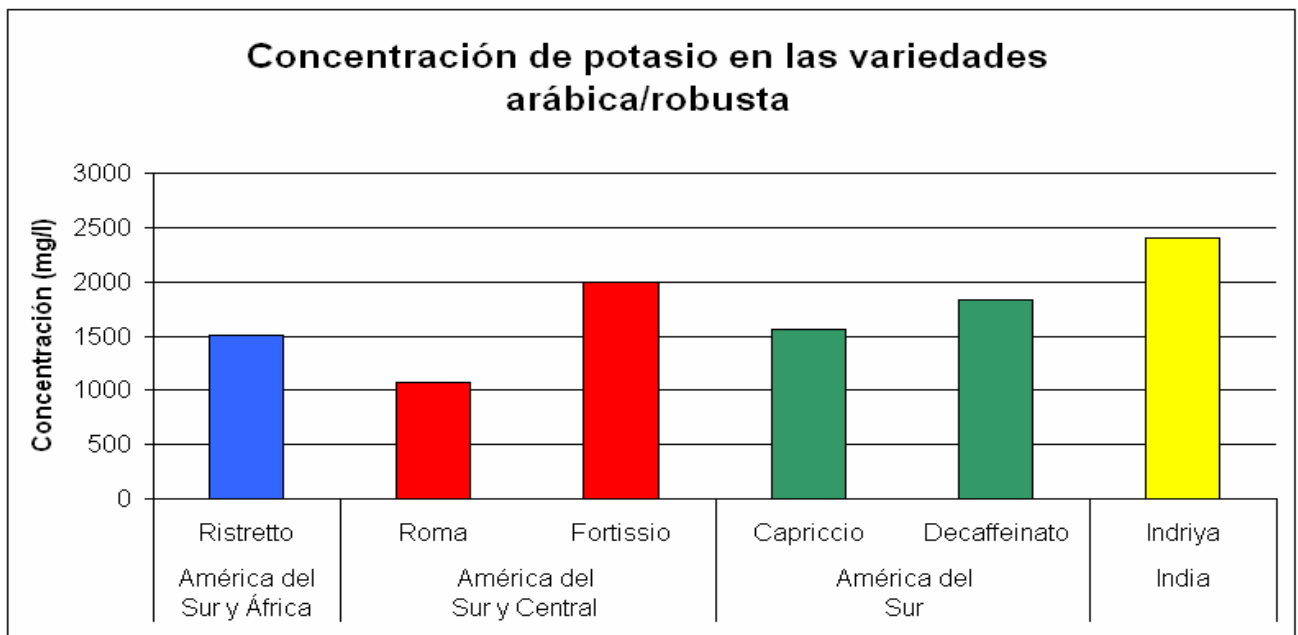


Figura 50.- Concentración de potasio en los cafés de variedades arábica/robusta.



Igual que en el caso del manganeso, se pueden observar diferencias entre cafés de distintas procedencias, pero no de forma que se pueda llegar a una conclusión clara.

4.3 Comparación entre elementos

	Concentración de cada elemento (mg/l)					
	Manganeso			Potasio		
Método	Mín.	Media \pm Desv. Estándar	Máx.	Mín.	Media \pm Desv. Estándar	Máx.
Calibración externa	0,842	1,053 \pm 0,122	1,270	1979	2390 \pm 336,4	3104
Adición estándar	0,736	1,041 \pm 0,193	1,283	1075	1843 \pm 433,9	2734
Agua de red	0,750	1,441 \pm 0,457	2,082	1000	2407 \pm 1078	4188

Tabla 31.- Comparación general entre manganeso y potasio.

		Concentración de cada elemento (mg/l)					
		Manganeso			Potasio		
Tipo de café	Método	Mín.	Media \pm Desv. Estándar	Máx.	Mín.	Media \pm Desv. Estándar	Máx.
Espressos	Calibración externa	0,922	1,081 \pm 0,118	1,270	1979	2255 \pm 302,3	2813
	Adición estándar	0,816	1,089 \pm 0,194	1,283	1075	1677 \pm 476,7	2734
	Agua de red	0,800	1,334 \pm 0,383	1,982	1313	2282 \pm 896,3	3750
Pure Origin	Calibración externa	1,102	1,102 \pm 0,001	1,103	2521	2743	3104
	Adición estándar	1,044	1,104 \pm 0,054	1,148	2000	2245	2400
	Agua de red	0,750	1,678 \pm 0,622	2,082	1188	2922	4188
Descafeinatos	Calibración externa	1,154	1,154	1,154	2229	2229	2229
	Adición estándar	1,238	1,238	1,238	1834	1834	1834



	Agua de red	0,940	1,460 ± 0,735	1,980	1000	1094 ± 132,9	1188
		Manganeso			Potasio		
Tipo de café	Método	Mín.	Media ± Desv. Estándar	Máx.	Mín.	Media ± Desv. Estándar	Máx.
Lungos	Calibración externa	0,842	0,895 ± 0,077	0,983	2104	2452 ± 307,5	2688
	Adición estándar	0,736	0,800 ± 0,065	0,865	1500	1889 ± 347,1	2167
	Agua de red	1,132	1,402 ± 0,383	1,840	1000	2521 ± 1379	3688

Tabla 32.-Comparación por tipos de café entre manganeso y potasio.

		Concentración de cada elemento (mg/l)					
		Manganeso			Potasio		
Variedad	Método	Mín.	Media ± Desv. Estándar	Máx.	Mín.	Media ± Desv. Estándar	Máx.
Arábica	Calibración externa	0,860	1,073 ± 0,127	1,270	1979	2317 ± 283,1	2688
	Adición estándar	0,736	1,050 ± 0,185	1,278	1500	1919 ± 427,9	2734
	Agua de red	0,750	1,507 ± 0,489	2,082	1000	2528 ± 955,6	3750
Arábica/Robusta	Calibración externa	0,842	1,022 ± 0,117	1,154	2021	2500 ± 405,5	3104
	Adición estándar	0,799	1,029 ± 0,219	1,283	1075	1729 ± 456,3	2400
	Agua de red	0,940	1,348 ± 0,424	1,980	1000	2250 ± 1280	4188

Tabla 33.-Comparación por variedad de café entre manganeso y potasio.



5. BIBLIOGRAFÍA



5.1 PAGINAS WEB

- ^[1]<http://www.innatia.com/s/c-consumo-cafe/a-la-planta-de-cafe.html> (28-8-2011).
- ^[2]<http://www.dethlefsen-balk.de/ESP/10889/Kaffeepflanze.html> (28-8-2011).
- ^[3]http://es.wikipedia.org/wiki/Caf%C3%A9#La_bot.C3.A1nica_y_el_caf.C3.A9 (28-8-2011).
- ^[4]<http://www.food-info.net/es/qa/qa-fp153.htm> (28-8-2011).
- ^[5]<http://infoagro.net/shared/docs/a5/gtecnol3.pdf> (28-8-2011).
- ^[6]<http://www.nespresso.com/#/es/es/> (28-8-2011).

5.2 LIBROS Y PUBLICACIONES

- ^[7]Malgorzata Grembecka, Ewa Malinowska, Piotr Szefer. Differentiation of market coffee and its infusions in view of their mineral composition. Science of the total environment 383 (2007) 59-68.
Disponibile en www.sciencedirect.com
- ^[8]Néidio Oleszczuka, Jacira T. Castrob, Márcia M. da Silva, Maria das Graças A. Kornb, Bernhard Welzb y Maria Goreti R. Vale. Method development for the determination of manganese, cobalt and copper in green coffee comparing direct solid sampling electrothermal atomic absorption spectrometry and inductively coupled plasma optical emission spectrometry.
Disponibile en www.sciencedirect.com
- ^[9]Manual del espectrofotómetro de absorción y emisión Pekín-Elmer 2280.
- ^[10]Gema Escribano Calvo. Proyecto final de carrera. Determinación de los elementos minoritarios del café mediante espectroscopia de absorción atómica con llama.



6. ÍNDICE DE TABLA



Tabla 1.-	Asignación de número a cada variedad de café.....	23
Tabla 2.-	Parámetros utilizados para la determinación de cobre.	25
Tabla 3.-	Resultados obtenidos para la recta de calibrado para cobre.	28
Tabla 4.-	Lectura de la absorbancia para el cobre.....	30
Tabla 5.-	Parámetros utilizados para la determinación de manganeso.	32
Tabla 6.-	Resultados obtenidos para la recta de calibrado para manganeso.	35
Tabla 7.-	Lectura de la absorbancia para el manganeso.	37
Tabla 8.-	Cálculo de la concentración de manganeso en las muestras.	38
Tabla 9.-	Resultados obtenidos para la adición de manganeso.....	43
Tabla 10.-	Cálculo de la concentración en las muestras (adición de manganeso)...	51
Tabla 11.-	Recta de calibrado para manganeso (Agua de red).	54
Tabla 12.-	Lectura de la absorbancia para el manganeso (Agua de red).	56
Tabla 13.-	Concentración de manganeso en las muestras (Agua de red).	57
Tabla 14.-	Parámetros utilizados para la determinación de potasio.....	58
Tabla 15.-	Resultados obtenidos para la recta de calibrado para potasio.	61
Tabla 16.-	Lectura de la absorbancia para el potasio.....	63
Tabla 17.-	Cálculo de la concentración de potasio en las muestras.....	65
Tabla 18.-	Resultados obtenidos para la adición de potasio.	73
Tabla 19.-	Cálculo de la concentración en las muestras (adición de potasio).	82
Tabla 20.-	Recta de calibrado para potasio (Agua de red).....	85
Tabla 21.-	Lectura de la absorbancia para el potasio (Agua de red).....	87
Tabla 22.-	Concentración de potasio en las muestras (Agua de red).....	89
Tabla 23.-	Resumen de los parámetros instrumentales para cada elemento.	91
Tabla 24.-	Rectas de calibrado de cada elemento (Calibración externa).....	91
Tabla 25.-	Rectas de calibrado de cada elemento (Agua de red).....	92
Tabla 26.-	Datos obtenidos mediante adición estándar para manganeso y potasio. 93	
Tabla 27.-	Nombre y tipo de las muestras de café utilizada (Parte 12).	94
Tabla 28.-	Nombre y tipo de las muestras de café utilizada (Parte 2).	95
Tabla 29.-	Concentraciones obtenidas para manganeso.	96
Tabla 30.-	Concentraciones obtenidas para potasio.....	102
Tabla 31.-	Comparación general entre manganeso y potasio.	108
Tabla 32.-	Comparación por tipos de café entre manganeso y potasio.	109
Tabla 33.-	Comparación por variedad de café entre manganeso y potasio.....	109



7. ÍNDICE DE FIGURAS



Figura 1.-	Planta del café o cafeto (Fuente: www.innatia.com ^[1]).....	7
Figura 2.-	Distribución del cultivo mundial de café. R: Robusta, m: Mezcla de robusta y arábica, a: Arábica. (Fuente: Wikipedia ^[3]).....	9
Figura 3.-	Cápsulas de café Nespresso.....	13
Figura 4.-	Pipetas de distintos volúmenes.....	15
Figura 5.-	Balanza analítica (Marca: Sartorius).....	16
Figura 6.-	Espectrofotómetro Pekín-Elmer 2280.....	16
Figura 7.-	Recta de calibrado para la determinación del cobre.....	28
Figura 8.-	Recta de calibrado para la determinación del manganeso.....	35
Figura 9.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 1.....	44
Figura 10.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 2.....	44
Figura 11.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 3.....	45
Figura 12.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 4.....	45
Figura 13.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 5.....	46
Figura 14.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 6.....	46
Figura 15.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 7.....	47
Figura 16.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 8.....	47
Figura 17.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 9.....	48
Figura 18.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 10.....	48
Figura 19.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 11.....	49
Figura 20.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 13.....	49
Figura 21.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 14.....	50
Figura 22.-	Recta de adición estándar de manganeso para la muestra 15.....	50
Figura 23.-	Recta de calibrado para el manganeso con agua de red.....	54
Figura 24.-	Recta de calibrado para la determinación del potasio.....	61
Figura 25.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 1.....	74
Figura 26.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 2.....	74
Figura 27.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 3.....	75
Figura 28.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 4.....	75
Figura 29.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 5.....	76
Figura 30.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 6.....	76
Figura 31.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 7.....	77
Figura 32.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 8.....	77
Figura 33.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 9.....	78
Figura 34.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 10.....	78
Figura 35.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 11.....	79
Figura 36.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 12.....	79
Figura 37.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 13.....	80
Figura 38.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 14.....	80
Figura 39.-	Recta de adición estándar de potasio para la muestra 15.....	81
Figura 40.-	Recta de calibrado para la determinación del potasio con agua de red.....	85
Figura 41.-	Determinación de manganeso en los cafés “Espressos”.....	97
Figura 42.-	Determinación de manganeso en los cafés “Pure Origin”.....	98
Figura 43.-	Det. de manganeso en los cafés “Decaffeinatos” y “Lungos”.....	99
Figura 44.-	Conc. de manganeso en los cafés de variedades arábica/robusta.....	100
Figura 45.-	Concentración de manganeso en los cafés de variedades arábicas.....	100
Figura 46.-	Determinación de potasio en los cafés “Espressos”.....	103



Figura 47.-	Determinación de potasio en los cafés “Pure Origin”.....	104
Figura 48.-	Determinación de potasio en los cafés “Decaffeinatos” y “Lungos”...	105
Figura 49.-	Concentración de potasio en los cafés de variedades arábicas.....	106
Figura 50.-	Concentración de potasio en los cafés de variedades arábica/robusta..	106

