

ANEXO

A) Proceder según Espectrometría de absorción en el visible <xxx>

Procedimiento para determinación de aluminio en la muestra

Transferir 1 mL de la muestra a un balón de Kjeldahl, y adicionar 2 mL de ácido nítrico. Digerir la muestra hasta que la solución quede límpida. Transferir en un balón volumétrico de 25 mL y llevar a volumen con Tampón acetato. Transferir 2 mL de la solución a un balón de 50 mL y adicionar 2 mL de la solución recién preparada de ácido tioglicólico 1% (v/v). Dejar en reposo por 2 minutos, adicionar 15 mL del reactivo de Aluminon y calentar a baño maría a 100°C durante 15 minutos. Enfriar, adicional 10 mL de Tampon carbonato_ y completar el volumen con agua bidestilada. Preparar un blanco con agua destilada. Medir absorbancia, a una longitud de onda de 530 nm, de la muestra y el estándar en un espectrofotómetro, utilizando el blanco para ajustar el cero. Calcular la concentración de aluminio (III) en la muestra por interpolación gráfica o regresión lineal.

El resultado se debe expresar en mg de aluminio (III) por dosis.

B) Proceder según Espectrometría de absorción atómica <xxx>

Procedimiento para determinación de aluminio en la muestra

Transferir 2 mL de la muestra a un balón de Kjeldahl, y adicional 4 mL de ácido nítrico. Digerir la muestra hasta que la solución quede límpida. Transferir a un balón de 25 mL y llevar a volumen con agua bidestilada. En paralelo, preparar un blanco conteniendo agua bidestilada en lugar de la muestra y la curva de calibración de aluminio a las concentraciones de 20, 40, 60 y 80 ppm. Adicionar a las muestras, las soluciones para la curva de calibración y el blanco, determinada cantidad de supresor de ionización, de modo de tener una concentración final de 2000ppm de

potasio. Determinar la concentración de aluminio (III) de la muestra en un espectrofotómetro de absorción atómica a una longitud de onda de 309.3nm, abertura de ventana 0.2 nm, corriente de lámpara de aluminio de 10mA y llama de óxido nitroso/acetileno.

Soluciones y Reactivos:

Tampon acetato: Disolver 27,5 g de acetato de amonio en 50 mL de agua bidestilada y agregar 0,5 mL de ácido clorhídrico a 25% (p/v), llevar a 100 mL con agua bidestilada.

Tampon carbonato: Disolver 20 g de carbonato de amonio en 20 mL de solución diluída de amoníaco (diluir 17,5 mL de hidróxido de amonio al 10 % p/v con 32,5 mL de agua bidestilada) llevar a 100 mL con agua bidestilada

Solución stock de aluminio 1g/L: disolver 1 g de aluminio metálico en 20 mL de ácido clorhídrico con adición de 0,1 g de cloruro mercurico para catalizar la reacción y diluir a 1000 mL en balón volumétrico.

Acido nítrico: concentrado para análisis.

Reactivo de aluminio

Solución A

Disolver 250 g de acetato de amonio en 500 mL de agua bidestilada. Adicionar 40 mL de ácido acético glacial, 0,5 g de aluminio disuelto en 50 mL de agua bidestilada, 1 g de ácido benzoico disuelto en 150 mL de alcohol isopropilico y 225 mL de alcohol isopropilico. Llevar a 1000mL con agua bidestilada.

Solucion B

Disolver 5 g de gelatina en 125 mL de agua bidestilada caliente y mezclar con 250 mL de agua bidestilada fria. Filtrar y llevar a 500 mL con agua bidestilada.

Preparación

Mezclar con agitación las Soluciones A y B. La mezcla al enfriar debe quedar completamente límpida. Almacenar en frasco de polietileno, protegida de la luz.