



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 AI	Página 1 de 13	

1. OBJETIVO

Establecer el instructivo para la determinación de aluminio en muestras de agua cruda y tratada en los Laboratorios de la planta de tratamiento de agua de Serviciudad ESP.

2. ALCANCE Y RESPONSABILIDADES

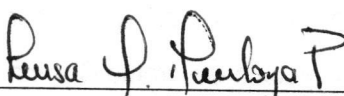
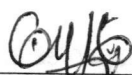
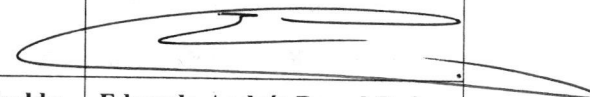
Este instructivo aplica para muestras de agua tratada y cruda en Agua en los Laboratorios de la Planta de tratamiento de agua de Serviciudad ESP.

La administración y control de este documento es responsabilidad del Técnico de Control de Calidad de Agua. Los ajustes del documento que surjan en el camino serán llevados a cabo por los laboratoristas químicos de agua, bajo la revisión del profesional de la planta de tratamiento. La ejecución de los ensayos será responsabilidad de los Laboratoristas Químicos de agua

3. DEFINICIONES (No aplica)

4. GENERALIDADES

Aluminio (Al) es el segundo elemento en grupo IIIA de la tabla periódica; tiene un número atómico de 13, un peso atómico de 26,98, y valencia de 3. La abundancia promedio en la corteza terrestre es del 8,1%; en suelos se encuentra entre 0,9 y 6,5%; en las corrientes es 400 $\mu\text{g/L}$, en agua potable en E.E.U.U, es de 54 $\mu\text{g/L}$, y en aguas subterráneas es menor de 0,1 $\mu\text{g/L}$.

ELABORADO POR:	REVISADO POR:	APROBADO POR:
		
Luisa Marina Montoya Posada Técnico de Calidad de agua	Genny Marcela Hurtado Giraldo Profesional Planta de Tratamiento	Eduardo Andrés Brand Ruiz Subgerente Técnico y operativo
Fecha: 2024-01-20	Fecha: 2024-01-25	Fecha: 2024-01-27



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 AI	Página 2 de 13	

Los minerales más importantes son la bauxita y el corindón, que se utiliza como abrasivo.

El aluminio y sus aleaciones se utilizan para intercambiadores de calor, piezas de aeronaves, materiales de construcción, contenedores, etc. El Sulfato de Aluminio y Potasio (alumbre), es utilizado en los procesos de tratamiento de agua para flocular partículas suspendidas, pero puede dejar un residuo de aluminio en el agua tratada.

La aparición del aluminio en aguas naturales está controlada por pH y por partículas minerales muy finamente suspendidas. El catión Al^{3+} predomina a pH inferiores a 4. Por encima del pH neutro, la forma disuelta predominante es $Al(OH)_4^-$. El aluminio no es esencial para las plantas y animales. Concentraciones superiores a 1,5 mg/L constituyen un riesgo de toxicidad en el medio marino, y los niveles inferiores a 200 $\mu g/L$ presentan un riesgo mínimo. La Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura recomienda un nivel máximo para aguas de riesgo es 5 mg/L. Se ha planteado la posibilidad de un vínculo entre los niveles elevados de aluminio en los tejidos cerebrales y la enfermedad de Alzheimer. Las regulaciones de agua potable secundaria de la EPA de EE.UU especifica un nivel máximo de contaminante secundario óptimo (SMCL) de 0,05 mg/L y un SMCL máximo de 0,2 mg/L, en Colombia se tiene establecido en la resolución 2115 de 2007 un valor máximo permitido de 0,2 mg/L para aguas tratadas.

4.1. SELECCIÓN DEL MÉTODO

La Selección del método está basada en el Standard Methods vigente, por lo tanto, los métodos espectrométricos de absorción atómica (Secciones SM: 3111D y E, 3113B) y los métodos de plasma acoplados inductivamente (secciones SM: 3120 y 3125) están libres de interferencias comunes como el flúor y el fosfato, y son preferidos. El método colorimétrico de la Eriocromo Cianina R (SM: 3500_AI_B) proporciona un medio para estimar el aluminio con instrumentación más simple, es por ello que el método seleccionado para el laboratorio es el SM: 3500_AI_B. Método Eriocromo Cianina R.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 AI	Página 3 de 13	

La concentración mínima detectable por este método es ausencia de fluoruros y fosfatos complejos es de aproximadamente $6\mu\text{g/L}$.

4.2. TOMA, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LAS MUESTRAS

Recolectar las muestras en botellas limpias preferiblemente de plástico, enjuagadas con ácido clorhídrico 1:1 y analizarlas lo antes posible después de la recolección. Si solo se va a determinar el aluminio soluble, filtrar una porción de la muestra a través de un filtro de membrana de $0,45\mu\text{m}$, desechar los primeros 50mL de filtrado y usar el filtrado siguiente para la determinación. No utilice papel de filtro, algodón absorbente o lana de vidrio para filtrar cualquier solución que se vaya a analizar para determinar el aluminio, ya que puede eliminar la mayor parte de aluminio soluble.

Cristalería: Tratar toda la cristalería con HCl 1:1 y enjuagar con agua destilada libre de aluminio para evitar errores debido a los materiales absorbidos por el vidrio. Enjuagar suficientemente para eliminar todo el ácido.

4.3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

Con el colorante de eriocromo Cianina R, las soluciones de aluminio diluidas tamponadas a un pH 6,0 producen un complejo de rojo a rosa que presenta una absorción máxima a 535 nm. La intensidad del color desarrollado está influenciada por la concentración de los iones de aluminio, el tiempo de reacción, la temperatura, el pH, la alcalinidad y la concentración de otros iones en la muestra. Para compensar el color y la turbidez, el aluminio en una parte de la muestra se compleja con EDTA para proporcionar un blanco. La interferencia del hierro y manganeso, dos elementos comúnmente encontrados en el agua cuando hay aluminio, se elimina mediante la adición de ácido ascórbico. El rango óptimo de aluminio se encuentra entre 20 y 300 $\mu\text{g/L}$, pero se puede extender hacia arriba por dilución de la muestra.

4.4. INTERFERENCIAS



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 Al	Página 4 de 13	

Los errores negativos son causados tanto por el fluoruro como por los polifosfatos. Cuando la concentración de fluoruro es constante, el porcentaje de error disminuye al aumentar de las cantidades de aluminio. Debido a que la concentración de fluoruro a menudo se conoce o se puede determinar fácilmente, se pueden obtener resultados bastante precisos adicionando la cantidad conocida de fluoruro a un conjunto de estándares. Se puede determinar una corrección más simple a partir de la familia de curvas presentadas en la figura 1. El ortofosfato en concentraciones por debajo de 10 mg/L no interfiere. La interferencia causada incluso por pequeñas cantidades de alcalinidad es removida acidificando la muestra con una solución de ácido sulfúrico un poco más allá del punto de neutralización del naranja de metilo. El sulfato no interfiere hasta una concentración de 2000 mg/L.

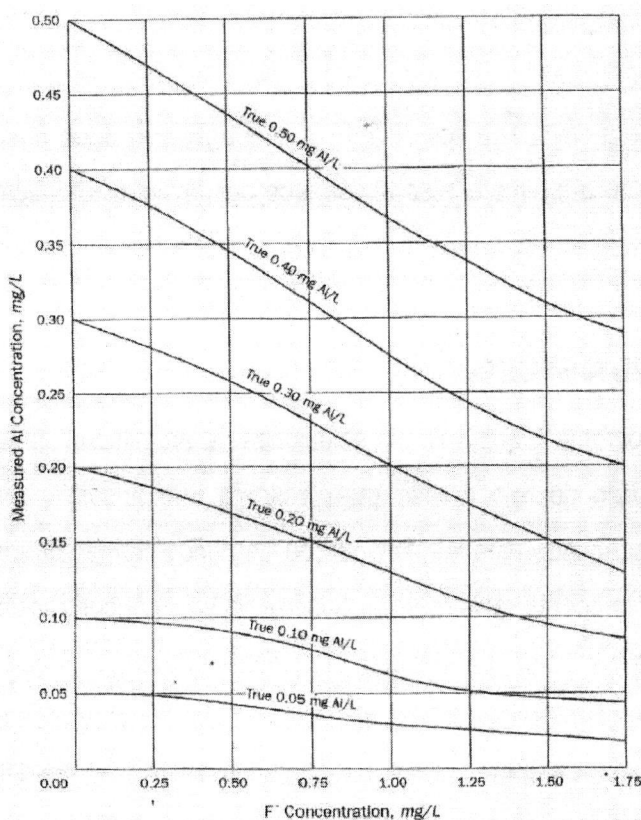


Figura 1. Curvas de corrección para la estimación de aluminio en presencia de fluoruro. Ubique los mg F- en mg/L presentes, localice el punto correspondiente a los mg Al/L aparente medidos. A partir de este punto, interpolar entre las curvas mostradas (si el punto no cae directamente en una de las curvas) para leer el valor verdadero de mg Al/L en la



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 Al	Página 5 de 13	

coordenada, que corresponde a 0,00 mg F-/L. por ejemplo, un aparente de 0,20 mg de Al/L en una muestra que contiene 1,00 mg F-/L sería actualmente de 0,30 mg Al/L si no hubiera fluoruro para interferir.

4.5. CONTROL DE CALIDAD

Verificación Continua de la Calibración (BFLs): Los analistas periódicamente usan un estándar para confirmar la confiabilidad del método. Por cada lote de muestras verifique la calibración analizando un estándar de segunda fuente cuya concentración está cerca del punto medio del rango de calibración. Los resultados deben estar dentro de las desviaciones permisibles (dentro del ± 2 y ± 3 desviación estándar de su valor real) de igual manera de los valores de la calibración inicial o de los valores o puntos específicos en la curva de calibración. Si el valor está fuera de control, tome medidas correctivas que incluyan un nuevo análisis de cualquier muestra analizada desde el último control aceptable.

Blanco de Reactivo MB: Un blanco reactivo (muestra en blanco - MB) consiste en agua de reactivo y todos los reactivos (incluidos los conservantes) que normalmente están en contacto con una muestra durante todo el procedimiento analítico. El blanco de reactivo se usa para determinar si los reactivos y los pasos preparativos analíticos contribuyen a la incertidumbre de medición y de qué manera. Incluir un blanco de reactivo con cada 10 muestras y después de la última. Evalúe el resultado del reactivo en blanco para la contaminación; si los niveles de contaminación son inaceptables, identifique y elimine la fuente.

Los resultados positivos de la muestra son sospechosos si los analitos en el blanco del reactivo son $> 1/2$ LRM (Límite mínimo de Reporte). Las muestras analizadas con un blanco contaminado deben prepararse nuevamente y analizarse a menos que las concentraciones sean ≥ 10 veces que las del blanco, las concentraciones no sean detectables o el analista acepte datos calificados.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 AI	Página 6 de 13	

Matriz Fortificada de Laboratorio: Una matriz fortificada de laboratorio (MFL) es una porción adicional de muestra a la que se agrega una cantidad conocida de los analitos de interés antes de la preparación de la muestra.

La MFL se usa para evaluar la recuperación del analito en una matriz de muestra. Se debe incluir al menos un MFL con cada conjunto de muestras (lote). Se adiciona una concentración que sea al menos 10 veces el LR, o menor o igual que el punto medio de la curva de calibración, o el nivel especificado del método para la(s) muestra(s) seleccionada(s). El analista debe usar la misma concentración que para blanco fortificado del laboratorio de segunda fuente (BFLs) para permitir que los analistas separen el efecto de la matriz del rendimiento del laboratorio. Prepare MFLs de la misma fuente de referencia utilizada para BFLs. Criterio de aceptación del % recuperación 70% al 130%.

Duplicado de muestra / Matrices fortificadas de laboratorio por duplicado: Las muestras duplicadas se analizan para estimar la precisión. Un duplicado MFL es una segunda porción de la muestra a la que se agrega una cantidad conocida del analito(s) de interés antes de la preparación de la muestra. Si se recolecta suficiente volumen de muestra, recolecta, esta segunda porción de muestra se agrega y procesa de la misma manera que el MFL. Como mínimo, incluya una muestra duplicada o un duplicado MFL con cada conjunto de muestras (lote) y procesarlo independientemente a través de la preparación y el análisis de la muestra completa. Evalúe el resultado duplicado de MFL para precisión y exactitud (precisión solo para muestras duplicadas). Criterio de aceptación: De acuerdo a los límites establecidos del %RPD.

Verificación de límite de detección del método (LDM) y Límite Mínimo de Reporte (LRM): Con cada lote analítico, se incluye la verificación del límite de reporte y se debe asegurar que cumpla con los criterios de aceptación con un rango de tolerancia de +/- 50%. De lo contrario, vuelva a analizar los resultados completos del lote. Si el LRM tiene un sesgo alto, las muestras no detectadas (ND) se pueden reportar con indicadores si el método o la reglamentación lo permiten.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 Al	Página 7 de 13	

Nota: Los resultados de los controles de calidad deben graficarse en el formato STLABFO-16 "Gráficos de control"

4.6. SEGURIDAD LABORAL

Utilizar los implementos de seguridad, de acuerdo con lo señalado en el procedimiento STMH-01 de Higiene y Seguridad Laboral (Bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro mixto de vapores ácidos y orgánicos, guantes de caucho) de acuerdo a la actividad realizada. Se realiza recolección de residuos en recipiente plástico y se rotula para recolección y disposición final con empresa externa.

4.7. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

4.7.1. EQUIPOS Y MATERIALES

Para la metodología seleccionada pueden ser usados equipos colorimétricos como:

- Espectrofotómetro, para uso a 535 nm, con un paso de luz de 1 cm o más.
- Fotómetro de filtro, que proporcione una trayectoria de luz de 1cm o más y que esté equipado con un filtro verde con una transmitancia máxima entre 525 y 535 nm.
- Tubos Nessler de 50mL, de forma alta, emparejado.
- Matraces volumétricos 50, 100 y 1000 mL.
- Pipetas volumétricas: 5, 10, 25 y 50 mL
- Celdas de vidrio de 1 cm o más.
- Medidor de pH para la determinación de alcalinidad.
- Beakers de 100 mL

4.7.2. REACTIVOS Y ESTÁNDARES

Utilice reactivos bajos en aluminio y agua a destilada sin aluminio.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 Al	Página 8 de 13	

Solución Madre de aluminio (500 mg/L): Utilice Aluminio en solución patrón trazable de 1000 mg/L Al (1) o la sal de $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (2) para preparar la solución de stock; 1,00 mL = 500 μg Al:

- a. **Solución patrón trazable (1000mg Al/L):** Disolver 50 mL de la solución de aluminio trazable de 1000 mg/L de Al en un matraz aforado de 100 mL con agua destilada.
- b. **Sal del sulfato de aluminio y potasio:** Disolver 8,791 g de sulfato de aluminio y potasio (también llamado aluminio potasio) $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ en agua y diluir a 1000 mL. Corregir este peso dividiendo por la fracción decimal de $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ en reactivo utilizado.

Solución estándar de aluminio (5 mg/L): De la solución madre de aluminio de 500 mg/L preparada anteriormente, tomar 1 mL y diluir en 100 mL de agua. 1 mL Al = 5.00 μg Al.

Nota: Se debe preparar diariamente.

Solución estándar de aluminio (0.5 mg/L): De la Solución estándar de 5 mg/L preparada el mismo día, medir 50mL y diluir en 500 mL de agua. 1 mL Al = 0,500 μg Al.

Nota: Se debe preparar diariamente.

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0.02 N y 6 N

Ácido ascórbico: Disolver 0,1 g de ácido ascórbico en agua destilada y aforar a 100 mL en un matraz volumétrico.

Nota: Preparar diariamente.

Reactivo de búfer: Disolver 136 g de Acetato de Sodio trihidratado, $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en agua, adicionar 40 mL de ácido acético 1N y diluir a 1 L.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 Al	Página 9 de 13	

Solución Madre Coloreadora (Eriocromo Cianina R): Disolver 300 mg de colorante en aproximadamente 50 mL de agua destilada. Ajustar el pH alrededor de 9 a aproximadamente 2,9 con ácido acético 1+1 (son necesarios aproximadamente 3 mL) completar con agua en matraz aforado a 100 mL.

Nota: La solución de stock tienen una excelente estabilidad y se pueden mantener durante al menos un año.

Solución Coloreadora de trabajo: Diluir 10 mL de solución Coloreadora madre y aforar a 100 mL en matraz volumétrico con agua destilada.

Nota: La solución de trabajo es estable durante 6 meses.

EDTA 0.01M: Disolver 3,7 g con agua y diluir a 1000 mL

Hidróxido de sodio (NaOH) 1N y 01N

5. DESARROLLO

5.1. PREPARACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN

Preparar una serie de estándares de aluminio de 0 hasta 250 $\mu\text{g/L}$ (0 a 0,25 mg/L), con base en una muestra de 25mL midiendo con precisión los estándares de aluminio en matraces aforados de 50mL, tal como se muestra en la tabla 1, luego adicionar agua hasta completar un volumen aproximado de 25mL.

Tabla 1. Preparación curva de calibración.

Estándar	Concentración mg/L	Volumen del estándar 0,5 mg/L
Blanco	0	Agua destilada
1	0,02	2 mL
2	0,05	5 mL
3	0,1	10 mL



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 Al	Página 10 de 13	

4	0,15	15 mL
5	0,20	20 mL
6	0,25	25 mL

Como se debe ajustar el instrumento con un cero de absorbancia (blanco) que no contenga aluminio se recomienda adicionar 1mL de EDTA 0.01M (**SOLO AL BLANCO**). Seguidamente adicionar 1mL de ácido sulfúrico H_2SO_4 0,02N en cada uno de los estándares y mezclar. Adicione 1 mL de ácido ascórbico que se prepara el mismo día. Con una pipeta volumétrica, adicionar 5 mL de solución coloreadora de trabajo y mezclar. Inmediatamente llevar a 50 mL con agua destilada. Mezclar y dejar reposar durante 5 a 10 min. El color empieza a desaparecer luego de 15 min.

Leer la transmitancia o absorbancia en un espectrofotómetro usando una longitud de onda de 535 nm o un filtro verde que proporcione una máxima transmitancia entre 525 nm y 535 nm.

Graficar la concentración de Al (μg de Al en 50mL de volumen final) frente a la absorbancia.

5.2. TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS (En ausencia de fluoruros y complejo de fosfatos)

Coloque en un beaker 25 mL de la muestra o una porción diluida de la misma, titule la muestra con H_2SO_4 0.02N hasta el punto final según el procedimiento que se tenga establecido para determinar alcalinidad. Registrar el volumen y eliminar la muestra. Sirva dos veces 25 mL de la muestra en dos balones aforados de 50 mL a temperatura ambiente, adicione la misma cantidad de H_2SO_4 0.02N usado en la titulación más 1 mL de exceso.

A una de las muestras adicione 1 mL de EDTA 0.01M y márkuela como blanco de la muestra, dado que el EDTA acompleja cualquier aluminio presente y así compensa el color y la turbidez presentes en la muestra. A las dos muestras adicione 1 mL de ácido ascórbico, 10 mL de reactivo de buffer, y 5 mL con pipeta volumétrica de solución coloreadora de trabajo y mezclar. Inmediatamente llevar a 50 mL con agua destilada.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 Al	Página 11 de 13	

Ajuste el instrumento con el blanco de EDTA. Después de un tiempo de contacto entre 5 a 10 minutos, leer la absorbancia a 535nm y determinar las concentraciones de aluminio a partir de la curva de calibración preparada previamente. El resultado se debe registrar en los formatos STFO-039 Registro de Operaciones Diarias y STLABFO-29 "Registro de Resultados Primarios"

Eliminación de la Interferencia de Fosfato: Agregue 1,7 mL de H₂SO₄ 6 N a 100 mL de muestra en un Erlenmeyer de 200 mL. Caliente en una placa de calentamiento durante al menos 90 minutos, manteniendo la temperatura de la solución justo por debajo del punto de ebullición. Al final del período de calentamiento, el volumen de la solución debe ser de unos 25mL. Agregue agua si es necesario para mantenerlo en o por encima de ese volumen.

Después de enfriar, neutralice a un pH de 4,3 a 4,5 con NaOH, utilizando NaOH 1N al inicio y 0.1N para el ajuste final. Monitoree con un medidor de pH. Complete hasta 100 mL con agua, mezcle y use una porción de 25 mL para la prueba de aluminio. Ejecute un blanco de la misma manera, utilizando 100 mL de agua destilada y 1,7 mL de H₂SO₄ 6 N. Reste la lectura del blanco de la lectura de la muestra o utilícela para configurar el instrumento en absorbancia cero antes de leer la muestra.

Corrección para Muestras que Contienen Fluoruro: Mida la concentración de fluoruro de la muestra mediante SPADNS o método de electrodo. O bien:

Agregue la misma cantidad de fluoruro que en la muestra a cada estándar de aluminio, o b) Determine la conexión de fluoruro de las curvas de la Figura 1

5.3. CÁLCULOS Y EXPRESION RESULTADOS

$$mg\ Al /L = \frac{mg\ Al\ (en\ 50\ mL\ volumen\ final)}{mL\ muestra}$$

Se debe registrar el resultado en los formatos STFO-039 Registro de Operaciones Diarias y STLABFO-29 "Registro de Resultados Primarios"



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 AI	Página 12 de 13	

5.4. SESGO Y PRECISIÓN

Se analizó una muestra sintética que contenía 0,520 mg Al/L y sin interferencia en el agua destilada mediante el método eriocromo cianina R en 27 laboratorios. La desviación estándar relativa fue del 34,4% y el error relativo del 1,7%.

Se analizó una segunda muestra sintética que contenía 0,05 mg Al/L, 0,5 mg de Ba/L, y 0,005 mg Be/L en agua destilada analizadas en 35 laboratorios. La desviación estándar relativa fue del 38.5% y el error relativo 22.0%.

Una tercera muestra sintética que contiene 0,5 mg Al/L, 0,05 mg de Cd/L, 0,11 mg Cr/L, 1 mg Cu/L, 0,3 mg Fe/L, 0,07 mg Pb/L, 0,050 mg Mn/L, 0,15 mg Ag/L, y 0,65 mg Zn/L en agua destilada se analizó en 26 laboratorios. La desviación estándar relativa fue del 28.8% y un error relativo del 6.2%.

Se analizó una cuarta muestra sintética que contiene 0,54 mg Al/L y 2,5 mg de polifosfato/L en agua destilada en 16 laboratorios que hidrolizó la muestra de la manera prescrita. La desviación estándar fue del 44.3% y un error relativo del 1,3%. En 12 laboratorios que no aplicaron medidas correctivas, la desviación estándar relativa fue del 49.2% y el error relativo del 8.9%.

Se analizó una quinta muestra sintética que contenía 0,48 mg Al/L y 0,75 mg de F/L en agua destilada en 16 laboratorios que se basaron en la curva para corregir el contenido de fluoruro. La desviación estándar relativa fue del 25.5% y el error relativo del 2.3%. Los 17 laboratorios que agregaron fluoruro a los estándares de aluminio mostraron una desviación estándar relativa del 22.5% y un error relativo del 7.1%.

6. REGISTROS

STFO-039 Registro de Operaciones Diarias

STLABFO-16 "Gráficos de control"

STLABFO-29 "Registro de Resultados Primarios"

7. ANEXOS



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-11	Versión 01
Instructivo de Aluminio. SM: 3500 AI	Página 13 de 13	

7.1. REFERENCIAS

- Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. Version vigente. Washington, DC.
- NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración.