



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-AA-046-1981

**“ANALISIS DE AGUA.- DETERMINACION DE ARSENICO.-
(METODO ESPECTROFOTOMETRICO)”**

*“ANALYSIS OF WATER.- DETERMINATION OF ARSENIC.-
(SPECTROPHOTOMETER METHOD)”*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta Norma Mexicana participaron los siguientes organismos e Instituciones:

- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.-
Subsecretaría del Mejoramiento del Ambiente.-
Dirección de Saneamiento del Agua.

- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.-
Centro de Investigación y Entrenamiento para Controlar la Calidad del Agua.

- COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD.-
Laboratorio.

- FERTILIZANTES DE MEXICO, S.A DE C.V.-
Subgerencia de Investigación.

- LABORATORIOS NACIONALES DE FOMENTO INDUSTRIAL.-
Departamento de Contaminación.

“ANALISIS DE AGUA.- DETERMINACION DE ARSENICO.- (METODO ESPECTROFOTOMETRICO)”

“ANALYSIS OF WATER.- DETERMINATION OF ARSENIC.- (SPECTROPHOTOMETER METHOD)”

1 OBJETIVO

Esta Norma mexicana establece el método espectrofotométrico con dietil ditio carbamato de plata, para la determinación de arsénico en agua.

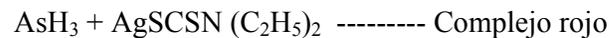
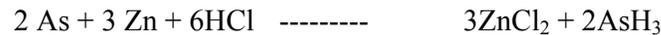
2 CAMPO DE APLICACION

Este método es aplicable en aguas naturales, residuales, estuarinas y costeras.

3 FUNDAMENTO

El arsénico se reduce a arsina por el zinc en solución ácida, la arsina pasada a través de un depurador y después a un tubo absorbente que contenga dietil ditio carbamato de plata, para la formación de un complejo rojo soluble cuyo color es proporcional al contenido de arsénico en la muestra.

3.1 Reacciones



4 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las Normas mexicanas en vigor siguiente:

- | | |
|------------|---|
| NMX-AA-003 | “Aguas residuales.- Muestreo”. |
| NMX-AA-014 | “Cuerpos receptores.- Muestreo”. |
| NMX-BB-014 | “Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorios”. |
| NMX-Z-001 | “Sistema general de unidades de medida.- Sistema (SI) de unidades”. |

5 REACTIVOS Y MATERIALES

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, cuando se hable de agua, se debe entender agua destilada y/o desionizada.

5.1 Acido Clorhídrico (HCl) concentrado

5.2 Solución de Yoduro de Potasio (KI)

Disolver 15 g de KI en 100 cm³ de agua, guardar la solución en frascos de color ámbar, con tapón esmerilado.

5.3 Solución de cloruro estanoso (SnCl₂)

Disolver 40 g de SnCl₂ V 2H₂O exento de arsénico en 100 cm³ de ácido clorhídrico concentrado.

5.4 Solución de acetato de plomo Pb (C₂H₃O₂)₂ Disolver 10 g de Pb (C₂H₃O₂)₂ V 3H₂O en 100 cm³ de agua.

5.5 Solución de dietil ditio carbamato de plata AgSCSN (C₂H₅)₂ Disolver 1 g de AgSCSN (C₂H₅)₂ en 200 cm³ de piridina (C₅H₅N), guardar esta solución en frascos de color ámbar.

5.6 Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 1N Disolver 40 g de NaOH en agua y aforar a un litro.

5.7 Granalla de Zinc de 20 a 30 mallas libre de arsénico

5.8 Solución madre de arsénico Disolver 1.320 g de trióxido de arsénico (As₂O₃) en 100 cm³ de NaOH (1 N) y aforar a 1 litro; 1.0 cm³ de esta solución equivale a 1.00 mg de As (ver 12.1).

5.9 Solución intermedia de arsénico Disolver 5.0 cm³ de la solución madre en 500 cm³ con agua. 1.0 cm³ de esta solución equivale a 10.0 μ g de arsénico.

5.10 Solución patrón de arsénico

Diluir 10.0 cm³ de la solución intermedia y aforar a 100 cm³ con agua; 1.0 cm³ de esta solución equivale a 1.0 μ g de arsénico.

6 APARATOS Y EQUIPO

6.1 Espectrofotómetro para usarse a 535 nm provisto de un paso de luz de 1 cm ó colorímetro de filtro verde con un intervalo de transmitancia de 530 - 540 nm y celdas de 1 cm.

6.2 Generador Gutzeit de arsina y tubo de absorción (ver fig. 1).

6.3 Fibra de vidrio.

6.4 Equipo común de laboratorio.

7 MUESTREO Y CONSERVACION DE LA MUESTRA

7.1 El muestreo se hace de acuerdo a las Normas NMX-AA-003 "Aguas residuales.-Muestreo" y NMX-AA-014 "Cuerpos receptores.-Muestreo", según el caso.

7.2 Las muestras se colectan en frascos de polietileno y se pueden preservar en refrigeración de 277K a 278K (4 a 5° C).

8 INTERFERENCIAS

8.1 El cromo, cobalto, cobre, mercurio, molibdeno, níquel, platino y plata pueden interferir cuando la concentración presente de alguno de ellos en el agua sea mayor de 10 mg/l.

8.2 Trazas de sales de antimonio forman la estibina con la arsina que desarrolla un color rojo que interfiere en el análisis.

8.3 Las interferencias antes mencionadas son poco comunes, sin embargo cuando estén presentes deben eliminarse. (ver.12.2).

9 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

9.1 Tomar volúmenes de la solución patrón (Ver. 5.9) como se muestra en la tabla 1, diluir con agua a 35 cm³ tratarlas como se describen en el inciso 10 graficar las lecturas obtenidas contra las concentraciones de arsénico.

10 PROCEDIMIENTO

10.1 Tomar 35 cm³ de muestra o una alícuota y pasarla al frasco generador, agregar 5 cm³ de HCl concentrado y agitar cuidadosamente.

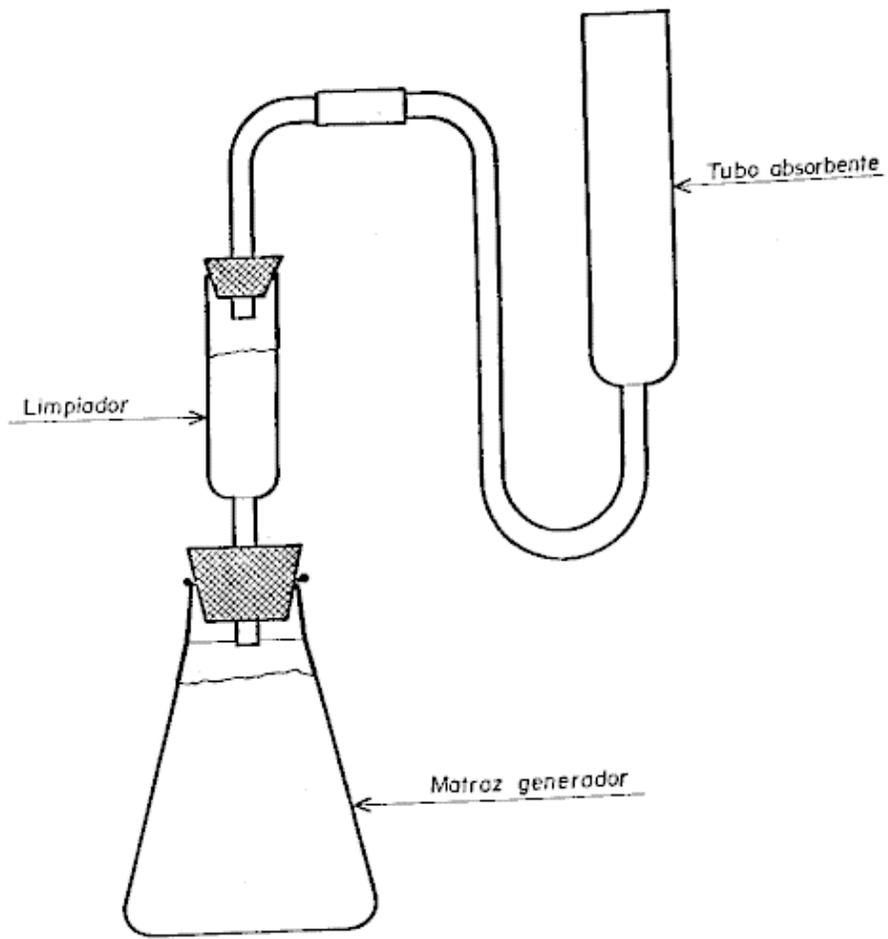


FIGURA 1. - APARATO GENERADOR DE ARSINA

10.2 Agregar 2 cm³ de la solución de KI y 0.4 cm³ de la solución de SnCl₂ agitar cuidadosamente, dejar reposar 15 minutos para que el arsénico se reduzca a estado trivalente.

10.3 Impregnar la fibra de vidrio con la solución de acetato de plomo y colocarla en el limpiador.

10.4 Montar el aparato generador de arsina (Ver fig. 1). Medir con pipeta 4.0 cm³ del reactivo de dietil ditio carbamato de plata en el tubo absorbente

10.5 Agregar 3 g de zinc metálico al frasco generador e inmediatamente conectarlo al tubo limpiador asegurándose que estén herméticamente unidos.

10.6 Dejar durante 30 minutos que se genere la arsina, calentando los primeros 15 minutos de 303 K a 308K (30 a 35°C) (ver apéndice 12.3), enfriar gradualmente el matraz generador.

10.7 Verter la solución del tubo absorbedor a una celda y medir la absorbancia de la solución a 535 nm usando un testigo como referencia (ver apéndice 12.4).

NOTA: El testigo se corre como las muestras, pero únicamente con agua.

TABLA 1

cm ³ de la solución patrón	µg de arsénico.
0.0	0.0
0.1	0.1
0.5	0.5
1.0	1.0
2.0	2.0
5.0	5.0
10.0	10.0

11 CALCULOS

11.1 Las concentraciones de arsénico se calculan por medio de la siguiente fórmula:

$$C = \frac{A}{V}$$

Donde:

C = concentración de arsénico, en mg/l

A = cantidad de arsénico leído en la curva, en µ g

V= volumen de la muestra, en cm³

12 APENDICE

12.1 La solución madre de arsénico es sumamente tóxica.

12.2 Para la eliminación de las interferencias, seguir el procedimiento descrito en la referencia bibliográfica 13.4

12.3 En el tubo absorbedor debe burbujear la arsina, si no hay burbujeo, verificar todas las conexiones.

12.4 Las celdas deben de estar perfectamente limpias y libres de ralladuras, deben enjuagarse con la solución que se va a analizar.

13 BIBLIOGRAFIA

13.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association. 14 th Edition 1975.

13.2 Determinación fotométrica de arsénico con dietil ditio carbamato de plata (Inorganic Chemistry Institute, Tech).

Hochsch, Hanover - Germany. Z, Analyt Chem. 1967. PP. 229-4 PP. 261-266.

13.3 Standard Methods of Chemical Analysis Scott W.W.D Van Nostrand Co. 5th Edition 1939, Vol. 1 PP. 102.

13.4 Encyclopedia of Industrial Analysis Vol. 6 pag. 237-240 Edit. Interscience Publishers 1968 N.Y.

14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

No concuerda con ninguna Norma Internacional.

México, D.F., Julio 6, 1991

EL DIRECTOR GENERAL.



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Esta Norma cancela a la: NMX-AA-046-1978