

CETESB	ÁGUA - DETERMINAÇÃO DE ARSÊNIO INORGÂNICO TOTAL - MÉTODO DO DIETILDITIOCARBAMATO DE PRATA	L5.104
	Método de ensaio	AGO/93

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Documento complementar
- 3 Aparelhagem
- 4 Execução do ensaio
- 5 Resultados

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de arsênio inorgânico em amostras de água natural e de abastecimento, e de efluentes domésticos e industriais, pelo método do dietilditiocarbamato de prata.

Nota: Em alguns casos de efluentes, pode ser necessária uma digestão prévia.

1.2 Este método se aplica à determinação de arsênio inorgânico total em concentrações acima de 0,01 mg/L As.

2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

- Guia de Coleta e Preservação de amostras de água, CETESB, 1988.

3 APARELHAGEM

3.1 Conjunto gerador de arsina, conforme Figura, constante de:

- a) balão de ebulição, fundo chato, 250 mL, de vidro borossilicato (A);
- b) tubo purificador de gás, capacidade 25 mL, contendo algodão ou lã de vidro embebido em acetato de chumbo, conecta do ao balão através de rolha de borracha (B). Pode-se usar uma pipeta de 25 mL;
- c) tubo absorvedor de arsina (C), capacidade 30 mL, conectado ao tubo purificador de gás através de tubo de tygon e rolha perfurada (D). Pode-se usar uma pipeta de 30 mL.

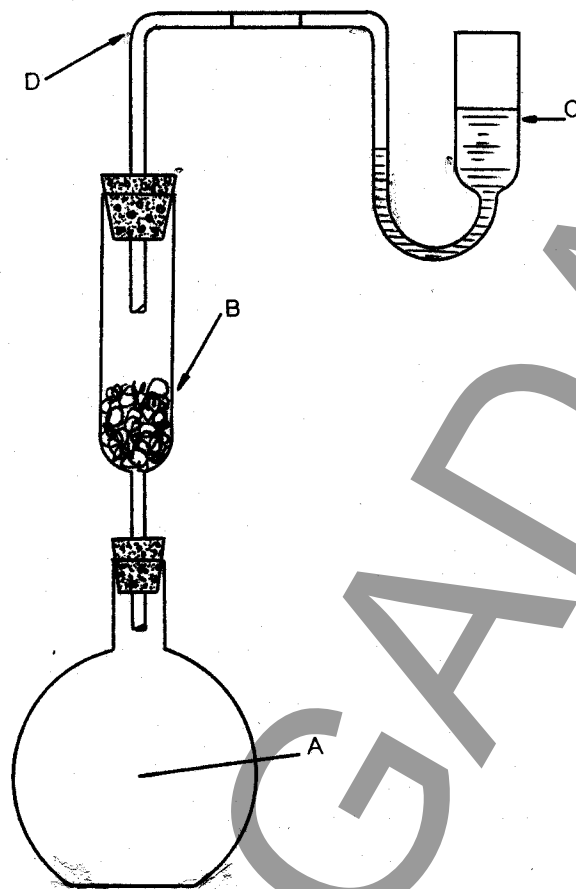


FIGURA - Conjunto gerador de arsina

- 3.2 Béqueres, de diversos volumes.
- 3.3 Pipetas graduadas, de diversos volumes.
- 3.4 Pipetas volumétricas, de diversos volumes.
- 3.5 Balões volumétricos, de diversos volumes.
- 3.6 Espectrofotômetro, para uso a 530-540 nm.
- 3.7 Chapa de aquecimento.

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO

4.1 Princípio do método

Os compostos inorgânicos de arsênio são reduzidos a arsina, AsH_3 ,

pelo zinco em meio ácido. A arsina é purificada pela passagem através de 1 $\frac{1}{2}$ l de vidro embebida em solução de acetato de chumbo e recolhida numa solução de dietilditiocarbamato de prata. Forma-se um complexo solúvel entre a arsina e o dietilditiocarbamato de prata, de coloração amarelada a vermelha. A intensidade da coloração, medida em espectrofotômetro a 535 nm, é proporcional à concentração de arsênio.

4.2 Interferentes

4.2.1 Cromo, cobre, cobalto, mercúrio, molibdênio, níquel, platina e prata interferem na transformação do arsênio em arsina.

4.2.2 Antimônio interfere, fornecendo um composto vermelho, de absorvância máxima a 510 nm.

4.2.3 Sulfeto interfere no desenvolvimento da cor, porém é retido no purificador de gás, na forma de H₂S.

4.3 Reagentes

Todos os reagentes devem ser p.a.-A.C.S.

4.3.1 Ácido clorídrico, HCl, concentrado.

4.3.2 Zinco granulado, ABNT 0,840-0,600 mm, de baixo teor de arsênio.

Nota: As peneiras ABNT 0,840-0,600 mm equivalem às de no 20-30 (mesh) da série U.S., do Bureau of Standards, dos EUA.

4.3.3 Piridina.

4.3.4 Solução de iodeto de potássio

Dissolver 15 g de iodeto de potássio, KI, em 100 mL de água destilada e desionizada.

Nota: Guardar em frasco âmbar.

4.3.5 Solução de cloreto estano

Dissolver 40 g de cloreto estano, SnCl₂.2H₂O, de baixo teor de arsênio, em 100 mL de ácido clorídrico concentrado.

4.3.6 Solução de acetato de chumbo

Dissolver 10 g de acetato de chumbo, Pb(C₂H₃O₂)₂.3H₂O, em 100 mL de água destilada e desionizada.

4.3.7 Solução de dietilditiocarbamato de prata

Dissolver 1 g de dietilditiocarbamato de prata, AgSCSN(C₂H₅)₂ em

200 mL de piridina.

Nota: Guardar em frasco âmbar.

4.3.8 Solução-estoque de arsênio

Dissolver 1,320 g de trióxido de arsênio, As_2O_3 , padrão primário, em 10 mL de água destilada e desionizada, contendo 4 g de hidróxido de sódio, NaOH, e elevar a 1000 mL.

Nota: 1,00 mL = 1,00 mg As.

4.3.9 Solução intermediária de arsênio

Diluir 5,00 mL da solução-estoque (4.3.8) a 500 mL com água destilada, em balão volumétrico (SOLUÇÃO TÓXICA).

Nota: 1,00 mL = 10,0 μ g As.

4.3.10 Solução-padrão de arsênio

Diluir 10,0 mL da solução intermediária (4.3.9) para 100 mL com água destilada e desionizada em balão volumétrico.

Nota: 1,00 mL = 1,00 μ g As.

4.4 Coleta de amostras

4.4.1 As amostras para determinação de arsênio devem ser coletadas conforme Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, da CETESB.

4.5 Procedimento

4.5.1 Processamento da amostra

4.5.1.1 No balão (A) do gerador de arsina, colocar 35 mL de amostra (ou de uma diluição conveniente da amostra), adicionando a seguir, sucessivamente e com agitação após cada adição, 5 mL de HCl (4.3.1), 2 mL de solução de iodeto de potássio (4.3.4) e oito gotas de solução de cloreto estânico (4.3.5).

4.5.1.2 No absorvedor (C), colocar 6 mL de solução de dietildi tiocarbamato de prata (4.3.7).

4.5.1.3 No tubo purificador (B), colocar 1 $\frac{1}{2}$ de vidro embebida na solução de acetato de chumbo (4.3.6), sem excesso.

4.5.1.4 Adicionar 3 g de zinco granulado (4.3.2) no balão (A) e imediatamente unir (C) com (B) pelo tubo de tygon e rolha perfurada.

4.5.1.5 Agitar cuidadosamente e aquecer lentamente, controlando

o borbulhamento no absorvedor de arsina para mantê-lo lento, por cerca de 30 minutos.

4.5.1.6 Cessar o aquecimento e desconectar imediatamente o sistema para impedir o refluxo.

4.5.1.7 Transferir a solução do absorvedor para um tubo de 18 mm e medir a % de transmitância em espectrofotômetro a 535 nm.

4.5.1.8 Efetuar uma prova em branco, procedendo com 35 mL de água destilada e desionizada, conforme 4.5.1.1 a 4.5.1.6, e utilizá-la para ajustar o aparelho em 100% T.

4.5.2 Construção da curva de calibração

4.5.2.1 Preparar soluções-padrão de várias concentrações de arsênio, fazendo diluições da solução-padrão (4.3.10) em balão volumétrico, conforme a Tabela.

TABELA - Preparo de soluções-padrão

Concentração de As, mg/L	Volume de solução 4.3.10 a elevar a 1000 mL com água destilada e desionizada, mL
0,01	10
0,02	20
0,04	40
0,10	100
0,20	200

4.5.2.2 Tratar cada uma dessas soluções conforme 4.5.1.1 a 4.5.1.7, utilizando o branco para ajustar o aparelho em 100% T.

4.5.2.3 Construir uma curva % transmitância x mg As/L, utilizando o papel monolog, e, a partir dessa curva, elaborar uma tabela % transmitância x mg As/L.

Notas: a) Opcionalmente, pode-se fazer a regressão linear dos pares absorvância x concentração, e, com a equação obtida, elaborar uma tabela.

b) A curva de calibração vale para um determinado aparelho e deverá ser feita nova curva cada vez que forem preparados ou utilizados novos reagentes, ou for feita alguma alteração no aparelho.

5 RESULTADOS

5.1 A concentração de As é dada por:

$$\text{mg As/L} = \text{mg As} \times F$$

onde:

mg As é obtido da curva de calibração
F = fator de diluição da amostra

REVOGADA