



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-266-1970

**"METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE
ARSENICO"**

" ARSENIC DETERMINATION TEST METHOD "

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

"METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE ARSENICO"

" ARSENIC DETERMINATION TEST METHOD"

1 ALCANCE

1.1 La presente norma establece el método para la determinación de arsénico.

1.2 El método se aplica cuando la concentración de arsénico varía de 0.0001% a 0.0005%.

2 APARATOS Y EQUIPO

El aparato (ver fig. 1) consiste en un matraz Erlenmeyer (generador de arsina) con boca esmerilada (a), provisto a una columna de rectificación (c) y un tubo de absorción (e). El matraz Erlenmeyer y la columna de rectificación así como el tubo de absorción se debe ensamblar con unidades esféricas o tipo rótula (b y d).

Dentro del tubo de absorción se coloca ya sea un disco sellado o bien pedacera de vidrio en el objeto de que el flujo de gas sea uniforme (ver 6.1.1).

- Espectrofotómetro.
- Equipo usual de laboratorio.

3 MATERIALES Y REACTIVOS

3.1 Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser reactivos analíticos a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada.

- Acido sulfúrico concentrado libre de arsénico.
- Peróxido de hidrógeno al 30%.
- Solución del ácido sulfúrico 1:5.
- Solución de Ioduro de potasio al 15%.
- Solución de cloruro estano.- Se disuelven 40 g de cloruro estano dihidratado $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de ácido clorhídrico concentrado la solución se envasa en un recipiente de vidrio y puede emplearse durante 3 meses.
- Algodón impregnado con solución saturada de acetato de plomo.-El algodón se sumerge en la solución saturada de acetato de plomo, se exprime el exceso de solución y se deja secar a un desecador al vacío.

- Reactivo dietilditiocarbamato de plata.-Se preparan dos soluciones.

Solución 1.-Se pesan 1.7 g de nitrato de plata (AgNO_3) y se disuelve en 100 ml de agua.

Solución 2.-Se pesan 2.3 g de dietilditiocarbamato de sodio $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCSSNa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y se disuelve en 100 ml de agua.

Las soluciones 1 y 2 se enfrían hasta que su temperatura sea menor de 20°C y se mezcla lentamente y con agitación constante.-Una vez mezcladas se filtra a través de un crisol de vidrio poroso o de un embudo Büchner. El precipitado amarillo se lava con 200ml. de agua fría. La sal se coloca en un desecador al vacío durante 2 ó 3 horas (ver 6.1.2).

- Solución de dietilditiocarbamato de plata .- se pesa 1 g de dietilditiocarbamato de plata $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCSSAg}$ y se disuelve con 200 ml de piridina.

Esta solución se envasada en un recipiente color ámbar y se puede emplear durante un mes.

- Trióxido de arsénico (As_2O_3).-Se pulveriza finalmente y se coloca en un desecador al vacío durante 24 horas.

- Solución patrón de arsénico.-Se pesan 0.132 g de As_2O_3 y se disuelven en 5 ml de solución de NaOH 1:5. Se neutraliza con solución de ácido sulfúrico diluido y se agregan 10 ml de exceso.

- La solución anterior se transfiere cuantitativamente a un matraz volumétrico de 100 ml y se afora.

De esta solución se toma una alícuota de 10 ml y se coloca en otro matraz volumétrico de 1000 ml, se adicionan 10 ml de solución diluida de ácido sulfúrico y se afora. Esta solución contiene 0.000001 g de As/ml.

- Granalla de zinc.

3.2 Preparación de la gráfica de calibración

3.2.1 La columna de rectificación (c) (ver fig. 1) se empaca con dos trozos de algodón impregnados con solución de acetato de plomo, procurando que éstos no se apelmacen y que queden separados. Las juntas b y c se deben lubricar con grasa de silicones y se ensamblan la columna de rectificación y la columna de absorción.

3.2.2 De la solución que contiene 0.000001 g As/ml se toman alícuotas de 1, 2, 3, 4 y 5 ml y se colocan cada una separadamente en el matraz generador de arsina, en cada caso se agrega agua hasta que se alcance un volumen de 35 ± 2 ml.

3.2.3 Se adicionan 20 ml de solución de ácido sulfúrico 1:5, 2 ml de solución de Ioduro de potasio al 15% y 0.5 ml de solución de cloruro estanoso. Se mezcla bien.

3.2.4 En la columna de absorción se colocan 3 ml de solución de dietilditiocarbamato de plata y 3 g de granalla de zinc, inmediatamente se arma el aparato completo (ver fig.

1) y se deja reaccionar durante 45 minutos a una temperatura no menor de 25°C. El matraz se agita nuevamente cada 10 min.

3.2.5 El tubo de absorción se desconecta del aparato y se transfiere una parte del contenido a una celda de absorción de 1 cm de espesor.

3.2.6 El 100% de transmisión del aparato se fija con solución de dietilditiocarbamato de plata y finalmente se determina el porcentaje de transmisión de cada una de las alícuotas tratadas.

3.2.7 Con los datos obtenidos se construyen la gráfica de calibración.

4 PROCEDIMIENTO

4.1 Preparación de la solución de muestra.- Se pesa 1 g del producto por analizar y se coloca dentro del matraz Erlenmeyer (generador de arsina) se agregan 5 ml de ácido sulfúrico y una perlas de vidrio. Se calienta en una parrilla eléctrica hasta que se inicie la carbonización. Si es necesario se agrega más ácido sulfúrico pero la cantidad total no debe ser mayor de 10 ml.

4.2 Después de oxidación con ácido sulfúrico se añade gota a gota peróxido de hidrógeno.

PRECAUCION: Algunas sustancias reaccionan violentamente cuando se digieren con peróxido de hidrógeno por lo que se deben tomar las precauciones necesarias.

En cada adición de peróxido (ver 6.1.3.) se deja que la reacción cese y una vez que la solución está en reposo se calienta, esta operación se debe repetir tantas veces hasta lograr la desaparición de la materia orgánica, lo que es notorio por la aparición de humos blancos de SO₃ y la solución quede completamente clara.

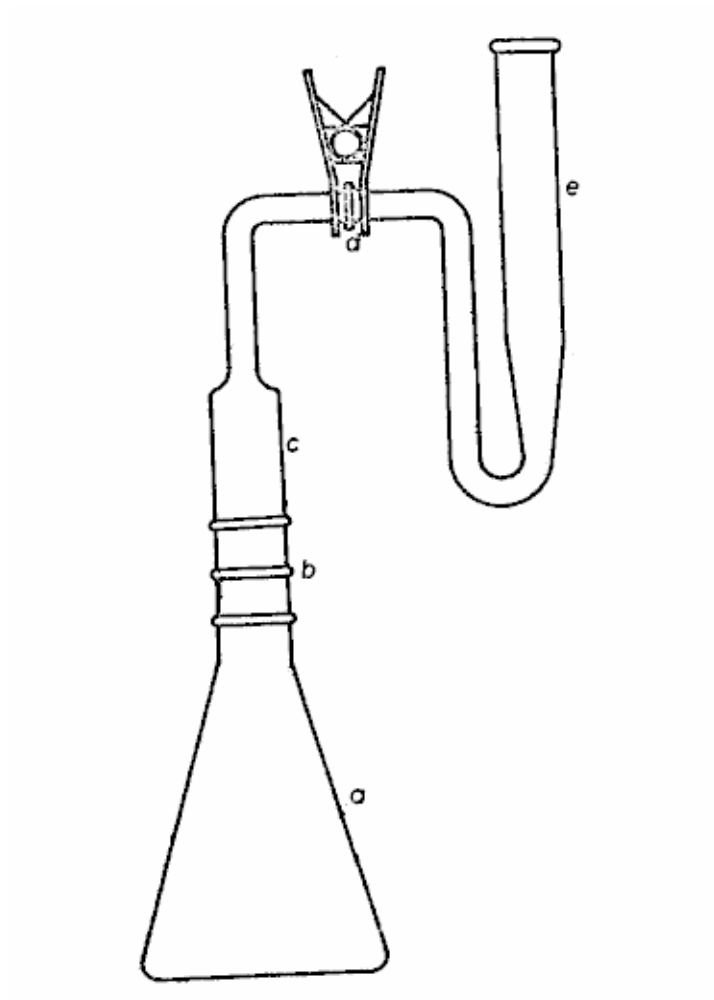


FIGURA 1.- APARATO PARA DETERMINACION DE ARSENICO

4.3 Se deja enfriar, se agregan cuidadosamente 10 ml de agua y se evapora nuevamente hasta la aparición de humos blancos.

4.4 Se deja enfriar el líquido residual se diluye con 10 ml de agua lavando con ésta las paredes del matraz y finalmente se diluye a 35 ± 2 ml.

4.5 Cuando se trate de muestra solubles los pasos anteriores (4.1., 4.2., 4.3. y 4.4.) se eliminan y la solución de muestra se prepara pesando 1 g del producto por analizar y se diluye con agua hasta el volumen indicado.

Una vez que se tiene la solución de muestra se siguen los pasos que se indicaron en la preparación de la gráfica de calibración a partir de la adición del ácido sulfúrico diluido (3.2.3.).

5 CALCULOS Y RESULTADOS

El contenido de arsénico en tanto por ciento se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{As \%} = \frac{G_1}{G} \times 100$$

donde:

G_1 = gramos de arsénico correspondientes a la cantidad obtenida a partir de la gráfica a calibración.

G = Gramos de muestra empleados.

6 APENDICE

6.1 Observaciones

6.1.1 La adición de una pequeña cantidad de isopropanol al matraz generador puede mejorar la uniformidad del flujo de gas.

6.1.2 La sal es de color amarillo y no deberá mostrar ningún cambio en esta característica después de un mes. Se descarga el material que muestre cambios en color y olor.

6.1.3 Las primeras gotas deben ser añadidas muy lentamente y con suficiente agitación para evitar una reacción rápida y el calentamiento debe ser discontinuado si la espuma llega a ser abundante.

6.1.4 En la evolución de arsina pueden interferir los metales tales como cromo, cobalto, cobre, mercurio, molibdeno, níquel, paladio y plata.

El antimonio, el cual forma estibina, es el único metal que parece no producir una interferencia positiva en el desarrollo del color con el dietilditiocarbamato.

México, D.F., Agosto 9, 1971
EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Jose M. Alcala A.', with a long horizontal stroke extending to the right.

ING. JOSÉ M. ALCALA A.
Fecha de aprobación y publicación: Agosto 18, 1971