

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2121-84**

**AGUA POTABLE.
DETERMINACION DE ARSENICO.
METODO DEL
DIETILDITIOCARBAMATO DE
PLATA**



TRAMITE

COMITE: CT10 ALIMENTOS

PRESIDENTE: Dr. Gustavo Toro Alayón

SECRETARIA: Ing. Milagros Díaz Suárez

SUBCOMITE: CT10/SC15 AGUA POTABLE

COORDINADORA: Ing. Milagros Díaz Suárez

Ing. María Piedad Hualde

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

INSTITUTO NACIONAL DE OBRAS
SANITARIAS (INOS)

Ninoska Castillo de Mendoza
Carlos Pimentel

MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA
SOCIAL - DIVISION DE HIGIENE DE
LOS ALIMENTOS

Ofelia Herrera
Gustavo Toro

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

María Victoria Afanador
Gladys V. de Anderson

AGUA MINERAL LOS ALPES

Milagros Polanco
Milvia Urbina

AGUA MINERAL EL CASTAÑO

Milvia Urbina

AGUA MINERAL LA ROCA

Germán Bello

AGUA MINERAL QUENEPE

Luis Betancourt

AGUA MINERAL AMAVENCA

Mary Taramona

TECNICO INDEPENDIENTE

José Luis Domínguez

C.A. INDUSTRIAS LARA - CARABOBO (INLACA)

José Quevedo

EMBOTELLADORA CRYSTAL C.A.

Andreína Castro

LABROQUIM

José Marquina

UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS
EZEQUIEL ZAMORA (UNELLEZ)

Hispano Valladares

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA

- FACULTAD DE MEDICINA - ESC. DE NUTRICION
- FACULTAD DE AGRONOMIA

Lola de Tamsut

José Cegarra

FUNDACION CIEPE

Reinaldo Lagonell

UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR

José Luis Vidaurreta

CAMARA VENEZOLANA DE LA INDUSTRIA
DE ALIMENTOS (CAVIDEA)

Manuel Cols Páez

INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION

Elba Sangronis

José F. Chávez

MINISTERIO DEL AMBIENTE Y DE LOS
RECURSOS NATURALES RENOVABLES

Mario Escalante

OFICINA DE NORMAS TECNICAS

DISCUSION PUBLICA:

Fecha de envío: 27-09-83

Duración: 45 días.

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 01-03-84

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 27-06-84

NORMA VENEZOLANA

COVENIN

AGUA POTABLE

2121-84

DETERMINACION DE ARSENICO
METODO DEL DIETILDITIOCARBAMATO
DE PLATA

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 10:XIII-010 Agua potable. Método para la toma de muestras

COVENIN 254-77 Cedazos de ensayo.

2 OBJETO

2.1 Esta norma contempla la determinación de arsénico en agua potable por el método del dietilditiocarbamato de plata.

2.2 Este método permite detectar un contenido mínimo de arsénico de 1 μg .

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

El arsénico inorgánico es reducido a arsina, AsH_3 , por el zinc en solución ácida en un generador Gutzeit. La arsina pasa, entonces, a través de un depurador que contiene lana de vidrio impregnada con solución de acetato de plomo hacia un tubo de absorción que contiene dietilditiocarbamato de plata disuelto en piridina o cloroformo. En el absorbedor el arsénico reacciona con la sal de plata formando un complejo rojo soluble adecuado para la medición fotométrica.

4 EQUIPO

4.1 GENERADOR DE ARSINA Y TUBO DE ABSORCION. Ver figura 1.

4.2 EQUIPO FOTOMETRICO. Se requiere uno de los siguientes:

- 4.2.1 Espectrofotómetro, para usarlo a 535 nm con celdas de 1 cm.
- 4.2.2 Fotómetro con filtro, se usa un filtro verde que tenga un máximo de transmitancia dentro del rango de 530 a 540 nm, con celda de 1 cm.
- 4.3 MATERIAL DE USO COMUN EN EL LABORATORIO.

5 REACTIVOS

Todos los reactivos deberán ser de grado analítico y las soluciones deberán prepararse con agua destilada, deionizada, libre de metales, con una conductancia específica entre 0,5 a 5 micromhos-cm máximo.

- 5.1 ACIDO CLORHIDRICO, HCl concentrado.
- 5.2 IODURO DE POTASIO, KI.
- 5.3 CLOROFORMO, CH₃Cl.
- 5.4 DIETILTIOCARBAMATO DE PLATA, AgSCSN (C₂H₅)₂.
- 5.5 CLORURO ESTANNOZO, Sn Cl₂.2H₂O, libre de arsénico.
- 5.6 TRIOXIDO DE ARSENICO, As₂O₃.
- 5.7 HIDROXIDO DE SODIO, NaOH.
- 5.8 ACETATO DE PLOMO, Pb(C₂H₃O₂)₂.3H₂O
- 5.9 SOLUCION DE IODURO DE POTASIO. Se disuelven 15 g de ioduro de potasio en 100 ml de agua destilada. Se guarda en una botella color ámbar.
- 5.10 REACTIVO DE CLORURO ESTANNOZO. Se disuelven 40 g de cloruro estannoso en 100 ml de ácido clorhídrico concentrado.

5.11 SOLUCION DE ACETATO DE PLOMO. Se disuelven 10 g de acetato de plomo en 100 ml de agua destilada.

5.12 1-EFEDRINA O PIRIDINA

5.13 REACTIVO DE DIETILDITIOCARBAMATO DE PLATA. Se prepara de cual quiera de las siguientes formas:

5.13.1 Se disuelve 410 mg de 1-efedrina en 200 ml de cloroformo, se añade 625 mg de dietilditio carbamato de plata y se ajusta el volumen a 250 ml con cloroformo adicional. Se filtra el reactivo y se almacena en una botella color ámbar.

5.13.2 Se disuelve 1 g de dietilditio carbamato de plata en 200 ml de piridina. Se almacena en una botella color ámbar.

5.14 ZINC, (Zn), libre de arsénico, con granulometría de 600 a $850 \mu\text{m}$ (cedazos COVENIN Nº 30 y 20 respectivamente, ver Norma Venezolana COVENIN 254).

5.15 SOLUCION PATRON DE ARSENICO. Se disuelve 1,3200g de trióxido de arsénico en 10 ml de agua destilada que contiene 4 g de hidróxido de sodio y se diluye a 1 litro con agua destilada. (1,00 ml = 1,00 mg As).

PRECAUCION. Debido a la alta toxicidad del arsénico, debe manipularse con extrema cuidado, tomando en cuenta las instrucciones del fabricante.

5.16 SOLUCION INTERMEDIA DE ARSENICO. Se diluye 5 ml de solución patrón (5.15) a un volumen de 500 ml con agua destilada. (100 ml = 10,0 μg As).

5.17 SOLUCION DE TRABAJO DE ARSENICO. Se diluye 10 ml de solución intermedia (5.16) a un volumen de 100 ml con agua destilada. (100 ml = 1,00 μg As).

6 CONDICIONES DE ENSAYO

6.1 INTERFERENCIAS

6.1.1 Aunque ciertos metales (cromo, cobalto, cobre, mercurio, molibdeno, níquel, platino y plata)interfieren en la generación de arsina, las concentraciones de estos metales presentes normalmente en el agua, no interfieren significativamente en el método.

6.1.2 Las sales de antimonio en la muestra forman estibina, la cual puede interferir con el desarrollo del color, produciendo un color rojo con una absorbancia máxima a 510 nm.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 TRATAMIENTO DE LA MUESTRA. Se transfiere con una pipeta 35 ml de la muestra (tomada según la norma COVENIN 10:XIII-010) a una botella del generador limpia. Se añade sucesivamente y mezclando cuidadosamente luego de cada adición, 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, 2 ml de solución de yoduro de potasio y 8 gotas (0,4 ml) de reactivo de cloruro estannoso. Se mantiene por 15 min para que el arsénico se reduzca a su estado trivalente.

7.2 PREPARACION DEL DEPURADOR Y DEL ABSORBEDOR

7.2.1 Se impregna la lana de vidrio dentro del depurador con solución de acetato de plomo (5.11) sin que quede demasiado húmeda ya que el agua penetrará en la solución del reactivo.

7.2.2 Se transfiere con una pipeta 4 ml de dietilditiocarbamato de plata en el tubo absorbedor.

7.3 GENERACION DE ARSINA Y MEDICION

7.3.1 Se añade 3 g de zinc al generador y se conecta inmediatamente el depurador absorbedor, ya montado. Debe asegurarse que todas

las conexiones están convenientemente ajustadas.

7.3.2 Se mantiene durante 30 min para una evolución completa de la arsina.

7.3.3 Se calienta el generador ligeramente para asegurarse que toda la arsina ha sido liberada.

7.3.4 Se vierte la solución del absorbedor directamente a una celda de 1 cm y se mide la absorbancia de la solución a 535 nm usando el blanco como referencia.

7.4 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

7.4.1 Se tratan alícuotas de solución de trabajo que contengan: 0; 1,0; 2,0; 5,0 y 10,0 μg de arsénico como se indica en los puntos 7.1 a 7.3.4

7.4.2 Se elabora la curva de calibración, graficando absorbancia obtenida contra la concentración de arsénico en el patrón.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

8.1 El contenido de arsénico en la muestra se expresa en miligramos por litro y se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\text{mg As/l} = \frac{\mu\text{g As}}{\text{ml muestra}}$$

Donde:

$\mu\text{g As}$ = microgramos de arsénico leídos en la curva patrón.

9 INFORME

El informe del ensayo deberá indicar como mínimo la siguiente información:

1. Ensayo realizado según la norma COVENIN 2121.
2. Fecha en la cual se realizó el ensayo.
3. Identificación de la muestra.
4. Resultados del ensayo.
5. Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- APHA-AWWA-WPCF. 1976. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. American Water Works Association. Water Pollution Control Federation. 14 th Edition. Washington D.C. Sección 404 A.
- 2.- APHA-AWWA-WPCF. 1980 - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 15 th Edition. Sección 303 A.

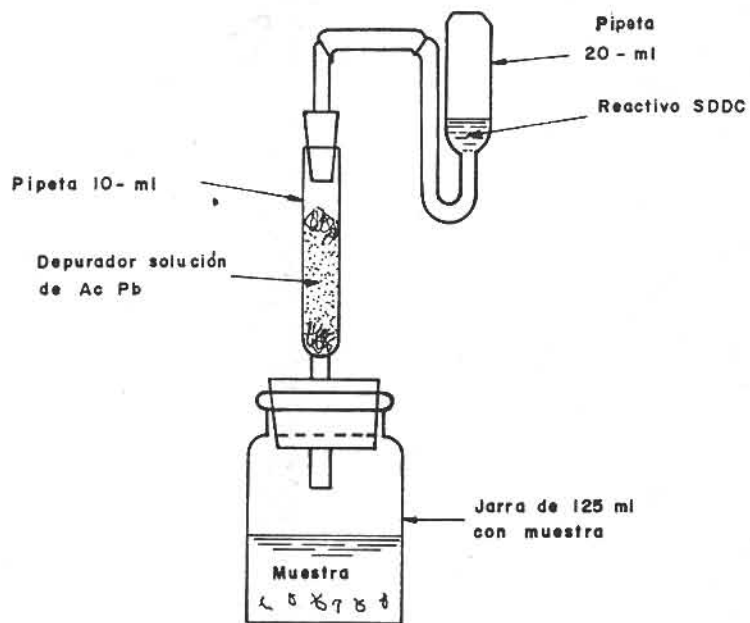


Figura 1. GENERADOR DE ARSINA Y TUBO ABSORBEDOR ACOPLADOS

**COVENIN
2121-84**

**CATEGORIA
C**

**COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO**

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12

CARACAS

publicación de :



CDU 628.1:543.3:546.19

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
