



Arsen

M68

0,02 - 0,6 mg/L As

Silberdiethyldithiocarbamat

Instrumentenspezifische Informationen

Der Test kann auf den folgenden Geräten durchgeführt werden. Zusätzlich sind die benötigte Küvette und der Absorptionsbereich der Photometer angegeben.

Geräte	Küvette	λ	Messbereich
SpectroDirect, XD 7000, XD 7500	□ 20 mm	507 nm	0,02 - 0,6 mg/L As

Material

Benötigtes Material (zum Teil optional):

Reagenzien	Form/Menge	Bestell-Nr.
Chemikalien siehe Anleitung, Bezug über Ihren Chemikalienfachhändler		

Anwendungsbereich

- Trinkwasseraufbereitung
- Rohwasserbehandlung

Vorbereitung

Folgende Reagenzien müssen eigenständig erworben werden:

1. 40 % ige Schwefelsäure p.a. (H_2SO_4 , CAS-Nr.: 7664-93-6)
2. 8,33 g Kaliumjodid (KI, CAS-Nr.: 7681-11-0) in 50 ml Wasser lösen
Hinweis: in Dunkeln ca. 1 Woche haltbar
3. 4,0 g Zinn(II)-chlorid Dihydrat ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, CAS-Nr.: 10025-69-1) in 10 ml 25 % iger Salzsäure (HCl, CAS-Nr.: 7647-01-0) lösen
4. 2,0 g Zink (Zn, CAS-Nr.: 7440-66-6, Korngröße: 0,3-1,5 mm)
5. Absorptionslösung:
0,25 g Silberdiethyldithiocarbaminat ($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{AgNS}_2$, CAS-Nr.: 1470-61-7)
und 0,02 g Brucin ($\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4$, CAS-Nr.: 357-57-3)
in 100 ml 1-Methyl-2-pyrrolidon p.a. (As < 10 ppb, Sb < 10 ppb, $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}$ CAS-Nr.: 872-50-4)

lösen und unter Lichtausschluss aufbewahren.

Wenn sich nicht alles komplett löst, die Mischung für mind. 1 Stunde rühren und anschließend filtrieren, damit eine klare Lösung erhalten wird.

Anmerkungen

1. Angemessene Sicherheitsmaßnahmen und eine gute Labortechnik müssen während des ganzen Verfahrens eingesetzt werden.
2. Reagenzien über den Chemiefachhandel beziehen. Hinweise zu Entsorgung und Handhabung der Reagenzien sind den jeweiligen Sicherheitsdatenblättern zu entnehmen.
3. Nur völlig trockene Glasgeräte verwenden.
4. Verwendung einer Rechteckküvette mit 20 mm Schichttiefe (Bestell-Nr.: 60 10 50).
Positionierung: Küvette links im Küvettenschacht einsetzen.
5. Silberdiethylendithiocarbaminat bei 4 °C lagern.
6. Im Dunkeln bei max. 20 °C ist die Absorptionslösung ca. 1 Woche haltbar.



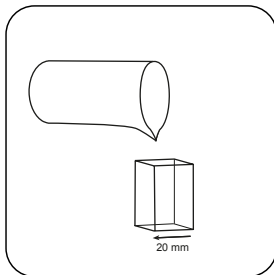
Durchführung der Bestimmung Arsen (III, IV)

Die Methode im Gerät auswählen.

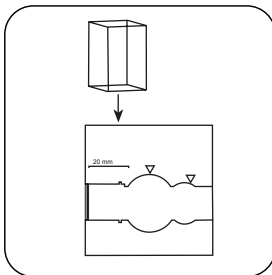
Für diese Methode muss bei folgenden Geräten nicht jedes mal eine ZERO-Messung durchgeführt werden: XD 7000, XD 7500

Probenvorbereitung: Reaktionszeiten sind exakt einzuhalten!

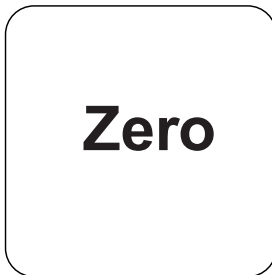
1. Die **trockene** Reaktionsapparatur im Abzug aufbauen (toxische Dämpfe!).
2. **50 mL Probe** in einen 100 mL Erlenmeyerkolben (NS 29/32) pipettieren.
3. **30 mL Schwefelsäure, 2,0 mL Kaliumiodid-Lösung und 0,3 mL Zinn(II)chlorid-Lösung** der Probe zugeben.
4. Den Kolben mit dem Stopfen verschließen, umschwenken und für **15 Minuten** stehen lassen.
5. **2,0 g Zink** einwiegen und bereitstellen.
6. Das Absorptionrohr mit exakt **5,0 mL Absorptionslösung** füllen. (Vollpipette verwenden).
7. Nach Ablauf der 15 Minuten Reaktionszeit die vorbereitete Menge Zink in den Erlenmeyerkolben geben und diesen **sofort** mit dem vorbereiteten Absorptionsrohr **verschließen**.
8. Die Arsenwasserstoffentwicklung (**Abzug!**) beginnt. **60 Minuten** Reaktionszeit abwarten.



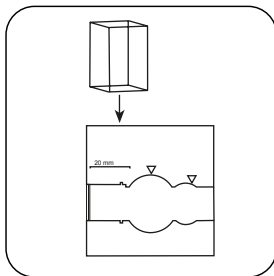
20-mm-Küvette mit **VE-Wasser** füllen.



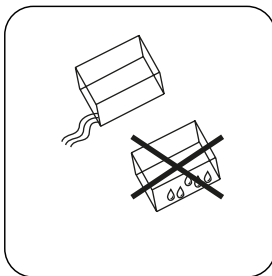
Die **Probenküvette** in den Messschacht stellen. Positionierung beachten.



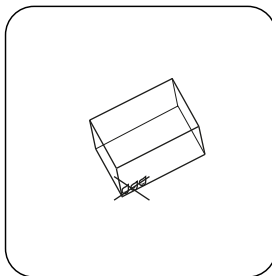
Taste **ZERO** drücken.



Die **Küvette** aus dem Messschacht nehmen.

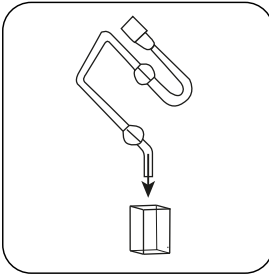


Küvette entleeren.

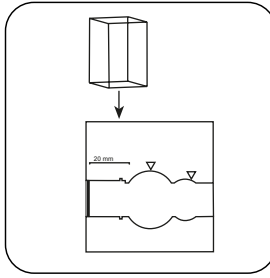


Die Küvette gut trocknen.

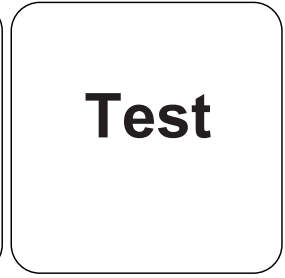
Bei Geräten, die **keine ZERO-Messung** erfordern, **hier beginnen**.



Die 20-mm-Küvette mit der angefärbten Absorptionslösung füllen.



Die **Probenküvette** in den Messschacht stellen. Positionierung beachten.



Taste **TEST** (XD: **START**) drücken.

In der Anzeige erscheint das Ergebnis in mg/L Arsen.



Chemische Methode

Silberdiethyldithiocarbamat

Appendix

Kalibrierfunktion für Photometer von Fremdherstellern

$$\text{Conc.} = a + b \cdot \text{Abs} + c \cdot \text{Abs}^2 + d \cdot \text{Abs}^3 + e \cdot \text{Abs}^4 + f \cdot \text{Abs}^5$$

□ 20 mm

a	$-6.96705 \cdot 10^{+0}$
b	$4.41627 \cdot 10^{+2}$
c	
d	
e	
f	

Störungen

Permanente Störungen

1. Antimon, Selen, Tellur reagieren gleich wie Arsen.
2. Thiosulfat stört die Bestimmung.

Literaturverweise

G. Ackermann, J. Köthe: Fresenius Z. Anal. Chem. 323 (1986), 135

Abgeleitet von

DIN EN 26595
ISO 6595