

**Arsénio****M68****0.02 - 0.6 mg/L As****Silver Diethyldithiocarbamate**

Informação específica do instrumento

O teste pode ser realizado nos seguintes dispositivos. Além disso, a cubeta necessária e a faixa de absorção do fotômetro são indicadas.

Dispositivos	Cuvette	λ	Faixa de Medição
SpectroDirect, XD 7000, XD 7500	□ 20 mm	507 nm	0.02 - 0.6 mg/L As

Material

Material necessário (parcialmente opcional):

Reagentes	Unidade de Embalagem	Código do Produto
Produtos químicos, consulte as instruções, disponíveis no seu revendedor de produtos químicos		

Lista de Aplicações

- Tratamento de Água Potável
- Tratamento de Água Bruta

Preparação

O seguintes reagentes precisam ser adquiridos:

1. ácido sulfúrico a 40 % p.a. (H_2SO_4 , número CAS: 7664-93-6)
2. 8,33 g de iodeto de potássio (KI, número CAS: 7681-11-0) diluído em 50 ml de água desmineralizada
 Nota: manter ao abrigo da luz durante cerca de uma semana
3. 4,0 g de cloreto de estanho (II) dihidratado ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, número CAS: 10025-69-1) dissolvido em 10 ml de de ácido clorídrico 25% (HCl, número CAS: 7647-01-0)
4. 2,0 g de estanho (Zn, número CAS: 7440-66-6; 0,3-1,5 mm de dimensão de partículas)
5. solução absorvente:
 0,25 g de dietilditiocarbamato de prata ($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{AgNS}_2$, número CAS: 1470-61-7) e 0,02 g brucina ($\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4$, número CAS: 357-57-3) dissolvido em 100 ml de metil-1 2-pirrolidona p.a. (As < 10 ppb, Sb < 10 ppb, $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}$, número CAS: 872-50-4) e armazenado ao abrigo da luz.

Se a mistura não se dissolver completamente, agite-a durante pelo menos uma hora e, em seguida, filtre-a, de modo a obter uma solução clara.

Notas

1. Devem ser tomadas medidas de segurança adequadas e uma boa técnica laboratorial durante todo o processo.
2. Adquirir reagentes no comércio químico especializado. Podem ser consultadas indicações sobre a eliminação e manuseamento dos reagentes nas respetivas fichas técnicas de segurança.
3. Usar somente equipamento de vidro totalmente seco.
4. Utilização de uma célula retangular com uma profundidade de camada de 20 mm (N.º encomenda: 60 10 50). Posicionamento: Inserir a célula à esquerda no compartimento da célula.
5. Guardar carbamida di-etil-enditio de prata a 4 °C.
6. A solução de absorção aguenta cerca de 1 semana no escuro a uma temperatura máxima de 20 °C.



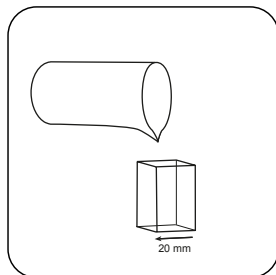
Realização da determinação Arsénio (III, IV)

Escolher o método no equipamento.

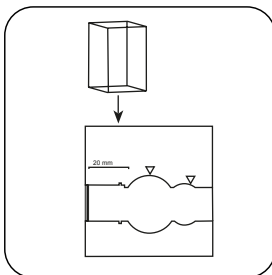
Para este método, uma medição ZERO não precisa ser realizada todas as vezes nos seguintes dispositivos: XD 7000, XD 7500

Preparação da amostra: Os tempos de reação devem ser rigorosamente cumpridos!

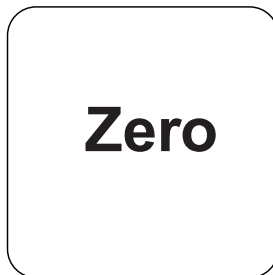
1. Montar o dispositivo de reação **seco** na cobertura (vapores tóxicos!).
2. Pipetar **50 mL de amostra** num Erlenmeyer de 100 mL (NS 29/32).
3. Adicionar à amostra **30 mL de ácido sulfúrico, 2,0 mL de solução de iodeto de potássio e 0,3 mL de solução de cloreto de zinco(II)**.
4. Fechar o êmbolo com o tampão, girar e deixar assim por **15 minutos**.
5. Pesar e preparar **2,0 g de zinco**.
6. Encher o tubo de absorção exatamente com **5,0 mL de solução de absorção**. (Usar pipeta cheia).
7. Decorridos os 15 minutos de tempo de reação, inserir a quantidade preparada de zinco no Erlenmeyer, sendo que este deve ser **imediatamente fechado** com o tubo de absorção preparado.
8. Começa a formar-se hidreto de arsénio (**tampa!**) . **60 minutos** Aguardar de tempo de reação.



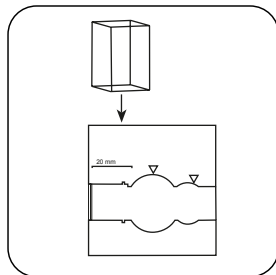
Encher a **célula de 20 mm** com **água desmineralizada**.



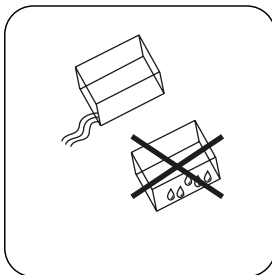
Colocar a **célula de amostra** no compartimento de medição. Observar o posicionamento.



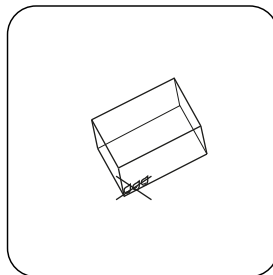
Premir a tecla **ZERO**.



Retirar a **célula** do compartimento de medição.

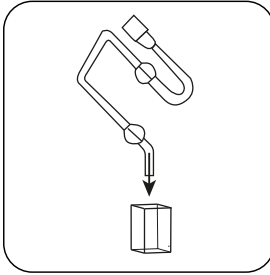


Esvaziar a célula.

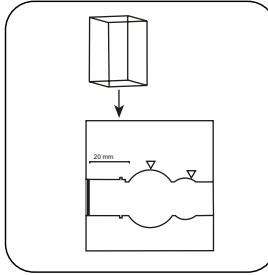


Secar bem a célula.

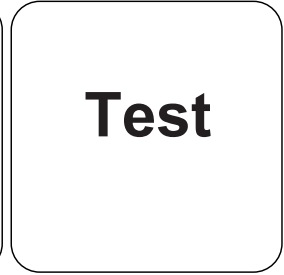
Nos equipamentos que **não requerem uma medição ZERO** , deve começar aqui.



Encher a célula de 20 mm com a solução de absorção colorida.



Colocar a **célula de amostra** no compartimento de medição. Observar o posicionamento.



Premir a tecla **TEST** (XD: **START**).

No visor aparece o resultado em mg/L Arsénio.



Método Químico

Silver Diethyldithiocarbamate

Apêndice

Função de calibração para fotômetros de terceiros

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

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

Texto de Interferências

Interferências Persistentes

1. Antimónio, selénio e telúrio reagem como o arsénio.
2. O tiosulfato interfere a determinação.

Bibliografia

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

Derivado de

DIN EN 26595

ISO 6595