



Quito - Ecuador

NORMA TÉCNICA ECUATORIANA

NTE INEN 980:2013
Primera revisión

**AGUA POTABLE. DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO. MÉTODO DEL
DIETIL DITIOCARBAMATO DE PLATA.**

Primera edición

DRINKING WATER. DETERMINATION OF ARSENIC. METHOD OF SILVER DIETHYL DITHIOCARBAMATE

First edition

DESCRIPTORES: agua potable, arsénico, método de dietilditiocarbamato de plata, ensayos.
AL 01.06-311
CDU: 674-82:634 1/8:635 1/8
ICS: 13.060.20

Norma Técnica Ecuatoriana Voluntaria	AGUA POTABLE DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO MÉTODO DEL DIETIL DITIOCARBAMATO DE PLATA	NTE INEN 980:2013 Primera Revisión 2013-09
0. INTRODUCCIÓN 0.1 La presencia de arsénico en agua potable puede presentarse en la forma de arsenito, arsenato y arsenicales orgánicos, resultante de la disolución de minerales, descargas industriales o utilización de insecticidas. 0.2 La ingestión de cantidades como de 100 mg de trióxido de arsénico puede ocasionar grave envenenamiento; además pueden aparecer efectos crónicos por su acumulación en el cuerpo a causa de la ingesta repetida de niveles bajos. También se le atribuye al arsénico propiedades cancerígenas. 0.3 La concentración de arsénico en la mayoría de las aguas para consumo humano raramente excede 10 µg/L, aunque valores como 100 µg/L han sido reportados. 0.4 La forma química del arsénico depende de su origen (arsénico inorgánico de minerales, descargas industriales e insecticidas; arsénico orgánico de descargas industriales, insecticidas y la acción biológica sobre el arsénico inorgánico). La toxicidad del arsénico depende de su forma química de presentación. 1. OBJETO 1.1 Establecer el método espectrofotométrico para determinar el contenido de arsénico en agua potable usando como reactivo el dietil de plata. 2. CAMPO DE APLICACIÓN 2.1 Esta Norma Técnica se aplica para la determinación de arsénico inorgánico total en ausencia de interferencias y cuando la muestra de agua no contiene compuestos de metilarsénico. La cantidad mínima detectable de arsénico por el presente método es de 1 µg. 3. DEFINICIONES 3.1 Para los propósitos de la presente Norma Técnica se aplica la siguiente definición: Arsénico total: La cantidad total de arsénico en su forma elemental o enlazado en compuestos inorgánicos y orgánicos (ISO 6595-1982).¹ 4. FUNDAMENTO 4.1 El arsénico inorgánico es reducido a arsenamina, AsH₃, por acción del ditiocarbamato zinc en solución ácida en un generador Gutzeit. La arsenamina pasa a través de un depurador que contiene lana de vidrio impregnado con solución de acetato de plomo, a un tubo de absorción que contiene dietilditiocarbamato de plata disuelto en piridina, donde reacciona el arsénico con la plata, dando un complejo rojo soluble, coloración que es adecuada para la determinación colorimétrica. <i>(Continúa)</i> DESCRIPTORES: agua potable, arsénico, método de dietilditiocarbamato de plata, ensayos ¹ NOTA: Dependiendo del potencial redox y el pH del agua, el arsénico puede estar presente en estado trivalente (por ejemplo como arsenito, AsO₃⁻³), en el estado pentavalente (por ejemplo como arsenato, AsO₄⁻³), o como compuestos orgánicos de arsénico.		

5. CONSIDERACIONES GENERALES

5.1 Interferencias

5.1.1 Aunque ciertos metales, tales como el cromo, cobalto, cobre, mercurio, níquel platino y plata, interfieren en la generación de arsenamina, las concentraciones normales existentes de estos elementos en muestras de agua no interfieren significativamente.

5.1.2 Las sales de antimonio producen la estibamina, SbH_3 , que puede interferir en el desarrollo del color por producir un color rojo con un máximo de absorción a 510 nm.

5.2 La cantidad mínima detectable es 1 µg de As.

5.3 Es necesario que el sistema de producción de arsenamina sea hermético para evitar pérdidas.

5.4 La conservación de la muestra puede hacerse con ácido nítrico a pH < 2 hasta 6 meses en recipientes de plástico o de vidrio.

6. EQUIPOS Y MATERIALES

6.1 Frasco erlenmeyer generador de arsenamina, depurador y tubo de absorción usar el generador indicado en la Figura 1 o sus equivalentes.

6.2 Espectrofotómetro para usar a 535 nm. Fotómetro de filtro teniendo una transmitancia máxima en el rango 530 nm - 540 nm, con un trayecto de luz de 1 cm.

6.3 Lana de vidrio p.a.

6.4 Celdas de vidrio de 1 cm limpias, secas y provistas con una tapa de teflón

6.5 Balanza analítica con precisión de 0,01 mg.

6.6 Plancha de calentamiento u otro dispositivo para calentamiento de las Muestras.

6.7 Material de vidrio de uso habitual en el laboratorio.

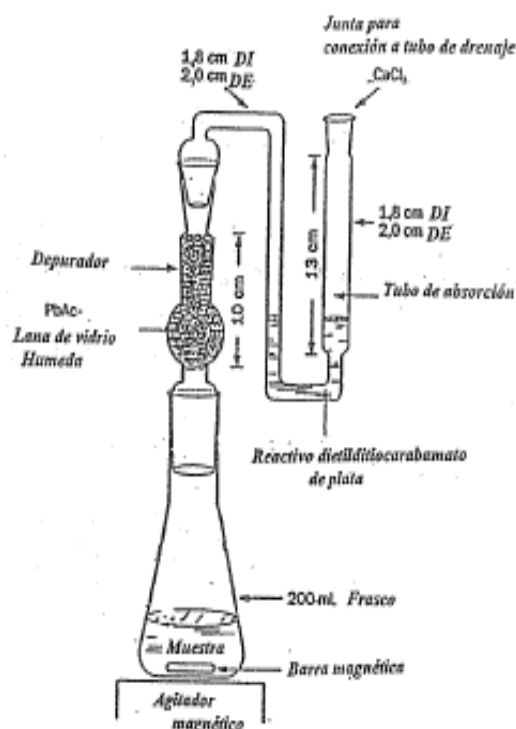


FIGURA 1. Frasco erlenmeyer, depurador y tubo de absorción. Gráfico referencial

(Continúa)

7. REACTIVOS

Todos los reactivos deben ser de grado analítico:

7.1 Agua destilada

7.2 Ioduro de potasio: KI

7.3 Cloruro de estaño: $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

7.4 Acetato de plomo: $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

7.5 Zinc: en granallas, libre de arsénico, con tamaño de partículas entre 20 a 30 mallas.

7.6 Dietilditiocarbamato de plata: $\text{AgSCSN}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$

7.7 1-efedrina

7.8 Cloroformo: CHCl_3

7.9 Piridina

7.10 Ácido clorhídrico concentrado: HCl

7.11 Ácido nítrico concentrado: HNO_3

7.12 Ácido sulfúrico concentrado: H_2SO_4

7.13 Trióxido de arsénico: As_2O_3

7.14 Hidróxido de sodio: NaOH

8. SOLUCIONES

8.1 Solución de ioduro de potasio 0,2 M: Disolver 15 g de KI en 100 cm^3 de agua destilada; guardar en un recipiente de vidrio oscuro.

8.2 Reactivo cloruro de estaño: Disolver 40 g de $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ libre de arsénico, en 100 mL de ácido clorhídrico concentrado.

8.3 Solución de acetato de plomo: Disolver 10 g de acetato de plomo, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en 100 ml de agua destilada.

8.4 Solución de dietil-ditiocarbamato de plata: Preparar este reactivo como se describe en 8.4.1 o en

8.4.2 (método alternativo)

8.4.1 Disolver 1 g de dietil-ditiocarbamato de plata, $\text{AgSCSN}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ en 200 ml de piridina. Conservar en un recipiente de vidrio oscuro.

8.4.2 Método alternativo: Disolver 625 mg de dietilditiocarbamato de plata, $\text{AgSCSN}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ y 410 mg de 1-efedrina en 250 ml de cloroformo. Filtrar el reactivo y Almacenar en una botella oscura herméticamente cerrada. Esta solución es estable por un mes.

8.5 Solución de ácido clorhídrico, HCl, 2M: Diluir 165 ml de ácido clorhídrico concentrado a 1 000 ml con agua destilada.

8.6 Solución madre de arsénico: Disolver 1,320 g de As_2O_3 en 10 ml de agua destilada que contiene 4 gramos de NaOH y diluir a 1 000 ml. (CUIDADO: cancerígeno, evitar su ingesta y contacto con los ojos).
1 ml = 1 mg As.

(Continúa)

8.7 Solución intermedia de arsénico: Diluir 10,0 ml de solución madre (8.6) a 1000 ml con agua; 1ml = 10 µg As.

8.8 Solución patrón de arsénico: Diluir 10 ml de solución intermedia a 100 ml con agua destilada; 1,00 ml = 1 µg As.

9. MUESTREO

9.1 Recolectar la muestra. En frascos de vidrio o polietileno nuevos o lavados con solución de ácido nítrico 1:3 (v/v). El volumen mínimo de muestra es de 500 ml. Realizar la determinación lo más pronto que sea posible. Si la medición inmediata no fuera posible, conservar la muestra añadiendo HNO₃ de calidad p.a. certificada, hasta pH 2, conforme a las indicaciones de la NTP-ISO 5667-3. El período máximo de almacenamiento es de 6 meses en ambiente fresco.

10. PROCEDIMIENTO

10.1 La determinación debe efectuarse por duplicado.

10.2 Digestión de la muestra

10.2.1 Transferir 100 ml o un volumen adecuado de la muestra preservada, dependiendo de la concentración de arsénico en la misma, al frasco erlenmeyer generador de arsenamina, agregar 5 ml de ácido nítrico concentrado, llevar a ebullición lenta en plancha caliente y evaporar hasta 15 ml o 20 ml. Retirar y dejar enfriar. Añadir 5 ml de HNO₃ y 10 ml de H₂SO₄ enfriando el vaso entre cada adición. Evaporar en plancha caliente hasta remover todos los vapores nitrosos. No dejar secar la muestra. Enfriar y llevar hasta un volumen de 35 ml, ensamblar el frasco erlenmeyer generador de arsenamina y proceder al análisis.

10.3 Determinación de Arsénico total

10.3.1 Preparación del depurador y del tubo de absorción: Impregnar la lana de vidrio del depurador con la solución de acetato de plomo; remover el exceso, presionar la lana de vidrio entre piezas de papel filtro, luego preparar un ovillo blando. En caso de usar algodón, se trata de forma similar y se seca completamente en una estufa, controlando que no se queme. El algodón se puede guardar en frasco herméticamente cerrado. Colocar una porción pequeña de lana de vidrio o algodón en el depurador. Adicionar 4 ml de solución dietilditiocarbamato de plata al tubo absorbedor (se puede usar 5 ml para proporcionar suficiente volumen para lavar la celda del espectrofotómetro).

10.3.2 Llenado del frasco generador de arsina: Pipetear dentro del frasco generador, no más de 35 ml de muestra que contenga como máximo 20 µg de arsénico. Adicionar sucesivamente y cuidando de mezclar después de cada adición, 5 mL de ácido clorhídrico concentrado, 2 mL de solución de KI y 8 gotas (0,40 mL) del reactivo cloruro de estaño. Dejar 15 minutos para que todo el arsénico se reduzca al estado trivalente.

10.3.3 Generación y medición de la arsenamina. Añadir 3 g de zinc al frasco generador y armar el sistema como se muestra en la Figura 1. Comprobar que todas las uniones estén herméticamente ajustadas. Dejar 30 minutos para que toda la arsina pase a la solución de dietilditiocarbamato de plata. Calentar suavemente el generador para asegurar la conversión total. Vaciar la solución del tubo absorbedor a una celda limpia y seca del espectrofotómetro, y medir la absorbancia a 535 nm aproximadamente, utilizando el reactivo dietilditiocarbamato de plata, cloroformo o piridina como blanco de referencia. Determinar la concentración de la muestra directamente de la curva de calibración obtenida con la solución patrón de arsénico.

10.3.4 Preparación de la curva de calibración: Preparar como se ha descrito en 10.3.1 a 10.3.3, soluciones estándar de arsénico que contengan concentraciones de 0 µg; 1 µg; 2 µg; 5 µg; 10 µg y 20,0 µg de As. Graficar la absorbancia en función de la concentración de arsénico de los estándares.

10.4 Mediciones espectrofotométricas: Leer la absorbancia, concentración o transmitancia que corresponde al dietilditiocarbamato de plata, cloroformo o piridina puestos a cero de absorbancia, concentración o a 100 % de transmitancia. Una vez calibrado el instrumento, determinar la concentración de la muestra de acuerdo al siguiente procedimiento:

a) Leer las muestras en lotes de cinco en cinco, insertando entre lotes las soluciones de calibración y del blanco. Repetir las lecturas en caso necesario.

(Continúa)

11. CÁLCULOS

11.1.1 Calcular el arsénico inorgánico total a partir de las lecturas de las curvas de calibración obtenidas en 10.3 y 10.4 respectivamente, como sigue:

Si se realizó una pre-concentración, hacer los ajustes correspondientes para el cálculo final.

$$c_{As} = \frac{m_1}{V_1}$$

En donde:

c_{As} = concentración de As, en microgramos por litro;

m_1 = masa de As en la solución, en gramos;

V_1 = volumen de la solución, en litros.

Cuidado: No drenar la solución de la celda, directamente al desagüe. Disponer adecuadamente como corresponde a compuestos peligrosos.

12. PRECISIÓN

12.1 La desviación estándar relativa de resultados obtenidos de mezclas con arsenito/arsenato que contienen 10 µg de arsénico es menor de 10 %.

13. INFORME DE RESULTADOS

13.1 Como resultado final, debe reportarse la media aritmética de los resultados de la determinación en mg / l de arsénico.

13.2 Debe indicar el resultado obtenido; y cualquier condición no especificada en esta norma o considerada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

13.3 Deben incluirse todos los datos necesarios para la completa identificación de la muestra.

(Continúa)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

Norma técnica Peruana NTP-ISO 5667-3 *Calidad del agua. Muestra parte 3: guía para la preservación y manejo de muestras.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Norma Técnica NTP 214.008. Agua para consumo humano. *Determinación de arsénico. Método de dietilditiocarbamato de plata. Comisión de Reglamentos Técnicos y Comerciales-INDECOPI. Lima. Perú, 2002.*

APHA-AWWA-WEF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 16th Edition 1998. 3500 – As B. Silver Diethyldihiocarbamate method.

INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

Documento: NTE INEN 980 Primera revisión	TÍTULO: AGUA POTABLE. DETERMINACIÓN DE ARSÉNICO. MÉTODO DEL DIETIL DITIOCARBAMATO DE PLATA	Código: AL 01.06-311
---	---	---------------------------------------

ORIGINAL: Fecha de iniciación del estudio:	REVISIÓN: Consejo Directivo aprobó este proyecto de norma 1983-06-14 Oficialización con el Carácter de obligatoria por Resolución No. 49 de 1984-06-14 Publicado en el Registro Oficial No. 648 de 1984-02-15 Fecha de iniciación del estudio: 2012-07-19
---	--

Fechas de consulta pública: de 2013-01-15 al 2013-02-15

Subcomité Técnico de:
Fecha de iniciación:
Integrantes del Subcomité:

Fecha de aprobación:

NOMBRES:

INSTITUCIÓN REPRESENTADA:

Mediante compromiso presidencial N° 16364, el Instituto Ecuatoriano de Normalización – INEN, en vista de la necesidad urgente, resuelve actualizar el acervo normativo en base al estado del arte y con el objetivo de atender a los sectores priorizados así como a todos los sectores productivos del país.

Para la revisión de esta Norma Técnica se ha considerado el nivel jerárquico de la normalización, habiendo el INEN realizado un análisis que ha determinado su conveniente aplicación en el país.

La Norma en referencia ha sido sometida a consulta pública por un período de 30 días y por ser considerada EMERGENTE no ha ingresado a Subcomité Técnico.

Otros trámites: ♦4 Esta norma sin ningún cambio en su contenido fue DESREGULARIZADA, pasando de OBLIGATORIA a VOLUNTARIA, según Resolución de Consejo Directivo de 1998-01-08 y oficializada mediante Acuerdo Ministerial No. 235 de 1998-05-04 publicado en el Registro Oficial No. 321 del 1998-05-20.

Esta NTE INEN 980:2013 (Primera revisión), reemplaza a la NTE INEN 980:1984

La Subsecretaría de la Calidad del Ministerio de Industrias y Productividad aprobó este proyecto de norma

Oficializada como: Voluntaria
Registro Oficial No. (S) 84 de 2013-09-19

Por Resolución No. 13288 de 2013-08-13

Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN - Baquerizo Moreno E8-29 y Av. 6 de Diciembre
Casilla 17-01-3999 - Telfs: (593 2)2 501885 al 2 501891 - Fax: (593 2) 2 567815
Dirección General: E-Mail: direccion@inen.gob.ec
Área Técnica de Normalización: E-Mail: normalizacion@inen.gob.ec
Área Técnica de Certificación: E-Mail: certificacion@inen.gob.ec
Área Técnica de Verificación: E-Mail: verificacion@inen.gob.ec
Área Técnica de Servicios Tecnológicos: E-Mail: inenlaboratorios@inen.gob.ec
Regional Guayas: E-Mail: inenguayas@inen.gob.ec
Regional Azuay: E-Mail: inencuenca@inen.gob.ec
Regional Chimborazo: E-Mail: inenriobamba@inen.gob.ec
URL: www.inen.gob.ec