

CDU 637.56:664.95:543.062:546.19

Fi  
C  
COGUANOR NGO  
35 015 h1

## PESCADO Y PRODUCTOS PESQUEROS

### Determinación de arsénico

#### 1. OBJETO

Esta norma tiene por objeto establecer el método para determinar el contenido de arsénico en el pescado y productos pesqueros, empleando el reactivo molibdato de amonio.

Nota. En forma alternativa puede emplearse el método descrito en el Anexo, el cual emplea el reactivo dietilditiocarbamato de plata.

#### 2. NORMAS COGUANOR A CONSULTAR

COGUANOR NGO 56 002 Precauciones básicas en el manejo de sustancias peligrosas en el laboratorio.

#### 3. DEFINICIONES

3.1 Contenido de arsénico en el pescado y productos pesqueros. Es el contenido de arsénico determinado bajo las condiciones descritas en la presente norma.

#### 4. REACTIVOS O MATERIALES

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica reconocida. El agua debe ser destilada o de pureza equivalente.

4.1 Acido nítrico concentrado, (d = 1,42)

4.2 Acido sulfúrico concentrado, (d = 1,84)

4.3 Acido clorhídrico concentrado, (d = 1,19)

4.4 Solución al 70% de ácido perclórico

- 4.5 Solución de ácido clorhídrico, se diluyen 144 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico concentrado a 200 cm<sup>3</sup> con agua destilada.
- 4.6 Solución saturada de oxalato de amonio
- 4.7 Solución al 15% de yoduro de potasio, se disuelven en agua 15 g de yoduro de potasio, y se diluye con agua a 100 cm<sup>3</sup>; se debe guardar en un lugar oscuro y debe descartarse cuando se desarrolle color amarillo.
- 4.8 Solución al 40% de cloruro estannoso, se disuelven en ácido clorhídrico 40 g de SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O, libre de arsénico, y se diluye a 100 cm<sup>3</sup> con ácido clorhídrico.
- 4.9 Solución al 1,5% de sulfato de hidrazina, se disuelven en agua 1,5 g de N<sub>2</sub>H<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y se diluye a 100 cm<sup>3</sup>.
- 4.10 Solución de molibdato de amonio y ácido sulfúrico, se prepara disolviendo 5 g de molibdato de amonio, (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O, en una pequeña cantidad de agua, se agregan lentamente 42,8 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico concentrado y se diluye con agua a 100 cm<sup>3</sup>.
- 4.11 Agua de bromo de media saturación, se prepara diluyendo 75 cm<sup>3</sup> de agua de bromo saturada, con un volumen igual de agua destilada.
- 4.12 Solución de hipobromito de sodio, se prepara colocando 50 cm<sup>3</sup> de solución 0,5 N de hidróxido de sodio en un matraz volumétrico de 200 cm<sup>3</sup> y se completa el volumen con agua de bromo de media saturación.
- 4.13 Cloruro de sodio (NaCl)
- 4.14 Sulfato de hidrazina (N<sub>2</sub>H<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), o sulfato de hierro FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O.
- 4.15 Bromuro de sodio (NaBr).
- Nota. Los reactivos indicados en 4.13, 4.14 y 4.15 se utilizan solamente cuando se debe efectuar un aislamiento del arsénico antes de su determinación; véase capítulo 7.1.
- 4.16 Soluciones estándar de óxido arsenioso. Se preparan de la siguiente manera:
- 4.16.1 Solución patrón, 1 mg/cm<sup>3</sup>. Se disuelve 1,00 g de óxido arsenioso As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, en 25 cm<sup>3</sup> de una solución al 20% de hidróxido de sodio y se diluye a un litro.
- 4.16.2 Solución patrón de trabajo. Se diluyen 10 cm<sup>3</sup> de la solución patrón a un litro. Esta solución contiene 10 μg de As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por centímetro cúbico.
- Nota. Véase la norma COGUANOR NGO 56 002, en lo que se refiere a el trióxido de arsénico y a polvos tóxicos.
- 4.17 Gránulos de zinc metálico, que pasen a través de un tamiz cuya abertura sea de 600 μm

4.18 Solución al 10% de acetato de plomo, se prepara disolviendo 10 g de  $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ , en agua, y se diluye a  $100\text{ cm}^3$ .

4.19 Arena blanca de mar, que pase a través de un tamiz cuya abertura sea de  $600\ \mu\text{m}$ . Para lavar la arena antes de usarla y entre las determinaciones, se procede de la manera siguiente: atravesando el centro de un tapón de caucho se coloca un pedazo de tubo de vidrio de 3 mm de diámetro interno, se coloca el tapón en un frasco de succión, y mediante un pedazo de tubo de caucho o de tygon, se une a la parte superior de dicho tubo de vidrio el extremo inferior del tubo de absorción de sulfuro que contiene la arena (véase 5.5 (b)), de manera de mantener el conjunto en posición vertical. Bajo succión se hacen como mínimo 5 enjuagues, agregando en cada enjuague y en el orden siguiente, porciones de agua regia, agua destilada, ácido nítrico y nuevamente agua destilada; estos enjuagues tienen por objeto eliminar todas las trazas de ácido.

4.20 Lana de vidrio

4.21 Perlas de vidrio, de 3 mm de diámetro

## 5. APARATOS

5.1 Balanza analítica de precisión, que aprecie 0,1 mg

5.2 Matraces Kjeldahl, de vidrio pyrex libre de arsénico, de  $800\text{ cm}^3$  de capacidad

5.3 Probetas, de  $50\text{ cm}^3$

5.4 Matraces volumétricos, de 25 y  $500\text{ cm}^3$ .

5.5 Aparato para determinar arsénico, véase Fig. 1, que consta de: un frasco generador, un tubo de absorción de sulfuro y una trampa.



Fig. 1 Aparato para determinar arsénico

a) Frasco generador: se deben usar frascos uniformes de boca ancha, de  $60\text{ cm}^3$  de capacidad, provistos de un tapón de caucho perforado para fijar el tubo de absorción de sulfuro.

b) Tubo de absorción de sulfuro: consiste en un tubo de 1 cm de diámetro y 6 a 7 cm de longitud, el cual en su extremo inferior presenta un diámetro menor para facilitar su conexión al frasco generador; en su extremo superior está provisto de un tapón de caucho a través del cual va insertado un tubo de vidrio.

c) Trampa: consiste en un tubo de vidrio el cual, en su extremo superior, termina en una unión hembra pyrex  $\frac{19}{38}$  y en su extremo inferior lleva sellado un tubo capilar doblado en forma de sifón, midiendo 7 mm de diámetro externo y 2 mm de diámetro interno, ahusado en su extremo libre con el objeto de facilitar su conexión tanto al tubo de absorción de sulfuro, como a un matraz volumétrico de  $25\text{ cm}^3$  (véase 7.2.4 y 7.2.6)

5.5.1 Ensamble y funcionamiento del aparato

- a) En el fondo del tubo de absorción se coloca un poco de lana de vidrio; luego 3,5 a 4 g de arena y finalmente se cubre la arena con lana de vidrio.

Nota. En un ensayo todos los tubos de absorción de sulfuro deben llevar la misma cantidad de arena.

- b) Antes de usar y entre las determinaciones se debe lavar la arena en la forma indicada en 4.19, sin retirarla del tubo.
- c) Luego se trata la arena limpia con una solución al 10% de acetato de plomo, removiéndose el exceso mediante una succión leve.

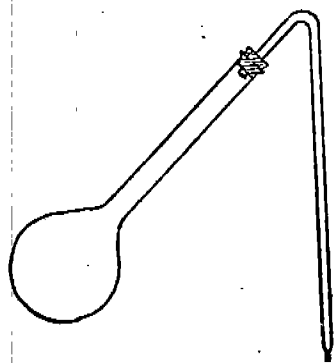
Nota. Cuando por falta de uso la arena está seca, debe lavarse y tratarse como se indica en los párrafos (b) y (c) anteriores cuantas veces sea necesario.

- d) Se conecta el tubo de absorción al frasco generador
- e) Mediante un manguito de caucho se conecta el extremo inferior ahusado de la trampa al tubo de vidrio colocado en el tapón del tubo de absorción.
- f) Entre las determinaciones se debe remover la trampa para lavar las perlas de vidrio que contiene (véase 7.2.4), sin retirarlas de la trampa, mediante chorros de agua, luego se las deja en remojo en  $\text{HNO}_3$  durante 30 min o hasta que el ácido nítrico se torne incoloro. Se remueven las trazas de ácido con agua, se enjuagan con acetona y se secan aplicando una corriente de aire por succión en el extremo inferior de la trampa.

5.6 Perilla de aspiración, provista de una unión macho pyrex  $\frac{1}{8}$  19/38

5.7 Pipetas volumétricas, de 0,5; 1; 3; 5; 10 y 20  $\text{cm}^3$

5.8 Colorímetro o espectrofotómetro, capaz de leer a una longitud de onda de 845 nm



5.9 Tubo de vidrio doblado en V, véase Fig. 2, de 13 mm de diámetro externo con un extremo ahusado de aproximadamente 5 mm de diámetro, y con un tapón de caucho en el otro extremo que le permita conectarlo al matraz kjeldahl de 800  $\text{cm}^3$ .

5.10 Matraz erlenmeyer, de 300  $\text{cm}^3$

Nota. Los aparatos descritos en 5.9 y 5.10 se utilizan solamente cuando se debe efectuar un aislamiento del arsénico antes de su determinación; véase numeral 7.1.

Fig. 2 Tubo de vidrio doblado en V, para determinar arsénico

5.11 Instrumental de laboratorio

Continúa

## 6. PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra debe prepararse como se indica a continuación; paralelamente se prepara un blanco siguiendo los mismos pasos pero sin emplear la muestra.

6.1 Se pesan 5 g de la muestra, apropiadamente molida y homogeneizada, se coloca en un matraz Kjeldahl, se agregan 25 a 50 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico concentrado y luego, cuidadosamente, se adicionan 40 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico concentrado.

6.2 Se coloca el matraz sobre una plancha de asbesto, provista de un agujero de 5 cm de diámetro, y se calienta suavemente descontinuo el calentamiento si se produce espuma en forma excesiva; una vez se aquiete la reacción, se calienta el matraz cuidadosamente rotándolo ocasionalmente para prevenir que la muestra forme costras sobre la superficie de vidrio expuesta a la llama.

Nota. En forma alternativa se puede utilizar la estufa del aparato Kjeldahl para llevar a cabo el calentamiento antes indicado.

6.3 Se mantienen las condiciones de oxidación en el matraz durante todo el tiempo que dure la digestión, agregando cuidadosamente pequeños volúmenes de ácido nítrico cada vez que la muestra se oscurezca; se continúa la digestión hasta que la materia orgánica se destruya completamente y se haya liberado abundante cantidad de vapores de anhídrido sulfúrico. En este punto la solución debe ser incolora o de un color pajizo claro.

6.4 Se deja enfriar, se agregan 0,5 cm<sup>3</sup> de solución al 70% de ácido perclórico y se calienta hasta que haya liberación de vapores y la solución sea clara. Se deja enfriar nuevamente, se trata sucesivamente con dos porciones adicionales de 0,5 cm<sup>3</sup> de solución al 70% de ácido perclórico cada una, y se calienta como se indicó anteriormente.

6.5 Terminada la digestión, se deja enfriar un poco y se agregan 75 cm<sup>3</sup> de agua y 25 cm<sup>3</sup> de solución saturada de oxalato de amonio para ayudar a la expulsión de los óxidos de nitrógeno; se repite el calentamiento hasta que aparezcan vapores de anhídrido sulfúrico en el cuello del matraz. En este punto pueden suceder 2 casos:

- a) Que las muestras en ensayo posean excesiva cantidad de sales, como sucede con pescado salado seco, camarones salados secos o productos pesqueros envasados en salmuera; o bien, que la solución digerida de la muestra contenga un exceso de ácido sulfúrico proveniente de la digestión; en este caso se debe aislar el arsénico, antes de la determinación del mismo, de acuerdo con el procedimiento indicado en 7.1 y luego se procede de 7.2 en adelante; ó
- b) Que el contenido de sales y de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> remanente no sean excesivos; en este caso se continúa como se indica desde 6.6 en adelante.

6.6 Se deja enfriar la solución y luego se diluye con agua a 500 cm<sup>3</sup> en un matraz volumétrico.

6.7 Se procede con la determinación del arsénico según lo indicado en 7.2 .

Nota. La técnica de oxidación por vía húmeda se considera como uno de los usos más peligrosos de los ácidos; para llevar a cabo esta técnica en forma segura deben observarse las precauciones indicadas en general en la presente norma y en especial las indicadas en la norma CO GUANOR NGO 56 002 en lo que se refiere a los ácidos nítrico, perclórico y sulfúrico.

## 7. PROCEDIMIENTO

7.1 Aislamiento del arsénico. Si la situación corresponde al caso planteado en 6.5 (a), se aísla el arsénico en la forma siguiente:

7.1.1 La solución obtenida de acuerdo con el procedimiento descrito en los párrafos 6.1 a 6.5 inclusive, se calienta sobre una llama pequeña durante 10 min adicionales para asegurar la completa destrucción del ácido oxálico.

7.1.2 Se deja enfriar la solución y se agregan 20 cm<sup>3</sup> de agua mientras se rota suavemente el matraz; se seca el cuello del matraz sobre una llama pequeña y luego se agregan 30 g de cloruro de sodio, 5 g de sulfato ferroso heptahidratado, 1 g de bromuro de sodio y 25 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico.

Nota. Los 5 g de sulfato ferroso heptahidratado pueden ser reemplazados por 1 g de sulfato de hidrazina.

7.1.3 Se mezcla el contenido del matraz kjeldahl, se conecta el tubo de vidrio doblado en V, de 13 mm de diámetro (véase 5.9), se coloca el matraz en posición inclinada con el extremo ahusado del tubo de vidrio sumergido aproximadamente 1 cm bajo la superficie de 150 cm<sup>3</sup> de agua contenida en un matraz erlenmeyer rodeado con hielo o con agua fría.

7.1.4 Se destila la solución a una velocidad tal que el codo del tubo de salida se caliente en 4 min y el extremo ahusado en aproximadamente 8 min, contados desde el momento en que se aplica el calor; se discontinúa la destilación después de 10 min, teniendo cuidado de levantar el extremo ahusado por sobre la superficie del líquido del erlenmeyer antes de retirar la llama del matraz kjeldahl, dejando que el tubo drene por unos momentos.

7.1.5 Se transfiere cuantitativamente el contenido del erlenmeyer a un matraz aforado de 500 cm<sup>3</sup>, se lleva a volumen con agua y se mezcla.

7.1.6 Obviamente, el blanco se somete a los mismos pasos indicados anteriormente.

## 7.2 Determinación del arsénico

7.2.1 En un frasco generador se colocan 20 cm<sup>3</sup> de la solución diluida de muestra digerida obtenida en 6.6 ó en 7.1.5, según sea el caso, y en otro frasco generador se colocan 20 cm<sup>3</sup> del blanco.

7.2.2 Se agregan a cada frasco, agitándolo con movimiento rotatorio después de cada adición, 10 cm<sup>3</sup> de agua, 5 cm<sup>3</sup> de la solución de ácido clorhídrico, 5 cm<sup>3</sup> de la solución de yoduro de potasio y 4 gotas de la solución de cloruro estannoso; luego se deja reposar la mezcla por lo menos durante 15 min.

7.2.3 Se prepara el tubo de absorción de sulfuro en la forma indicada en 5.5.1 (a) y (b).

Continúa

7.2.4 En la trampa se colocan perlas de vidrio, sobre un poco de lana de vidrio, hasta completar  $1/4$  de su capacidad, luego se agregan  $3 \text{ cm}^3$  de la solución de hipobromito de sodio y se conecta la trampa con el tubo de absorción de sulfuro, véase 5.5.1 (e).

7.2.5 A cada frasco generador se le agregan 4g de gránulos de zinc e inmediatamente se lo conecta al tubo de absorción de sulfuro y se deja reaccionar durante 30 min.

7.2.6 Transcurrido el tiempo de reacción se desconecta la trampa y se transfiere su contenido a un matraz volumétrico de  $25 \text{ cm}^3$ , mediante presión ejercida con la perilla de aspiración conectada al extremo superior de la trampa; se enjuaga la trampa 6 veces usando cada vez  $2 \text{ cm}^3$  de agua y se transfieren al matraz en la forma ya indicada.

7.2.7 A cada matraz volumétrico, sin dejar de agitar, se agregan  $0,5 \text{ cm}^3$  de la solución de molibdato de amonio y ácido sulfúrico, y  $1 \text{ cm}^3$  de la solución de sulfato de hidrazina; se diluye a  $25 \text{ cm}^3$ , se mezcla y se deja en reposo durante 75 min.

Nota. En vez de los 75 min de reposo, se puede colocar el matraz en un baño de agua a  $50^\circ\text{C}$  durante 10 min y enfriar luego bajo un chorro de agua hasta la temperatura ambiente.

7.2.8 Pasado el tiempo antes indicado se mezcla la solución y se lee la absorbencia en un espectrofotómetro o colorímetro a una longitud de onda de 845 nm, contra un blanco preparado en forma similar a la muestra.

7.2.9 Esta determinación se efectúa en duplicado

### 7.3 Preparación de la curva patrón

7.3.1 Se transfieren 0, 1, 2, 3, 5 y  $6 \text{ cm}^3$  de la solución patrón de trabajo que contiene 10  $\mu\text{g}$  de óxido arsenioso por centímetro cúbico (véase 4.16.2) a matraces volumétricos de  $25 \text{ cm}^3$ ; a cada matraz se agregan  $3 \text{ cm}^3$  de la solución de hipobromito de sodio y luego agua suficiente para completar un volumen de  $15 \text{ cm}^3$  en cada uno.

7.3.2 Sin dejar de agitar se agregan  $0,5 \text{ cm}^3$  de la solución de molibdato de amonio y ácido sulfúrico, y  $1 \text{ cm}^3$  de la solución de sulfato de hidrazina; se diluye a  $25 \text{ cm}^3$ , se mezcla y se deja reposar durante 75 min, o bien, se calienta durante 10 min a  $50^\circ\text{C}$  al igual que las muestras de ensayo; véase nota al párrafo 7.2.7. Se mezclan y se leen las soluciones a una longitud de onda de 845 nm.

7.3.3 Sobre un papel gráfico corriente se construye la curva patrón con las absorbencias contra los microgramos de trióxido de arsénico.

## 8. EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El contenido de arsénico se expresa en miligramos de As por kilogramo de muestra y se calcula de la manera siguiente:

Continúa

8.1.1 Con la absorbencia leída para la muestra (véase 7.2.8), y la curva patrón, se encuentra el contenido de arsénico en microgramos de  $As_2O_3$  y luego se aplica la siguiente ecuación:

$$C = \frac{0,7574 \times L \times V}{V_1 \times m}$$

En la que:

C = Contenido de arsénico en la muestra, expresado en miligramos de As por 1 000 g de muestra

L = Lectura en la curva de la concentración de arsénico, expresada en microgramos de  $As_2O_3$ , véase 8.1.1.

V = Volumen en centímetros cúbicos a que se diluyó la solución después de la digestión (véase 6.6), o bien después de aislar el arsénico (véase 7.1.5), y que corresponde a  $500 \text{ cm}^3$ .

$V_1$  = Volumen de la alícuota de ensayo (véase 7.2.1), en centímetros cúbicos, y que corresponde a  $20 \text{ cm}^3$ .

m = Masa de la muestra original, en gramos.

Nota. El factor constante 0,7574 se usa como factor gravimétrico para transformar los resultados expresados en microgramos de  $As_2O_3$  a resultados expresados en microgramos de As.

8.2 Repetibilidad. La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no debe ser mayor del 10% del valor medio.

8.3 El resultado final será la media aritmética de las dos determinaciones, siempre que el requisito de repetibilidad se haya cumplido.

## 9. INFORME DEL ENSAYO

En el informe del ensayo debe indicarse lo siguiente:

9.1 El método usado y el resultado obtenido en cada determinación, así como la media aritmética de las determinaciones.

9.2 Cualquier condición no especificada en esta norma, o señalada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido en el resultado.

9.3 Todos los detalles necesarios que permitan la completa identificación de la muestra.

Continúa



## 10. CORRESPONDENCIA

Para la redacción de la presente norma se tuvo en cuenta:

- a) Los métodos 25.006 a 25.013 y 36.036 del "Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, AOAC", 13a. Edición, 1980; y
- b) Journal of the Association of Official Analytical Chemists, 47,629, (1964).

## 11. ANEXO

11.1 Determinación del arsénico con el método del dietilditiocarbamato de plata.

11.1.1 Reactivos o Materiales. Se emplean los indicados en el capítulo 4, además de los siguientes:

11.1.1.1 Dietilditiocarbamato de plata. Se prepara en la forma siguiente:

- a) Se enfrían a 10°C o a una temperatura inferior, 200 cm<sup>3</sup> de una solución 0,1 M de nitrato de plata (3,4 g/200 cm<sup>3</sup>) y 200 cm<sup>3</sup> de una solución 0,1 M de dietilditiocarbamato de sodio (4,5 g/200 cm<sup>3</sup>).
- b) Con agitación constante se adiciona lentamente la solución de carbamato a la solución de nitrato, se filtra a través de un embudo Buchner, se lava el residuo con agua fría y se seca bajo presión reducida a temperatura ambiente.
- c) Se disuelve la sal en piridina con agitación constante, se enfría y se agrega lentamente agua fría hasta que se haya completado la precipitación, se filtra a través del embudo Buchner y se lava con agua para remover toda la piridina.
- d) Se secan los cristales de color amarillo claro bajo presión reducida y se guardan en un frasco de color ámbar bajo refrigeración.

Nota. Los cristales obtenidos deben tener un punto de fusión de 185 a 187°C; la recuperación de los cristales está comprendida entre el 85 a 90%. Una segunda recristalización puede ser necesaria para obtener el punto de fusión correcto.

11.1.1.2 Solución al 0,5% de dietilditiocarbamato. Se disuelven 0,5000 g de la sal obtenida en 11.1.1.1, en piridina incolora y se lleva a volumen con piridina en un matraz aforado de 100 cm<sup>3</sup>. Se mezcla y se guarda en un frasco de color ámbar; el reactivo es estable durante varios meses a temperatura ambiente.

11.1.1.3 Solución estándar de óxido arsenioso. Se prepara diluyendo 100 cm<sup>3</sup> de la solución patrón de trabajo indicada en 4.16.2, a un litro. Esta solución contiene 1 µg de As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por centímetro cúbico.

11.1.2 Aparatos. Se emplean los indicados en el capítulo 5 y el siguiente:

11.1.2.1 Espectrofotómetro, para leer a una longitud de onda de 522 nm, con celdas provistas de tapón de vidrio.

Continúa

### 11.1.3 Procedimiento.

11.1.3.1 En un frasco generador se colocan 2 a 5 cm<sup>3</sup> de la solución diluida de muestra digerida obtenida en 6.6. ó en 7.1.5, según sea el caso, y en otro frasco generador se coloca el mismo volumen del blanco, (véase numeral 6).

11.1.3.2 Se agregan a cada frasco, agitándolo con movimiento rotatorio después de cada adición, un volumen de agua suficiente para tener un volumen de 35 cm<sup>3</sup>, 5 cm<sup>3</sup> de HCl, 2 cm<sup>3</sup> de la solución al 15 % de KI y 8 gotas de la solución de cloruro estannoso; luego se deja reposar la mezcla por lo menos durante 15 min.

11.1.3.3 Se prepara el tubo de absorción de sulfuro en la forma indicada en 5.5.1 (a) y (b).

11.1.3.4 En la trampa se colocan perlas de vidrio, sobre un poco de lana de vidrio, hasta completar 1/4 de su capacidad, luego se agregan 4,0 cm<sup>3</sup> de la solución de dietilditiocarbamato de plata y se conecta la trampa con el tubo de absorción de sulfuro, véase 5.5.1(e).

11.1.3.5 A cada frasco generador se le agregan 4g de gránulos de zinc e inmediatamente se lo conecta al tubo de absorción de sulfuro y se deja reaccionar durante 30 min.

11.1.3.6 Transcurrido el tiempo de reacción se desconecta la trampa y se mezcla 5 veces la solución atrapada, aspirando y liberando suavemente la solución mediante presión ejercida con la perilla de aspersión conectada al extremo superior de la trampa.

11.1.3.7 Se transfiere la solución directamente a la celda del espectrofotómetro, se tapa la celda y se lee la absorbencia a una longitud de onda de 522 nm, contra un blanco preparado en forma similar a la muestra.

11.1.3.8 Esta determinación se efectúa en duplicado.

### 11.1.4 Preparación de la curva patrón.

11.1.4.1 Se transfieren 0,1,3,6,10 y 15 cm<sup>3</sup> de la solución estándar que contiene 1 µg de óxido arsenioso por centímetro cúbico (véase 11.1.1.3) a frascos generadores; se agrega agua en cantidad suficiente para completar en cada frasco generador un volumen de 35 cm<sup>3</sup> y se procede como se indica en 11.1.3.2 a 11.1.3.7 inclusive, comenzando desde "5 cm<sup>3</sup> de HCl".

11.1.4.2 Sobre un papel gráfico corriente se construye la curva patrón con las absorbencias contra los microgramos de trióxido de arsénico.

### 11.1.5 Expresión de los resultados.

11.1.5.1 El contenido de arsénico se expresa en miligramos de As por kilogramo de muestra y se calcula de la manera siguiente:

- a) Con la absorbencia leída para la muestra (véase 11.1.3.7), y la curva patrón, se encuentra el contenido de arsénico en microgramos de As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y luego se aplica la siguiente ecuación:

$$C = \frac{0,7574 \times L \times V}{V_1 \times m}$$

Continúa

En la que:

- C = Contenido de arsénico en la muestra, expresado en miligramos de As por 1000 g de muestra
- L = Lectura en la curva de la concentración de arsénico, expresada en microgramos de  $As_2O_3$ , véase 11.1.5.1 (a)
- V = Volumen en centímetros cúbicos a que se diluyó la solución después de la digestión (véase 6.6), o bien después de aislar el arsénico (véase 7.1.5), y que corresponde a  $500\text{ cm}^3$
- $V_1$  = Volumen de la alícuota de ensayo (véase 11.1.3.1), en centímetros cúbicos
- m = Masa de la muestra original, en gramos

Nota. El factor constante 0,7574 se usa como factor gravimétrico para transformar los resultados en microgramos de  $As_2O_3$  a resultados expresados en microgramos de As.

11.1.5.2 Se continúa como se indica en 8.2, 8.3 y 9, de la presente Norma.