



i) Roztwór wzorcowy arsenu przygotować wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.3 i rozcieńczyć wodą w stosunku 1+9. 1 ml tego roztworu zawiera 0,01 mg As. Roztwór należy przygotowywać świeży przed użyciem.

#### 4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.

Do kolb stożkowych zestawu do oznaczania arsenu odmierzyc kolejno: 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego arsenu, co odpowiada: 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 mg As (próbka bez roztworu wzorcowego arsenu będzie roztworem kompensacyjnym). Do każdej kolby dodać wody do objętości 10 ml, a następnie kolejno: 10 ml kwasu solnego, 5 ml jodku potasowego, 4 krople chlorku cynawego, 2 krople chlorku niklawego i 3 g cynku. Po dodaniu cynku każdą kolbę natychmiast zamknąć nasadką, wypełnioną watą nasaloną octanem ołowiu, połączoną z odbieralnikiem w kształcie U-rurki, do którego należy uprzednio wprowadzić 10 ml pirydynowego roztworu Ag-DDTK. Po upływie 30 min odłączyć odbieralniki i zabarwione roztwory przenieść ilościowo do kolb pomiarowych pojemności 50 ml (odbieralniki przemyć pirydyną). W kolbach roztwory uzupełnić pirydyną do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorbancję roztworów barwnych przy długości fali 535 nm w kuwetach o grubości warstwy absorpcyjnej 1 cm, stosując roztwór kompensacyjny jako odnośnik.

Dla otrzymanych danych wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartość arsenu w miligramach.

5. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej zestawu do oznaczania arsenu odważyć z dokładnością do 0,001 g ilość danego produktu wg tablicy.

Badany produkt	Odważka, g
Fosforan jednosodowy	3
Fosforan dwusodowy	3
Fosforan jednoamonowy	1
Fosforan dwuamonowy	5
Pirofosforan dwusodowy	5

Do kolby dodać 10 ml wody, zubożyć roztwór kwasem solnym i dodać jeszcze w nadmiarze 10 ml. Dalej postępować wg 4. Równolegle, w ten sam sposób, sporządzić próbę ślepa przy użyciu tych samych odczynników. Zmierzyć absorbancję roztworów przy długości fali 535 nm w kuwetach o grubości warstwy absorpcyjnej 1 cm, stosując jako odnośnik roztwór kompensacyjny, przygotowany wg 4.

Dla zmierzonych wartości absorbancji odczytać z krzywej wzorcowej zawartość arsenu.

Jeżeli zawartość arsenu oznaczona dla próbki wykracza poza przedział 0,01 + 0,06 mg, oznaczanie należy powtórzyć, zmniejszając lub zwiększając stosownie odważkę badanego produktu.

Zawartość arsenu ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_3 \cdot 1000} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,1}{m_3}$$

w którym:

- $m_1$  - zawartość arsenu w próbce badanej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- $m_2$  - zawartość arsenu w próbie ślepej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- $m_3$  - odważka badanego produktu, g.

6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20 % wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego, Warszawa i Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

#### 2. Normy związane

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych  
PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

#### 3. Normy międzynarodowe

RWPG СТ СЭВ 1939-79 Фосфор и неорганические соединения фосфора. Метод определения содержания мышьяка

4. Autor projektu normy - Zespół Analityczny Instytutu Chemii Nieorganicznej, Gliwice.