

**TCVN 6354 : 1998**

**DẦU, MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –  
XÁC ĐỊNH ASEN BẰNG PHƯƠNG PHÁP DÙN BẠC  
DIETYLDITHIOCARBAMAT**

*Animal and vegetable fats and oils – Determination of arsenic.  
Silver diethyldithiocarbamate method*

**HÀ NỘI – 1998**

## **Lời nói đầu**

TCVN 6354 : 1998 dựa theo tài liệu của AOAC 952-13A, 952-13B, 963-21A, 963-21C để tham khảo, biên soạn;

TCVN 6353 : 1998 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC/F2 Dầu mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

## **Dầu, mỡ động vật và thực vật - Xác định arsen bằng phương pháp dùng bạc dietyldithiocacamat**

*Animal and vegetable fats and oils - Determination of arsenic. Silver diethyldithiocarbamate method*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định arsen trong dầu mỡ động vật và thực vật bằng phương pháp dùng bạc dietyldithiocacamat.

### **2 Nguyên tắc**

Xác định arsen bằng phương pháp đo quang phổ ở bước sóng 522 nm và dựng đồ thị của độ hấp thụ dựa vào hàm lượng  $\mu\text{g As}_2\text{O}_3$ .

### **3 Thuốc thử**

3.1 Nước brom : dung dịch nửa bão hoà. Pha loãng 75 ml dung dịch bão hoà Br-H<sub>2</sub>O với cùng một thể tích nước.

3.2 Dung dịch natri hipobromit : cho 50 ml dung dịch NaOH 0,5 N vào bình định mức dung tích 200 ml và pha loãng đến vạch bằng nước brom nửa bão hoà (theo 3.1).

3.3 Dung dịch amoni molipdat axit sunfuric : hoà tan 5,000 g (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O vào nước cất và thêm từ 42,8 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pha loãng đến 100 ml bằng nước cất.

3.4 Các dung dịch chuẩn arsen oxit

3.4.1 Dung dịch chuẩn gốc (asen oxit) : 1 mg/ml, hoà tan 1,000 g As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> trong 25 ml dung dịch NaOH 20 % và pha loãng đến 1000 ml (chú thích : xem các chú ý về an toàn đối với As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> và bụi độc.)

## TCVN 6354 : 1998

3.4.2 Dung dịch chuẩn trung gian : 10 µg/ml, pha loãng 10 ml dung dịch chuẩn gốc đến 1000 ml.

3.4.3 Dung dịch chuẩn làm việc : 1 µg/ml, pha loãng 100 ml dung dịch chuẩn trung gian đến 1000 ml.

3.5 Dung dịch hidrazin sunfat : 1,5 %  $N_2H_4H_2SO_4$  trong nước.

3.6 Dung dịch kali iodua : 1,5 %. Để ở nơi tối. Khi dung dịch chuyển màu vàng thì bỏ không dùng nữa.

3.7 Dung dịch thiếc clorua : Hoà tan 40 g  $SnCl_2 \cdot 2H_2O$  không chứa arsen trong axit clohidric và pha loãng đến 100 ml bằng axit clohidric.

3.8 Dung dịch axit clohidric loãng : pha loãng 144 ml axit clohidric đến 200 ml bằng nước cất.

3.9 Dung dịch chì axetat : 10 %  $Pb(CH_3COOH)_2 \cdot 3H_2O$  trong nước.

Chú thích -  $Pb(OAC)_2 \cdot 3H_2O$  là viết tắt của  $Pb(CH_3COOH)_2 \cdot 3H_2O$ , dùng trong tài liệu AOAC.

3.10 Kẽm kim loại, cỡ hạt 30 mesh <sup>\*)</sup>

3.11 Cát biển : để làm sạch cát biển (cỡ hạt 30 mesh) trước khi sử dụng và trong quá trình xác định, lắp 1 ống thuỷ tinh có đường kính trong là 3 mm xuyên qua nút cao su trong bình hút. Lắp 1 đoạn ống cao su hoặc Tygon qua miệng bình để dễ tiếp đáy ống hấp thụ sunphit và giữ nó thẳng đứng. Lần lượt thêm bằng cách hút nước cường toan, nước cất, axit nitric  $HNO_3$ , và lại thêm nước cất để rửa lại toàn bộ vết axit (trên 5 lần rửa). Thấm ướt cát bằng dung dịch  $Pb(CH_3COOH)_2$  và loại bỏ phần dư bằng cách hút.

3.12 Bạc dietyldithiocacbammat : làm lạnh 200 ml dung dịch  $AgNO_3$  0,1 M (3,4 g/200 ml) và 200 ml dung dịch natri dietyldithiocacbammat 0,1 M (4,5 g/200 ml) xuống đến 10°C hoặc thấp hơn. Vừa khuấy vừa thêm từ từ dung dịch cacbammat vào dung dịch nitrat bạc ( $AgNO_3$ ), lọc qua phễu lọc có nhánh (phễu Buchner), rửa bằng nước lạnh, làm khô trong bình hút ẩm có chân không ở nhiệt độ phòng, hoà tan muối trong pyridin (loại thuốc thử). Vừa khuấy vừa thêm từ từ nước lạnh cho đến khi kết tủa hoàn toàn, lọc qua phễu lọc Buchner và rửa bằng nước cất cho đến sạch hoàn toàn pyridin. Làm khô tinh thể màu vàng nhạt trong điều kiện áp suất thấp (điểm nóng chảy 185 - 187°C), độ thu hồi 85-90°C, bảo quản trong lọ kín màu nâu ở tủ lạnh (nếu cần tiến hành kết tinh lần 2 để có được điểm nóng chảy chính xác).

3.13 Dung dịch bạc dietyldithiocacbammat, hoà tan 0,5000 g muối (3.12) vào pyridin không màu trong bình định mức dung tích 100 ml và pha loãng đến vạch mức bằng pyridin. Lắc đều và bảo quản trong chai màu nâu. Thuốc thử bền vài tháng ở nhiệt độ phòng.

## 4 Cách tiến hành

---

<sup>\*)</sup> Mesh là đơn vị đo kích thước của mắt sàng (lỗ rây).

#### 4.1 Chuẩn bị mẫu thử

Đối với các sản phẩm chứa các hợp chất hữu cơ bền, những sản phẩm có khả năng sinh ra các dẫn xuất hữu cơ oxi hoá không hoàn toàn, làm ức chế việc phân giải arsen, hoặc các sản phẩm khó vô cơ hoá được như : các loại dầu và 1 số sản phẩm khác cần phải xử lý đặc biệt để oxi hoá hoàn toàn arsen hữu cơ thành arsen vô cơ ( $As_2O_3$ ) hoặc để phá huỷ các yếu tố cản trở mang tính hữu cơ trước khi xác định arsen.

(Tham khảo các tài liệu : Ind.Eng.Chem.Anal 5.8 (1933); 6.280.327 (1934); JAO 20.171.171 (1937); 47.629 (1964)).

Pha loãng các dung dịch arsen thu được theo các phương pháp riêng biệt trên đến thể tích nhất định.

#### 4.2 Xác định

Chuyển dung dịch mẫu thử đã vô cơ hoá, (4.1), (thông thường khoảng 2-5 ml) và mẫu trắng với cùng thể tích vào các bình phản ứng, thêm nước cất cho đến 35 ml, sau đó vừa lắc tròn bình vừa thêm 5 ml HCl và 2 ml dung dịch kali iodua (theo 3.6) và 8 giọt dung dịch thiếc clorua  $SnCl_2$ , (3.7), rồi để yên từ 15 phút trở lên, cất tách  $AsH_3$ .

Thêm 4 ml dung dịch bạc dietyldithiocacamat (3.13) vào chỗ lắp ống nối chữ U.

Tháo bỏ ống nối và trộn đều dung dịch trong phần ống nối bằng cách hút đẩy nhẹ dung dịch 5 lần bằng thiết bị hút. Chuyển thẳng dung dịch vào cuvet đo quang phổ (nên dùng cuvet thuỷ tinh) và đọc độ hấp thụ ở bước sóng 522 nm. Xác định  $As_2O_3$  (hay As) trong dung dịch theo đồ thị chuẩn.

#### 4.3 Dụng đồ thị chuẩn

Cho 0,0; 1,0; 3,0; 6,0; 10,0 và 15,0 ml dung dịch chuẩn chứa 1,00  $\mu g$   $As_2O_3$ /ml vào các bình phản ứng. Thêm nước đến 35 ml và tiến hành như trong 4.2. Đo quang phổ bước sóng 522 nm và dựng đồ thị độ hấp thụ dựa vào hàm lượng  $\mu g$   $As_2O_3$  (hay As).

---