

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.123 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/9/2017 Trang: 1/5
--	----------------------------	--

**XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ PEROXIDE TRONG DẦU BẰNG  
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ  
(DETERMINATION OF PEROXIDE VALUE IN OILS AND  
FATS BY TTITRATION METHOD)**

<b>Nhân viên biên soạn</b>	<b>Nhân viên xem xét</b>	<b>Nhân viên phê duyệt</b>
Phạm Thị Kim Cúc	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trần Thái Vũ

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

<b>STT</b>	<b>Vị trí</b>	<b>Nội dung sửa đổi</b>	<b>Ngày sửa đổi</b>
<b>01</b>	<b>D.</b>	Bổ sung bảng tiêu chí chấp nhận kết quả theo appendix f – AOAC 2016	<b>15/9/2017</b>

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.123 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/9/2017 Trang: 2/5
--	----------------------------	--

## **A. GIỚI THIỆU**

### **I. Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chỉ số peroxide trong dầu.

### **II. Tài liệu tham khảo**

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: AOAC 965.33

### **III. Nguyên tắc**

Mẫu được hòa tan trong hỗn hợp dung môi cloroform – acid acetic và xử lý bằng dung dịch KI. Oxi hoạt tính có trong mẫu sẽ oxi hóa  $I^-$  thành  $I_2$  trong môi trường acid,  $I_2$  sinh ra sẽ được chuẩn độ bằng  $Na_2S_2O_3$  với chỉ thị hồ tinh bột.

### **IV. An toàn Phòng thử nghiệm**

- Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.
- Nhân viên phải mang găng tay, kính bảo hộ và thực hiện thao tác trong tủ hút khi lấy và sử dụng hóa chất độc hại.
- Tất cả các hóa chất phải thu gom vào bình chứa theo quy định, không được đổ ra môi trường.
- Tuyệt đối không được hút thuốc, ăn uống trong Phòng thử nghiệm

## **B. PHÂN TÍCH**

### **I. Thiết bị và dụng cụ**

- Cân phân tích 0 – 200g, độ chính xác 0,1 mg
- Buret 250ml
- Pipet các loại, .....
- Erlen 250ml.

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.123 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/9/2017 Trang: 3/5
--	----------------------------	--

## **II. Hóa chất và dung dịch hóa chất**

### **1. Hóa chất**

- Dung môi  $\text{CHCl}_3$  và acid  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .
- KI bão hòa
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .
- Hồ tinh bột
- Nước cất

### **2. Dung dịch hóa chất**

Tất cả các dung dịch hóa chất phải được pha bằng nước cất 02 lần.

- Hỗn hợp dung môi: trộn lẫn 3 thể tích  $\text{CHCl}_3$  với 2 thể tích  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .
- KI bão hòa trong nước
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.01N: cân 1.58g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  hòa tan trong nước cất và định mức thành 1L dung dịch
- Chỉ thị hồ tinh bột 1%: Cân 1g hồ tinh bột hòa tan trong 100ml nước nóng

## **III. Quy trình thử nghiệm**

- Mẫu cần được bảo quản tránh ánh sáng mặt trời và nhiệt độ và nên tiến hành phân tích ngay sau khi nhận mẫu.
- Cân khoảng  $5 \pm 0.05\text{g}$  (hoặc  $10\text{g} \pm 0.1\text{g}$  đối với mẫu có hàm lượng thấp) mẫu đã được đồng nhất trên cân HV.023.H vào bercher 250ml
- Thêm 30ml hỗn hợp dung môi lắc đều để hòa tan mẫu
- Thêm 0.5ml KI bão hòa, đập nắp, lắc nhẹ xoay tròn (không để tạo bọt khí) và để yên trong bóng tối chính xác trong 1 phút.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.123 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/9/2017 Trang: 4/5
---	---------------------	--

- Mở nắp ra và thêm ngay 30ml nước sau đó chuẩn độ bằng  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.01M đến màu vàng rơm, thêm 5 giọt chỉ thị hồ tinh bột 1%, tiếp tục chuẩn độ đến khi dung dịch có màu trắng đục. Nếu thể tích chuẩn độ nhỏ hơn 0.5ml thì sử dụng dung dịch chuẩn là  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.01M.
- Thực hiện mẫu trắng song song (thể tích chuẩn độ mẫu trắng phải nhỏ hơn 0.1ml)

## C. TÍNH KẾT QUẢ

### I. Chuẩn hóa lại nồng độ của $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01N:

Hút 10ml dung dịch chuẩn  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0.01N cho vào erlen 250ml, thêm 15ml nước cất, 3ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  đặc, chính xác 5ml KI 10%, lắc nhẹ. Đậy kín và để yên trong bóng tối 10 phút để khử hoàn toàn  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Sau đó chuẩn lại bằng  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , ghi nhận thể tích chuẩn độ (V). Làm song song một mẫu trắng ( $V_0$ ).

$$\text{Nồng độ } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ (N)} = \frac{V_{\text{pipet}} * N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V - V_0}$$

- V: thể tích  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  tiêu tốn, ml
- $V_0$ : thể tích mẫu trắng, ml
- $V_{\text{pipet}}$ : thể tích  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (N)

### II. Hàm lượng peroxide được xác định theo công thức sau:

$$\text{Peroxide (meqO}_2\text{/kg)} = \frac{(V - V_0) * C * 1000}{m}$$

- V: mL  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  chuẩn độ mẫu.
- $V_0$ : thể tích chuẩn độ mẫu trắng
- C: nồng độ của  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (N).
- m: Khối lượng mẫu cân (g).

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.123 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/9/2017 Trang: 5/5
--	----------------------------	--

#### **D. ĐẢM BẢO KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM**

Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu ( $\leq 10$  mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá giới hạn cho phép theo phụ lục f AOAC

<b>Nồng độ</b>	<b>RSD, %</b>
100%	1.3
10%	1.9
1%	2.7
0.10%	3.7
100ppm	5.3
10ppm	7.3
1ppm	11
100ppb	15
10ppb	21
1ppb	30

#### **E. BÁO CÁO KẾT QUẢ**

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích BM.15.04b và BM.15.06, bao gồm:

- Mã số mẫu, ngày phân tích,...
- Khối lượng cân của mẫu thử nghiệm.
- Các số liệu liên quan ...
- Những ghi nhận hay thay đổi khác (nếu có).