

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.016 Lần ban hành:02 Ngày ban hành: 18/01/2018 Trang: 1/5
---	----------------------------------	--

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SULFITE TRONG THỰC PHẨM
DETERMINATION OF SULFITE IN FOODS

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Thị Quý Anh	Phạm Thị Kim Cúc	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	18/01/2018

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.016 Lần ban hành:02 Ngày ban hành: 18/01/2018 Trang: 2/5
---	----------------------------------	--

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

- Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng sunphite trong thực phẩm
- Tiêu chuẩn này áp dụng được cho các loại thực phẩm có hàm lượng $\text{SO}_2 \geq 10$ ppm.

II. Tài liệu tham khảo.

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: *AOAC Official Method 990.28*

III. Nguyên tắc.

- Phương pháp này cho phép xác định sunphite ở dạng tự do và dạng kết hợp dưới dạng HSO_3^- hoặc SO_3^{2-} . Mẫu thử được đun hoàn lưu trong HCl (1M) để chuyển các dạng sunphite về SO_2 tự do. Khí nitơ dùng để thổi SO_2 ở bề mặt dung dịch qua ống làm lạnh vào dung dịch H_2O_2 3%. Khi tiếp xúc với dung dịch này, SO_2 bị oxi hóa thành H_2SO_4 . Lượng H_2SO_4 sinh ra được xác định bằng cách chuẩn độ với dung dịch NaOH.

VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

Nhân viên phân tích phải tuân thủ các quy định về an toàn khi làm việc trong phòng thí nghiệm sau:

- Phải mặc bảo hộ lao động khi làm việc trong phòng thí nghiệm: áo Blouse, găng tay, mắt kính và khẩu trang.
- Các hóa chất phải được để đúng nơi quy định.
- Các hóa chất phải được thao tác trong tủ hút.
- Các hóa chất thải phải được thu hồi vào bình thu hồi đúng chủng loại để chuyển giao cho đơn vị có chức năng xử lý.
- Tuân thủ các quy tắc về phòng chống cháy nổ trong công ty.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

1. Thiết bị cơ bản.

- Hệ thống chưng cất SO_2 gồm bình cầu 3 cổ dung tích 1L, ống sục khí nitơ, ống đóng chia vạch có khóa, ống hoàn lưu, ống sục khí SO_2 , bếp đun bình cầu 1L.
- Hệ thống khí nitơ
- Hệ thống làm lạnh.

2. Thiết bị phân tích

- Buret, erlen 100mL, pipet...

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.016 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 18/01/2018 Trang: 3/5
---	----------------------------------	---

- Cân phân tích, độ chính xác 0,01 mg

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- HCl, P.A
- H₂O₂ 30%, P.A
- NaOH, P.A
- Methyl red, P.A
- H₂C₂O₄ Mecrk
- Phenolphthalein

2. Dung dịch hóa chất

- Dung dịch Acid HCl (4M): 30mL HCl đậm đặc vào 60mL nước cất.
- Chỉ thị methyl red: hòa tan 250mg methyl red trong 100mL ethanol.
- Dung dịch H₂O₂ 3%: Hút 3mL dung dịch H₂O₂ 30% cho vào erlen và thêm vào 30 mL nước cất.
- Chỉ thị phenolphthalein 1%: Hòa tan 1g phenolphthalein trong 100mL Ethanol.
- Dung dịch chuẩn acid oxalic 0.01N: Cân 0.9g H₂C₂O₄ vào bình định mức 1L và hòa tan bằng nước cất
- Dung dịch NaOH 0.01N: cân 0.4g NaOH hòa tan bằng nước cất vào bình định mức 1L.
- Chuẩn độ lại dung dịch NaOH 0.01M: Rút chính xác V mL H₂C₂O₄ 0.01N, thêm 1 giọt chỉ thị phenolphthalein 1%. Sau đó tiến hành chuẩn độ bằng NaOH 0.01M đến khi xuất hiện màu hồng nhạt không biến mất trong 30 giây. Ghi thể tích NaOH đã tiêu tốn. Lặp lại thao tác trên 3 lần và ghi nhận thể tích trung bình của NaOH.

Nồng độ chính xác của NaOH (M) được tính theo công thức sau:

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{V_1 \times N_1}{V_2}$$

Trong đó:

V₁: thể tích acid H₂C₂O₄ 0.01N, mL

N₁: Nồng độ đương lượng của H₂C₂O₄, N

V₂: thể tích trung bình của NaOH đã tiêu tốn, mL

C_{NaOH}: Nồng độ NaOH, mol/L

3. Chất chuẩn.

- Chất chuẩn:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.016 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 18/01/2018 Trang: 4/5
---	----------------------------------	---

Na₂SO₃ có độ tinh khiết trên 99.5%.

- **Dung dịch chuẩn:** Dung dịch chuẩn SO₂ 1000 mg/L: Cân 20±1 mg Na₂SO₃ vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng nước cất. Nồng độ sulfite chính xác (mg/L) của dung dịch thu được được tính theo công thức sau (dung dịch chuẩn này được chuẩn bị mỗi khi sử dụng):

$$C(SO_2) = \frac{m_{Na_2SO_3}}{M_{Na_2SO_3}} \times M_{SO_2}$$

$$M_{Na_2SO_3} = 126.0433 \text{ g/mol}$$

$$M_{SO_2} = 64.0644 \text{ g/mol}$$

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích phải thực hiện các mẫu kiểm soát sau:

- Blank hóa chất.
- Mẫu lặp lại.
- Mẫu thêm chuẩn (QC hoặc recovery)

IV. Phân tích

1. Chưng cất

- Thêm 400mL nước cất vào bình cầu và sục khí nitơ để đuổi oxi ra khỏi hệ thống khoảng 15 phút. Đo lưu lượng khí nitơ sục vào bình cầu khoảng 200mL/phút.
- Thêm 3 giọt chỉ thị methyl đỏ vào 30mL dung dịch H₂O₂ 3% đã chuẩn bị. Trung hòa lại dung dịch trong erlen bằng NaOH 0.01M đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ sang vàng. Lắp erlen này vào hệ thống. Chỉ chuẩn bị dung dịch này trước khi sử dụng.
- Cân m g (50±2 g) mẫu cho vào máy xay, thêm vào 100 mL (ethanol:nước/5:95), xay nhuyễn mẫu trong 1 phút.
- Tháo ống đóng chia vạch có khóa khỏi bình cầu, đổ phần mẫu đã chuẩn bị ở trên vào bình cầu, tráng lại bằng một ít nước.
- Lắp ống đóng vào hệ thống. Thêm vào ống đóng 90mL HCl 4M, và mở khóa để cho acid chảy vào bình cầu, nên để lại trong phễu khoảng 3mL acid HCl để tránh SO₂ sinh ra thoát ra ngoài theo đường phễu.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.016 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 18/01/2018 Trang: 5/5
---	----------------------------------	---

- Đun cách thủy hệ thống trong 1.7giờ.

Lưu ý: Ở giữa các cổ nối phải thoa một lớp mỏng grease để các khớp nối được khít, tránh thất thoát SO₂.

2. Chuẩn độ:

- Lấy erlen đã hấp thu SO₂ sau chưng cất mang đi chuẩn độ bằng NaOH 0.01N đến màu vàng.

3. Mẫu thêm chuẩn

Thực hiện các bước tương tự như mục IV.1-2, nhưng sau khi cân mẫu, thêm vào mẫu. 1 mL chuẩn SO₂ 1000 mg/L.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Hàm lượng SO₂ trong mẫu được tính như sau:

$$\text{SO}_2(\text{ppm}) = \frac{32.03 * V * C * 1000}{m}$$

Trong đó:

- V: Thể tích NaOH đã dùng, mL
- C: Nồng độ mol của NaOH, mol/L
- m: khối lượng mẫu, g
- 32.03: đương lượng gam của SO₂, g/dlg
- 1000: hệ số qui đổi về đơn vị ppm

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Mẫu thêm chuẩn phải thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (<=10). Hiệu suất của mẫu thêm chuẩn phải nằm trong giới hạn cho phép theo phụ lục f AOAC
- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤10 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá giới hạn cho phép theo phụ lục f AOAC

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- ✓ Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:
 - BM.15.04b
 - BM.15.06