

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.306 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/5
--	--	---

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TITAN OXIT (TiO₂) TRONG
THỰC PHẨM BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG
PHÂN TỬ UV/VIS**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	29/12/2107

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.306 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/5
--	--	---

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

Phương pháp này được áp dụng để định lượng TiO_2 trong thực phẩm bằng phương pháp trắc quang phân tử UV/VIS.

<i>STT</i>	<i>Kim loại</i>	<i>MLOD, mg/kg</i>	<i>LOQ, mg/kg</i>
1	TiO ₂	20	60

II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: AOAC 973.36

III. Nguyên tắc.

Trong môi trường acid, Ti^{4+} sẽ kết hợp với H_2O_2 hình thành phức chất có màu vàng, cường độ màu phụ thuộc vàng hàm lượng TiO_2 có trong mẫu ở bước sóng 410 nm

IV. Thông tin an toàn phòng thí 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.
- Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

- Thiết bị cơ bản.
 - Cân phân tích, độ chính xác 1mg và 0.1 mg
 - Giấy lọc băng vàng
 - Bình định mức (CCX A): 50mL
 - Dụng cụ thủy tinh các loại
 - Micropipet 1 mL
- Thiết bị phân tích

Hệ thống quang phổ phân tử UV/VIS Shimadzu UV-2401PC, phần mềm UVProbe 2.34 điều khiển và ghi dữ liệu

II. Hoá chất và chất chuẩn.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.306 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/5
--	--	---

- Hoá chất.
 - H₂SO₄ đậm đặc
 - Dung dịch H₂SO₄ 1:9: hút 100 ml H₂SO₄ vào bình định đã có sẵn 200 ml DI định mức đến vạch 1000ml.
 - H₂O₂ 30 %.
- Chất chuẩn.
 - Chuẩn gốc TiO₂ 99.99%.
 - Pha chuẩn Ti 1000 mg/L: Cân chính xác khoảng 50 mg TiO₂ vào beaker 25 mL, thêm vào 1.5g Na₂SO₄ và 5 mL H₂SO₄ đậm đặc, đậy nắp và đun sôi trên bếp khoảng 15 phút để hòa tan hoàn toàn. Để nguội, chuyển dung dịch qua bình định mức 50 mL đã chứa sẵn 20 mL nước. Tráng chén nung bằng nước cất và chuyển vào bình định mức, để nguội và định mức đến vạch bằng nước cất.
 - Dung dịch chuẩn làm việc: Tùy theo hàm lượng TiO₂ trong mẫu mà chuẩn bị dãy chuẩn có nồng độ tương ứng (pha loãng chuẩn trong H₂SO₄ (1+9)) trong bình định mức 10 mL và thực hiện lên màu tương tự như mẫu thử (thêm 0.4 mL H₂O₂ 30% trong 10 mL chuẩn, lắc đều).

STT	m chuẩn Ti 1000 mg/L mL	V_{định mức} (mL)	Nồng độ chuẩn làm việc (mg/L)
1	0.05	10	5
2	0.1		10
3	0.25		25
4	0.5		50
5	0.75		75
6	1		100

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất: thực hiện song song với mẫu phân tích
- Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
- Mẫu QC spike: thực hiện thêm chuẩn ít nhất một trong các nồng độ 50 ppm, 100 ppm

VI. xử lý mẫu.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.306 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/5
--	--	---

1. Chuẩn bị mẫu.

Đồng nhất và bảo quản mẫu theo hướng dẫn thí nghiệm “HD.KT.022” mục 4.3

2. Phương pháp tiến hành.

Cân chính xác khoảng 5-10 g mẫu (m) cho vào chén nung, than hóa trên bếp điện. Sau đó, tro hóa hoàn toàn ở 850°C trong lò nung.

Lấy mẫu ra để nguội, thêm vào 0.75 g Na₂SO₄ và 5 mL H₂SO₄ đậm đặc, đun sôi trên bếp khoảng 15 phút để hòa tan hoàn toàn mẫu. Tắt bếp và để mẫu nguội trên bếp. Chuyển mẫu qua bình định mức 50 mL đã chứa sẵn 20 mL nước. Tráng chén nung bằng nước cất và chuyển vào bình định mức, để nguội và định mức đến vạch bằng nước cất.

Chuyển 10 mL mẫu vào bình định mức 10 mL, thêm vào 0.4 mL H₂O₂ 30%, lắc đều. Đo độ hấp thu tại bước sóng 408 nm.

V. Phân tích

1. Thông số thiết bị:

- Bước sóng 408 nm
- Cuvette: 1 cm

2. Trình tự của quá trình đo mẫu

- Sau khi hệ thống ổn định, các mẫu sẽ được đo theo trình tự sau:
 - o Các dung dịch chuẩn có nồng độ từ thấp đến cao;
 - o Mẫu trắng
 - o Mẫu cần kiểm nghiệm.
 - o Mẫu thêm chuẩn

Chú ý: Khi phân tích mẫu hàng loạt, tiêm xen kẽ một điểm chuẩn sau khi phân tích chuỗi 5 mẫu và kết thúc là một điểm chuẩn.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

- Xây dựng đường chuẩn biểu thị mối quan hệ giữa độ hấp thu với nồng độ tương ứng. Kết quả chất cần phân tích trong mẫu được tính toán thông qua độ hấp thu tương ứng so với đường chuẩn, theo công thức sau:

$$C(mg/kg) = \frac{C_0 \times V \times f}{m}$$

Trong đó:

- o C: nồng độ TiO₂ trong mẫu, mg/kg
- o C₀: nồng độ TiO₂ đo được, mg/L

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.306 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/5
--	--	---

- o* f : hệ số pha loãng (nếu có)
- o* m : khối lượng cân mẫu ban đầu, g
- o* V : thể tích định mức, mL

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Đường chuẩn phải có độ tuyến tính tốt (ít nhất là 05 điểm chuẩn), hệ số tương quan hồi qui tuyến tính (R^2) phải lớn hơn hoặc bằng 0.998.
- Độ lệch của các dung dịch chuẩn tiêm xen kẽ giữa các mẫu phân tích không vượt quá $\pm 10\%$ giá trị thật.
- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤ 20 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá $\pm 10\%$.
- Mẫu QC Spike: hiệu suất thu hồi nằm trong khoảng 90-110 %.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong Biểu mẫu BM.15.04a và BM.15.06