

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</p>	<p>Mã số: HD.TN.050 Lần ban hành:02 Ngày ban hành:20/04/2017 Trang: 2/5</p>
--	--	---

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

- Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng hàm lượng nitơ bazơ bay hơi đối với thủy sản và sản phẩm thủy sản.
- Phương pháp này có thể áp dụng cho các mẫu có tổng hàm lượng nitơ bazơ bay hơi nằm trong dải từ 5 mg/100g đến 100 mg/100 g

II. Tài liệu tham khảo.

- Phương pháp này dựa trên: TCVN 9215:2012

III. Nguyên tắc.

- Các nitơ bazơ bay hơi có trong mẫu được chiết bằng dung dịch axit perchloric. Sau khi được kiềm hóa, dịch chiết được chưng cất bằng hơi nước và các thành phần nitơ bazơ bay hơi được hấp thụ trong bình chứa axit. Chuẩn độ các nitơ bazơ đã hấp thụ bằng dung dịch axit clohydric chuẩn.

VI. 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 (thao tác pha axit HCl 8M và sử dụng hexan...)
- 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.

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

- Máy xay thịt để đồng hóa mẫu.
- Giấy lọc gấp nếp, đường kính 150 mm, loại lọc nhanh.
- Buret, 5 ml, được chia độ đến 0,01 ml.
- Thiết bị chưng cất (ví dụ: thiết bị Kjeldahl), có thể điều chỉnh lượng hơi nước đi qua và cung cấp một lượng hơi nước không đổi trong một khoảng thời gian nhất định. Thiết bị này phải đảm bảo kín khí để trong quá trình bổ sung các chất kiềm thì không làm thất thoát các nitơ bazơ tự do.
- Cân phân tích, có độ chính xác 0,001 g.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.050 Lần ban hành:02 Ngày ban hành:20/04/2017 Trang: 3/5
---	----------------------------------	---

- Máy đo pH
- Bình định mức.

II. Hoá chất và chất chuẩn.

CẢNH BÁO: Axit percloric là chất ăn mòn mạnh, phải hết sức chú ý về an toàn.

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích, trừ khi có quy định khác và nước được sử dụng phải là nước cất, nước đã loại khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương.

- Dung dịch axit percloric, 6 g/100 ml.
- Dung dịch natri hydroxit, 20 g/100 ml.
- Dung dịch axit clohydric, 0,01 mol/l.
- Dung dịch axit boric, 3 g/100 ml.
- Silicon chống tạo bọt.
- Dung dịch phenolphthalein, 1 g/100 ml etanol 95 %.
- Dung dịch chỉ thị hỗn hợp Tashiro: Hòa tan 2 g đỏ metyl và 1 g xanh metylen trong 1 000 ml etanol 95 %.
- Dung dịch amoni clorua (NH_4Cl), có hàm lượng nitơ 50 mg/100 g.
- Na_2CO_3 Merck

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:
- Mẫu lặp

VI. xử lý mẫu.

LƯU Ý: Các mẫu cần được chuẩn bị càng sớm càng tốt sau khi phòng thử nghiệm nhận được.

1. Chuẩn bị mẫu.

- Nghiền và trộn kỹ mẫu, sử dụng máy xay thịt .

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</p>	<p>Mã số: HD.TN.050 Lần ban hành:02 Ngày ban hành:20/04/2017 Trang: 4/5</p>
--	--	---

- Cân $10 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ phần mẫu thử đã được nghiền, chính xác đến $0,001 \text{ g}$, cho vào bình chứa thích hợp. Thêm $90,0 \text{ ml}$ dung dịch axit percloric, đồng hóa mẫu trong 2 min bằng máy trộn rồi lọc qua giấy lọc vào bình định mức 100 ml và thêm nước đến vạch.
- Dịch chiết có thể được bảo quản ở nhiệt độ từ 2°C đến 6°C trong 7 ngàymẫu.

2. Chưng cất.

- Cho $50,0 \text{ ml}$ dịch chiết thu được từ trên vào ống chưng cất của thiết bị chưng cất . Đầu ra của thiết bị chưng cất phải ngập trong 25 ml dung dịch $\text{H}_2\text{SO}_4 0.01\text{N}$ đựng trong bình thu nhận có dung tích thích hợp, đã được bổ sung khoảng năm giọt dung dịch chỉ thị hỗn hợp Tashiro. Để kiểm tra độ kiềm hóa của dịch chiết, thêm vài giọt phenolphthalein. Sau đó bổ sung vài giọt chất chống tạo bọt silicon, $6,5 \text{ ml}$ dung dịch natri hydroxit vào dịch chiết và tiến hành chưng cất ngay.
- Điều chỉnh hơi nước sao cho thu được 100 ml dịch cất trong 10 min. Sau đúng 10 min, kết thúc chưng cất. Tháo đầu ra của thiết bị chưng cất ra khỏi bình thu nhận và rửa sạch bằng nước.

3. Chuẩn độ:

- Các bazơ bay hơi có trong dịch cất được chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn NaOH . Kết thúc chuẩn độ khi dịch cất chuyển từ màu tím sang màu xanh lá cây.
- Kiểm tra pH của dung dịch ngay sau khi kết thúc chuẩn độ, giá trị pH phải là $5,0 \pm 0,1$.
- Tiến hành hai phép phân tích lặp lại. Chênh lệch giữa hai kết quả của phép xác định lặp lại không được lớn hơn $2 \text{ mg}/100\text{g}$

4. Mẫu trắng:

- Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định nhưng sử dụng $50,0 \text{ ml}$ dung dịch axit-percloric thay cho dịch chiết mẫu

5. Kiểm tra thiết bị chưng cất:

- Kiểm tra thiết bị bằng cách chưng cất dung dịch amoni clorua chứa 50 mg nitơ/ 100 g theo quy trình quy định trong mẫu.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Tổng hàm lượng nitơ bazơ bay hơi trong mẫu thử, X , được tính bằng miligam trên 100 g ($\text{mg}/100 \text{ g}$), theo công thức sau:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.050 Lần ban hành:02 Ngày ban hành:20/04/2017 Trang: 5/5
---	----------------------------------	---

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times a}{m} \times \frac{V_2}{V_3} \times 100$$

trong đó:

V_1 là thể tích dung dịch chuẩn NaOH đã dùng cho mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch chuẩn NaOH đã dùng cho mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

a là số miligam nitơ tương ứng với một mililit dung dịch chuẩn NaOH:

- đối với dung dịch NaOH 0,01 mol/l, $a = 0,14$ mg/ml;

- đối với dung dịch NaOH 0,05 mol/l, $a = 0,70$ mg/ml;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

V_2 là thể tích dịch lọc sau khi định mức, tính bằng mililit (ml) (trong trường hợp này, $V_2 = 100$ ml);

V_3 là thể tích dịch lọc được lấy để chưng cất, tính bằng mililit (ml) (trong trường hợp này, $V_3 = 50$ ml).

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

1. Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 3,36 mg/100 g.

2. Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do những người phân tích khác nhau thực hiện trong các phòng thử nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 7,00 mg/100g.).

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- ✓ Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:
 - BM.15.04a/BM.15.04b (tùy theo mỗi nhóm)
 - BM.15.06