

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.039 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 2/1/2018 Trang: 2/5
---	----------------------------	---

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng

Phương này dùng để xác định NaCl trong thực phẩm nói chung.

Nền mẫu	Tài liệu tham khảo	LOD, %	LOQ, %
Nước tương, nước mắm	TCVN 1764:2008	-	-
Hạt nêm, bột canh	TCVN 3973:1984	-	-
Thực phẩm	AOAC 928.04	0.03%	0.1%

II. Tài liệu tham khảo:

- TCVN 1764:2008: Nước tương
- TCVN 3973:1984 : Muối ăn
- AOAC 928.04

III. Nguyên tắc

- Đối với mẫu nước tương, nước mắm, bột canh, hạt nêm mẫu được pha loãng trong nước, sau đó được chuẩn độ bằng AgNO_3 với chỉ thị K_2CrO_4 .
- Đối với những mẫu thực phẩm còn lại, mẫu được than hóa và tro hóa ở nhiệt độ 450°C trong 6h. Sau đó hòa tan tro trong nước tiến hành chuẩn độ xác định hàm lượng NaCl bằng dung dịch AgNO_3 0.1N với chỉ thị K_2CrO_4 .

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 làm việc với axit HNO_3

Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết rõ ràng.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị & dụng cụ phân tích

1. Thiết bị

- Cân phân tích, độ chính xác 1mg, 0.1mg
- Lò nung
- Bếp điện

2. Dụng cụ

- Buret 25mL
- Chén sứ phá mẫu
- Dụng cụ thủy tinh các loại




II. Hóa chất & dung dịch thử

1. Hóa chất

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.039 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 2/1/2018 Trang: 3/5
---	----------------------------	---

- a. Nước cất 1 lần, nước cất khử ion
- b. AgNO_3
- c. NaCl , loại TKPT
- d. K_2CrO_4

2. Cách pha dung dịch thử

-  NaCl 0.1N: Cân chính xác khoảng 0.585g NaCl vào bình định mức 100mL, hòa tan và định mức tới vạch bằng nước cất khử ion.
-  Dung dịch AgNO_3 0.1N: Cân chính xác khoảng 17g AgNO_3 vào bình định mức 1L, hoà tan và định mức tới vạch bằng nước cất khử ion.
-  Dung dịch K_2CrO_4 5%: Hòa tan 2.5g K_2CrO_4 vào 50mL nước cất.

III. Kiểm soát QA/QC


- Thực hiện mẫu blank
- Thực hiện ít nhất 1 mẫu lặp trong 1 lô phân tích



IV. Xử lý mẫu

1. Chuẩn bị mẫu

Mẫu phải được xay nhuyễn trước khi tiến hành phân tích và được bảo quản tùy theo điều kiện của từng mẫu.

2. Thực hiện phân tích

-  Đối với mẫu nước mắt:

Lấy 10mL mẫu cho vào bình định mức 200mL, định mức đến vạch bằng nước cất. Lắc cho đều, sau đó lấy 5 hoặc 10mL cho vào erlen 250mL, thêm 100mL nước cất, và 1mL dung dịch K_2CrO_4 5% và chuẩn độ bằng dung dịch AgNO_3 0.1N cho đến khi dung dịch có màu nâu bền.
-  Đối với mẫu bột canh hoặc hạt nêm: cân khoảng 1-2g mẫu cho vào bình định mức 100mL và thêm nước lắc cho tan (hoặc nếu cần có thể làm nóng cho dễ tan) và định mức đến vạch bằng nước cất. Lấy 10mL dung dịch sau pha loãng cho vào erlen 150mL, và 1mL dung dịch K_2CrO_4 5% và chuẩn độ bằng dung dịch AgNO_3 0.1N cho đến khi dung dịch có màu đỏ bền.
-  Đối với các nền mẫu thực phẩm còn lại: Cân 2-5g mẫu đã được đồng nhất cho vào chén sứ (tùy vào hàm lượng muối có trong mẫu mà cân cho phù hợp), than hóa đến hết khói. Chuyển chén sứ vào lò nung, tăng nhiệt độ lò nung đến 450°C và nung trong 6giờ. Lấy ra để nguội, tắt ướt tro bằng nước cất khử ion, đun nhẹ trên bếp.
 - ✓ Nếu mẫu có hàm lượng $\text{NaCl} \leq 4\%$ thì lọc mẫu vào erlen 150mL, tráng rửa chén nhiều lần và cũng chuyển lên giấy lọc, thêm 0.5mL dung dịch K_2CrO_4 5% và chuẩn độ bằng dung dịch AgNO_3 0.1N cho đến khi dung dịch có màu đỏ bền.
 - ✓ Nếu mẫu có hàm lượng $\text{NaCl} \geq 4\%$ thì bắt buộc phải lọc mẫu vào bình định mức 100mL, sau đó tráng rửa chén nhiều lần và cũng chuyển lên giấy lọc, và định mức đến vạch bằng nước cất. Lấy 1 thể tích phù hợp cho vào erlen 150mL, thêm 0.5mL dung dịch

K₂CrO₄ 5% và chuẩn độ bằng dung dịch AgNO₃ 0.1N cho đến khi dung dịch có màu đỏ bền.

✓ Lưu ý: Thực hiện 1 mẫu blank tương tự như mẫu nhưng không có mẫu.

C. TÍNH KẾT QUẢ

🌈 Hàm lượng NaCl (X₁) trong nước tương hoặc nước mắm tính bằng g/L theo công thức:

$$X_1(g/L) = \frac{(V - V_0) * N_{AgNO_3} * 58.44 * V_{dm} * 100 * 10}{V_{mẫu} * V_{chuẩn độ} * 1000}$$

🌈 Hàm lượng NaCl tính bằng % trong mẫu, trong trường hợp mẫu có định mức và rút một thể tích nhất định để chuẩn độ:

$$X_2(\%) = \frac{(V - V_0) * N_{AgNO_3} * 58.44 * V_{dm} * 100}{m * V_{chuẩn độ} * 1000}$$

🌈 Hàm lượng NaCl tính bằng % trong mẫu, trong trường hợp mẫu chuẩn độ toàn bộ mẫu:

$$X_3(\%) = \frac{(V - V_0) * N_{AgNO_3} * 58.44 * 100}{m * 1000}$$

Trong đó:

- V: thể tích chuẩn độ AgNO₃ tiêu tốn khi chuẩn bị mẫu thử, (mL)
- V₀: thể tích chuẩn độ AgNO₃ tiêu tốn khi chuẩn bị mẫu Blank, (mL)
- N_{AgNO₃}: Nồng độ đương lượng AgNO₃, (N)
- 58,44: Khối lượng phân tử NaCl
- m: Khối lượng mẫu, g
- V_{dm}: Thể tích định mức, mL
- V chuẩn độ: Thể tích mẫu lấy để chuẩn độ, mL
- 1000: hệ số qui đổi từ mg sang g

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại vượt quá giới hạn qui định theo AOAC Apendix F như sau:

Analyte, %	Mass fraction (C)	Unit	RSD _r , %
100	1	100%	1.3
10	10 ⁻¹	10%	1.9
1	10 ⁻²	1%	2,7
0,1	10 ⁻³	0,1%	3,7

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.039 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 2/1/2018 Trang: 5/5
---	----------------------------	---

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả được báo cáo theo BM. 15.04b và BM. 15.06