

<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.238 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 2/4</p>
--	---	---

I. Phạm vi áp dụng.

Phương pháp này được sử dụng để xác định hàm lượng amoni (NH_3) trong thịt và sản phẩm từ thịt, thủy sản và sản phẩm thủy sản.

II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 3706:1990

III. Nguyên tắc.

Dùng kiềm nhẹ đẩy amoni ra khỏi mẫu thử, chưng cất vào dung dịch H_2SO_4 . Dựa vào lượng acid dư khi chuẩn độ bằng dung dịch NaOH để tính hàm lượng amoni.

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.

- Cân phân tích
- Máy chưng cất đạm

2. Thiết bị phân tích

- Buret 25ml
- Pipet 25ml, 50ml
- Phễu lọc và giấy lọc
- Cốc và erlen 250ml
- Bình định mức 200ml.

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- Nước cất
- NaOH
- H_2SO_4
- MgO

<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.238 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 3/4</p>
--	--	---

➤ Dung dịch hóa chất:

- Hỗn hợp chỉ thị: 200mg methyl đỏ và 100mg methyl xanh trong 100ml cồn 96%
- Phenolphthalein 1%: cân 1g phenolphthalein trong 100ml cồn
- NaOH 0.01N: cân 0.4g NaOH hòa tan trong nước cất và định mức thành 1L dung dịch.
- H₂SO₄ 0.01N: hút 0.27ml H₂SO₄ đđ vào bình định mức có chứa sẵn 500ml nước cất và định mức tới vạch.

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

Thực hiện mẫu Blank, mẫu lặp theo mục VI.2.

IV. xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu.

Trích dẫn “ hướng dẫn công việc đồng nhất mẫu trong phòng thí nghiệm – HD.KT.022”

Bảo quản mẫu tùy theo từng nền mẫu.

2. Phương pháp tiến hành.

Cân khoảng 40g mẫu vào cốc 400ml, dùng nước cất hòa tan mẫu và chuyển toàn bộ (cả nước tráng cốc) vào bình định mức 200ml.

Thêm nước tới khoảng 150ml và lắc 1 phút, để yên 5 phút, lặp lại 3 lần.

Thêm nước cất đến vạch, lắc đều, sau đó lọc.

Lấy chính xác 25ml H₂SO₄ 0.01N vào erlen 250ml và 5 giọt chỉ thị hỗn hợp, đặt bình vào đầu dưới ống sinh hàn của máy cất đạm sao cho đầu ống sinh hàn ngập hẳn vào dung dịch.

Dùng pipet lấy chính xác 50ml dịch sau lọc vào ống kjeldahl, 20ml nước, 5 giọt phenolphthalein 1% và khoảng 0.5g MgO vào cho đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng.

Lắp ống vào máy chưng cất và tiến hành chưng cất cho đến khi thu được khoảng 200ml dung dịch hoặc thử bằng giấy pH không có phản ứng kiềm là được.

Chuẩn độ lượng acid dư bằng NaOH 0.01N cho tới khi dung dịch chuyển từ màu tím sang xanh.

Tiến hành làm mẫu trắng song song với các lượng hóa chất, nước cất với các bước thí nghiệm như trên nhưng không có mẫu thử.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.238 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 4/4
---	----------------------------------	---

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Hàm lượng amoni trong mẫu tính bằng phần trăm theo khối lượng được tính theo công thức sau:

$$\text{NH}_3 \text{ (mg/Kg)} = \frac{(A - B) * M * C * 1000 * V_{dm}}{V_{pu} * m}$$

Trong đó:

- A: thể tích chuẩn độ mẫu trắng (ml)
- B: thể tích chuẩn độ mẫu thực (ml)
- M: khối lượng phân tử của amoni (g)
- C: nồng độ NaOH sử dụng (N)
- V_{dm}: thể tích định mức (ml)
- V_{pu}: thể tích dung dịch sau lọc đem đi chưng cất (ml)
- m: khối lượng mẫu (g).

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- ✓ Mẫu lặp phải được thực hiện ít nhất một lần cho một lô mẫu (<5 mẫu), kết quả mẫu lặp phải nằm trong giới hạn cho phép theo phụ lục f AOAC

Nồng độ	RSD, %
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 phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:
 - BM.15.04b
 - BM.15.06