

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.295 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 1/5
---------------------------------------------------	----------------------------------	------------------------------------------------------------------------------

XÁC ĐỊNH NITO AMIN-AMONIAC TRONG NƯỚC CHẤM

Determination of nitrogen amin-amoniac content

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

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi

A. TỔNG QUAN

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.295 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 2/5
---------------------------------------------------	----------------------------------	------------------------------------------------------------------------------

I. Phạm vi áp dụng.

- Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định N amin-amoniac đối với các nguyên liệu, bán thành phẩm và sản phẩm thủy sản.

II. Tài liệu tham khảo.

- Phương pháp này dựa trên: TCVN 3707:1990

III. Nguyên tắc.

- Cho foomon tác dụng với nhóm amin (của acid amin, peptit...) và với muối amoni có trong mẫu thử. Chuẩn độ nhóm -COOH được giải phóng ra trong phản ứng Bằng dung dịch NaOH 0.1N cho đến khi dung dịch đạt pH = 9.2. Dựa vào lượng kiềm tiêu tốn khi chuẩn độ để tính hàm lượng nito amin-amoniac.

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:

- Bình định mức các loại.
- Erlen 250ml có nút.
- Buret, 25 ml, được chia độ đến 0,05 ml.
- Pipet các loại.
- Phễu lọc và giấy lọc.
- Cân phân tích
- Đũa thủy tinh.

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.295 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 3/5
---------------------------------------------------	------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------

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 HCl 0.1N.
- Dung dịch NaOH 0.1N.
- Dung dịch bromothymol xanh, dung dịch 0.05% trong etanol 60%.
- Phenolphthalein 0.5% trong etanol 60%
- Thimolphthalein 1% trong etanol 50%.
- Foocmon tinh khiết, dung dịch trung tính 30%: 50ml foocmon 30% vào cốc , thêm vài giọt thimolphthalein 1%, thêm NaOH 0.1N cho đến khi dung dịch vừa có màu xanh nhạt .
- Hỗn hợp chỉ thị: trộn lẫn 5 thể tích dung dịch bromothymol xanh 0.05% với 4 thể tích dung dịch phenolphthalein 0.5%.
- Natri hydrophotphat M/15 (A): 2.59g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ hòa tan trong bình định mức 100ml và thêm nước cất tới vạch.
- Kali dihydrophotphat M/15 (B): Cân 0.707g KH_2PO_4 , hòa tan trong bình định mức 100ml và thêm nước cất tới vạch.
- Dung dịch đệm pH = 7.0: hòa lẫn 61.2ml dung dịch A và 38.8ml dung dịch B.
- Dung dịch màu tiêu chuẩn pH = 7.0: cho 20ml dung dịch đệm pH = 7.0 vào erlen 100ml, thêm 0.1ml dung dịch chỉ thị hỗn hợp, dung dịch có màu xanh lá mạ.
- Dung dịch đệm pH = 9.2: Cân 1.9018g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ vào bình định mức 100ml và thêm nước tới vạch.
- Dung dịch màu tiêu chuẩn pH = 9.2: cho 20ml dung dịch đệm pH = 9.2 vào erlen 100ml, thêm 1ml dung dịch chỉ thị hỗn hợp, dung dịch có màu tím.

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.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.295 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 4/5
---------------------------------------------------	------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------

- Hút 20ml mẫu sau khi pha loãng 20 lần cho vào erlen 250ml, thêm 1ml dung dịch chỉ thị hỗn hợp, trung hòa cho đến khi dung dịch có màu giống với màu dung dịch tiêu chuẩn pH = 7.0. Sau đó dung buret cho thêm 20ml dung dịch foocmon trung tính 30% vào rồi đậy nút bình lại, lắc đều, để yên 5 phút.
- Chuẩn độ bằng dung dịch NaOH 0.1N cho đến khi dung dịch có màu giống màu của dung dịch tiêu chuẩn pH = 9.2.
- Tiến hành xác định mẫu trắng với tất cả hóa chất và các bước thử nghiệm như trên, thay dịch mẫu bằng 20ml nước cất.

C. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

Tổng hàm lượng nitơ amin-amoniac, tính bằng gN/L, theo công thức sau:

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times N \times 14 \times f}{V}$$

trong đó:

V_1 là thể tích dung dịch NaOH 0.1M chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch NaOH 0.1M chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

N là nồng độ NaOH sử dụng mol/l

f là hệ số pha loãng

V Thể tích mẫu mang đi xác định, ml

D. **KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.295 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 5/5
---------------------------------------------------	----------------------------------	------------------------------------------------------------------------------

Khác nhau kết quả của 2 lần xác định được tiến hành đồng thời hoặc kế tiếp nhau nhanh do cùng một kiểm nghiệm viên làm, không được vượt quá giá trị cho phép trong bảng sau:

No.	Hàm lượng	RSD, %
1	100%	1.3
2	10%	1.8
3	1%	2.7
4	0.10%	3.7
5	100ppm	5.3
6	10ppm	7.3
7	1ppm	11
8	100ppb	15
9	10ppb	21
10	1ppb	30

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:

- BM.15.04b
- BM.15.06