**XÁC ĐỊNH MUỐI ĂN (NaCl) TRONG THỰC PHẨM**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Nhân viên biên soạn | Nhân viên xem xét | Nhân viên phê duyệt |
| Nguyễn Thị Thanh Xuân | 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 | **2/1/2018** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

# 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 AgNO3 với chỉ thị K2CrO4.
* Đối với những mẫu thực phẩm còn lại, mẫu được than hóa và tro hóa ở nhiệt độ 450oC trong 6h. Sau đó hòa tan tro trong nước tiến hành chuẩn độ xác định hàm lượng NaCl bằng dung dịch AgNO3 0.1N với chỉ thị K2CrO4.

**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 HNO3

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

a. Cân phân tích, độ chính xác 1mg, 0.1mg

### b. Lò nung

c. Bếp điện

2. Dụng cụ

### a. Buret 25mL

### b. Chén sứ phá mẫu

c. Dụng cụ thủy tinh các loại

### **II. Hóa chất & dung dịch thử**

### 1. Hóa chất

### a. Nước cất 1 lần, nước cất khử ion

### b. AgNO3

### c. NaCl, loại TKPT

### d. K2CrO4

### 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 AgNO3 0.1N: Cân chính xác khoảng 17g AgNO3 vào bình định mức 1L, hoà tan và định mức tới vạch bằng nước cất khử ion.
* Dung dịch K2CrO4 5%: Hòa tan 2.5g K2CrO4 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 mắm:

### 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 K2CrO4 5% và chuẩn độ bằng dung dịchAgNO3 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 dể tan) và định mức đến vạch bằng nước cất. Lấy 10mL dung dịch sau pha loãng cho vào erlen 150mL, và 1mL dung dịch K2CrO4 5% và chuẩn độ bằng dung dịch AgNO3 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 450oC và nung trong 6giờ. Lấy ra để nguội, tẩm ướt tro bằng nước cất khử ion, đun nhẹ trên bếp.

### Nếu mẫu có hàm lượng NaCl ≤ 4% thì lọc mẫu vào erlen 150mL, tráng rửa chén nhiều lần và cũng chuyển lên giấy lọc, 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.

### Nếu mẫu có hàm lượng NaCl ≥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:



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



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



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
* Vdm: 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:



**E. BÁO CÁO KẾT QUẢ**

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