**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 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. **TỔNG QUAN**
2. **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.

1. **Tài liệu tham khảo.**

* Phương pháp này dựa trên: TCVN 3707:1990

1. **Nguyên tắc.**

* Cho foocmon 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.

1. **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 axít 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.

1. **PHÂN TÍCH**
2. **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.

1. **Hoá chất và chất chuẩn.**

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 dịchNaOH 0.1N.
* Dung dịch bromothymol xanh, dung dịch 0.05% trong etanol 60%.
* Phenolphtalein 0.5% trong etanol 60%
* Thimolphtalein 1% trong etanol 50%.
* Foocmon tinh khiết, dung dihcj trung tính 30%: 50ml foocmon 30% vào cốc , thêm vài giọt thimolphtalein 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 Na2HPO4.12H2O hòa tan trong bình định mức 100ml và thêm nước cất tới vạch.
* Kali dihydrophotphat M/15 (B): Cân 0.707gKH2PO4, hòa tan trong bình định mức 100ml và thêm nước cất tới vạch.
* Dung dịch đệm pH = 7.0: hòa lần 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 Na2B4O7.10H2O 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.

1. **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.**

* 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.

1. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

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



trong đó:

V1 là thể tích dung dịch NaOH 0.1M chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V0 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

1. **KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

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:



1. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:

* BM.15.04b
* BM.15.06