

THỦY SẢN	TCVN 3707-90
Phương pháp xác định hàm lượng nitơ amin-amoniac	Soát xét lần 1
Aquatic products	Khuyến khích
Method for the determination of nitrogen amin-amoniac content	áp dụng

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 3707-81, qui định phương pháp xác định hàm lượng nitơ amin-amoniac đối với các nguyên liệu, bán thành phẩm và sản phẩm thủy sản.

1. Lấy mẫu

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 5276-90.

2. Nguyên tắc chung

Cho foccmon tác dụng với nhóm amin (của axit amin, peptit ...) và với muối amon có trong mẫu thử. Chuẩn độ nhóm COOH được giải phóng ra trong phản ứng bằng dung dịch natri hydroxyt 0,1N cho đến khi dung dịch đạt pH = 9,2. Dựa vào lượng kiềm tiêu tốn khi chuẩn độ để tính hàm lượng nitơ amin-amoniac.

3. Dụng cụ và hoá chất

- Bình định mức, dung tích 100, 250, 1000ml;
- Bình nón, nút mài, dung tích 100, 250ml;
- Cốc thủy tinh, dung tích 100, 250ml;
- Buret 25ml;
- Pipet 1, 10, 25ml;
- Phễu thủy tinh;
- Cân phân tích, độ chính xác 0,001g;
- Đũa thủy tinh;
- Giấy lọc;

- Axit clohydric (HCl), dung dịch 0,1N;
- Natri hydroxyt (NaOH), dung dịch 0,1N;
- Bromothimol xanh, dung dịch 0,05% trong etanol 60%;
- Phenolphtalein, dung dịch 0,5% trong etanol 60%;
- Thimolphtalein, dung dịch 1% trong etanol 60%;
- Focmon tinh khiết, dung dịch trung tính 30%, chuẩn bị như sau :

50 thể tích dung dịch focmon 30% hoà tan với một thể tích dung dịch thimolphtalein 1%, thêm dung dịch natri hydroxyt 0,1N cho đến khi dung dịch vừa có màu xanh nhạt.

- Chỉ thị hỗn hợp : Trộn lẫn 5 thể tích dung dịch bromothimol xanh 0,05% với 4 thể tích dung dịch phenolphtalein 0,5%.

- Natri hydrophotphat, dung dịch M/15(A) : cân chính xác 2,59g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (hoặc 1,1876g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) hoà tan trong bình định mức dung tích 100ml, thêm nước cất đến vạch mức.

- Kali dihydrophosphat, dung dịch M/15(B) : cân chính xác 0,707g KH_2PO_4 , hoà tan trong bình định mức dung tích 100ml, thêm nước cất đến vạch mức;

- Dung dịch đệm pH = 7,0 : Hoà lẫn 61,2ml dung dịch (A) và 38,8ml dung dịch (B);

- Dung dịch màu tiêu chuẩn pH = 7,0 : Cho vào bình nón dung tích 100ml : 20ml dung dịch đệm pH = 7,0 và 0,1ml dung dịch chỉ thị hỗn hợp, dung dịch có màu xanh lá mạ;

- Dung dịch đệm pH = 9,2 : Cân chính xác 1,9018g natri tetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) hòa tan trong bình định mức dung tích 100ml, thêm nước cất đến vạch mức;

- Dung dịch màu tiêu chuẩn pH = 9,2 : Cho vào bình nón dung tích 100ml : 20ml dung dịch đệm pH = 9,2, 1ml dung dịch

chỉ thị hỗn hợp. Dung dịch có màu tím.

4. Tiến hành thử

Cân chính xác 10 - 15g mẫu thử cho vào một cốc thủy tinh dung tích 100ml. Dùng nước cất hoà tan mẫu và chuyển toàn bộ (cả nước tráng cốc) vào bình định mức dung tích 250ml, thêm nước cất đến khoảng 200ml. Sau đó, lắc 1 phút, để yên 5 phút, lặp lại 3 lần. Thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều và lọc.

Dùng pipet lấy chính xác 20ml dịch lọc vào bình nóng dung tích 250ml, thêm 1ml dung dịch chỉ thị hỗn hợp, trung hoà dịch lọc cho đến khi dung dịch có màu giống dung dịch màu tiêu chuẩn pH = 7,0. Sau đó dùng buret cho thêm 20ml dung dịch foomon trung tính 30% vào rồi đập nút bình lại, lắc đều, để yên 5 phút.

Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyt 0,1N cho đến khi dung dịch có màu giống dung dịch màu tiêu chuẩn pH = 9,2.

Tiến hành xác định mẫu trắng với tất cả lượng hoá chất và các bước thử nghiệm như trên, thay dịch mẫu thử bằng 20ml nước cất.

5. Tính kết quả

Hàm lượng nitơ amin-amoniac (X_{10}) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_{10} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0014 \cdot 250 \cdot 100}{20 \cdot m}$$

Trong đó :

- V_1 - Thể tích dung dịch NaOH 0,1N tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng ml;
- V_2 - Thể tích dung dịch NaOH 0,1N tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml;
- m - Khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

- 0,0014 - Số g nitơ tương ứng với 1ml dung dịch NaOH 0,1N;
- 250 - Thể tích toàn bộ dịch lọc, tính bằng ml;
- 20 - Thể tích dịch lọc để xác định, tính bằng ml;
- 100 - Hệ số tính ra phần trăm.

Chú thích :

Đối với nước mắm, mẫu thử được pha loãng 20 lần, lấy 20ml dịch pha loãng để xác định.

Hàm lượng nitơ amin-amoniac (X_{10}) tính bằng g/l theo công thức :

$$X_{10} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0014 \cdot 20 \cdot 1000}{20} = 1,4 (V_1 - V_2)$$

Trong đó :

- 20^{*} - Độ pha loãng của nước mắm;
- 20 - Thể tích dịch pha loãng để xác định, tính bằng ml;
- 1000 - Hệ số tính ra g/l;

Các ký hiệu khác như đã ghi ở trên.