

!	THỦY SẢN	!	!
!	Phương pháp xác định hàm lượng	!	TCVN 3706-90 !
!	nitơ amoniac	!	!Soát xét lần 1!
!	Aquatic products	!	!Khuyến khích !
!	Method for determination of	!	! áp dụng !
!	nitrogen ammonia content	!	!

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 3706-81, qui định phương pháp xác định hàm lượng nitơ 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

Dùng kiềm nhẹ đẩy amoniac ra khỏi mẫu thử, chúng cất vào dung dịch axit sunfuric. Dựa vào lượng axit dư khi chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyt 0,1N để tính hàm lượng amoniac.

3. Dụng cụ và hoá chất

- Máy cất đạm;
- Bình định mức, dung tích 250, 1000ml;
- Bình nón, dung tích 250ml;
- Cốc thủy tinh, dung tích 100ml;
- Buret 25ml;
- Pipet 10, 20, 50ml;
- Giấy lọc;
- Giấy đo pH;
- Axit sunfuric (H_2SO_4), dung dịch 0,1N;
- Natri hydroxyt (NaOH), dung dịch 0,1N;
- Magie oxyt (MgO), dung dịch 5% (có dạng đục như sữa);

- Chỉ thị hỗn hợp : 200 mg đỏ metyl và 100mg xanh metyl hoà tan trong 200ml etanol (C_2H_5OH) 96%;
- Phenolphthalein, dung dịch 1% trong etanol 60%.

4. Tiến hành thử

Cân chính xác 10 - 15g mẫu thử vào 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 và lắc 1 phút, để yên 5 phút, lặp lại 3 lần. Thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều sau đó lọc.

Lấy chính xác 200ml dung dịch axit sunfuric 0,1N vào bình nón dung tích 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 lọc mẫu thử cho vào bình cất của máy cất đạm. Thêm tiếp 20ml nước cất, 5 giọt phenolphthalein 1% và cho dung dịch magie oxyt 5% vào cho đến khi dung dịch trong bình xuất hiện màu hồng. Tráng bằng nước cất cho sạch dung dịch magie oxyt trên phễu rồi khoá máy lại (để tránh bị mất amoniac cần khoá máy ngay trên phễu còn một ít nước cất). Cuối cùng giữ trên phễu một lớp nước cất cao 1,5 - 2 cm để kiểm tra độ kín của máy - (ghi toàn bộ lượng nước cất đã cho vào bình cất để biết lượng nước cất cần thiết khi chuẩn độ mẫu trắng).

Cho nước lạnh chảy qua ống sinh hàn rồi cất liên tục trong 30 phút kể từ khi dung dịch trong bình bắt đầu sôi. Hạ bình hứng để ống sinh hàn lên khỏi mặt nước. Sau đó hứng nước ngưng chảy ra ở đầu ống sinh hàn, thử bằng giấy pH, không có phản ứng kiềm là được.

Dùng natri hydroxyt 0,1N chuẩn độ lượng axit dư trong bình hứng cho tới khi dung dịch chuyển từ màu tím sang xanh lá mạ.

Tiến hành xác định mẫu trắng với các lượng hoá chất, nước cất với các bước thí nghiệm như trên, không có mẫu thử.

5. Tính kết quả

Hàm lượng nitơ amoniac (X_9) tính bằng phần trăm, theo công thức :

$$X_9 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0014 \cdot 250 \cdot 100}{50 \cdot m}$$

Trong đó :

- V_1 - Thể tích dung dịch natri hydroxyt 0,1N tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml;
- V_2 - Thể tích dung dịch natri hydroxyt 0,1N tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng ml;
- m - Khối lượng mẫu thử, tính bằng g;
- 250 - Thể tích dịch pha loãng mẫu thử, tính bằng ml;
- 50 - Thể tích dịch lọc đã pha loãng lấy 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 50ml dịch pha loãng xác định.

Hàm lượng nitơ amoniac (X_9) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_9 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0014 \cdot 20 \cdot 1000}{50} = 0,56 (V_1 - V_2)$$

Trong đó :

- 20 - Độ pha loãng của nước mắm;
 - 1000 - Hệ số tính ra g/l;
- Các ký hiệu khác như đã ghi ở trên.