

## Lời nói đầu

TCVN 3701 : 2009 thay thế TCVN 3701 : 1990;

TCVN 3701 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F11 Thủy sản biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

# Thuỷ sản và sản phẩm thuỷ sản – Xác định hàm lượng natri clorua

*Fish and fishery products – Determination of sodium chloride content*

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng natri clorua trong thuỷ sản và sản phẩm thuỷ sản bằng phương pháp chuẩn độ.

## 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 5276 : 1990, *Thuỷ sản – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu*.

## 3 Thuốc thử

Chỉ được sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích, nước sử dụng phải là nước cất hoặc đã loại ion không chứa nhóm halogen.

### 3.1 Dung dịch chuẩn bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ), 0,1 M

Hoà tan một lượng bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) lớn hơn lượng lý thuyết (169,87 g) bằng nước trong bình định mức 1 000 ml (4.4) và pha loãng đến vạch. Bảo quản dung dịch đã chuẩn bị trong lọ thuỷ tinh (4.2), tránh ánh sáng.

Xác định nồng độ dung dịch  $\text{AgNO}_3$  bằng dung dịch natri clorua ( $\text{NaCl}$ ) 0,1 M (5,844 g  $\text{NaCl}$  khan trong 1 000 ml nước).

### 3.2 Dung dịch chuẩn amoni thioxyanat ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ), 0,1 M

Hoà tan 7,612 g  $\text{NH}_4\text{SCN}$  bằng nước trong bình định mức dung tích 1 000 ml (4.4). Thêm nước đến vạch và trộn.

Xác định nồng độ dung dịch làm việc bằng cách lấy chính xác từ 40 ml đến 50 ml dung dịch chuẩn  $\text{AgNO}_3$  0,1 M (3.1), thêm 2 ml dung dịch chỉ thị sắt (III) (3.3) và 5 ml dung dịch  $\text{HNO}_3$  (3.4), chuẩn độ bằng dung dịch  $\text{NH}_4\text{SCN}$  0,1 M cho đến khi dung dịch xuất hiện màu xanh xám sau khi lắc mạnh.

3.3 Dung dịch chỉ thị sắt (III), sắt (III) amoni sulfat [ $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ ] bão hoà.

3.4 Dung dịch axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ), tỷ lệ 1 + 1.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và cụ thể như sau:

4.1 Bình nón hoặc cốc có mỏ, dung tích 250 ml.

4.2 Lọ thuỷ tinh, màu tối, có nắp đậy kín.

4.3 Bếp điện hoặc bếp cách cát.

4.4 Bình định mức, dung tích 1 000 ml.

4.5 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,001 g.

4.6 Máy nghiền tốc độ cao, được trang bị bình đựng dung tích 1 000 ml.

CHÚ THÍCH: Làm sạch kỹ các dụng cụ bằng thuỷ tinh, tránh tiếp xúc với bụi bẩn.

## 5 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 5276 : 1990.

## 6 Chuẩn bị mẫu

Cân khoảng 50 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g, cho vào bình đựng của máy nghiền tốc độ cao (4.6) và thêm 450 g nước. Đậy nắp, bật máy nghiền ở tốc độ thấp bằng cách dùng biển áp biến đổi để phân tán sơ bộ sau đó nghiền kỹ với tốc độ cao (thường 1 min đến 2 min là đủ). Dùng pipet đã tháo bỏ đầu tip để chuyển khoảng 50 g hỗn hợp sau khi nghiền (tương đương 5 g mẫu thử). Trộn kỹ huyền phù của mẫu thử ngay trước khi dùng pipet để lấy phần mẫu thử để phân tích, sao cho phần chất rắn được phân tán đều.

Đối với nước mắm, mẫu thử được pha loãng 20 lần.

## 7 Cách tiến hành

Cho khoảng 100 g dung dịch đã chuẩn bị (xem Điều 6), chính xác đến 0,001 g, vào cốc có mỏ 250 ml (4.1). Thêm dung dịch  $\text{AgNO}_3$  0,1 M (3.1) với một lượng lớn hơn đủ để tạo kết tủa tất cả ion  $\text{Cl}^-$  thành  $\text{AgCl}$ , sau đó thêm 20 ml dung dịch  $\text{HNO}_3$  (3.4). Đun sôi nhẹ trên bếp điện hoặc bếp cách cát (4.3) sao cho tất cả các chất rắn hoà tan hết ngoại trừ  $\text{AgCl}$  (thường mất khoảng 15 min). Làm nguội, thêm 50 ml nước và 5 ml dung dịch chỉ thị (3.3) và chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn  $\text{NH}_4\text{SCN}$  0,1 M (3.2) cho đến khi dung dịch có màu nâu sáng ổn định.

## 8 Tính kết quả

Hàm lượng natri clorua,  $X_1$ , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,00585}{m} \times k \times 100$$

trong đó:

$V_1$  là thể tích dung dịch  $\text{AgNO}_3$  0,1 M (3.1) đã thêm vào (xem Điều 7), tính bằng mililit (ml);

$V_2$  là thể tích dung dịch  $\text{NH}_4\text{SCN}$  0,1 M (3.2) đã dùng để chuẩn độ (xem Điều 7), tính bằng mililit (ml);

0,00585 là lượng natri clorua tương ứng với 1 ml dung dịch  $\text{AgNO}_3$  0,1 M, tính bằng gam (g);

$m$  là khối lượng dung dịch mẫu thử đã chuẩn bị được lấy để chuẩn độ (xem Điều 7), tính bằng gam (g);

$k$  là hệ số pha loãng khi chuẩn bị mẫu thử (đối với mẫu nguyên liệu, bán thành phẩm và sản phẩm thủy sản,  $k = 10$ ; đối với mẫu nước mắm,  $k = 20$ );

100 là hệ số quy đổi ra %.

Biểu thị kết quả đến hai chữ số thập phân.

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- mọi thông tin cần thiết về nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các điều kiện thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy ý, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả.

## **Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] AOAC 937.09 *Salt (Chlorine as Sodium Chloride) in Seafood -Volumetric Method.***