

Lấy kết quả là trung bình số học của các kết quả từ hai lần xác định, với điều kiện đáp ứng được yêu cầu về độ lặp lại (xem 9.2). Ghi kết quả chính xác đến 1 mg trên kilogram sản phẩm.

9.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm thu được đồng thời hoặc liên tiếp nhanh, do cùng một người thực hiện, không được vượt quá 10 % giá trị trung bình.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ phương pháp lấy mẫu đã sử dụng và kết quả thu được; đồng thời báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập đến mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo thử nghiệm cũng phải bao gồm mọi kết quả cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.

Lời nói đầu

TCVN 7992:2009 và TCVN 7991:2009 thay thế TCVN 5247-90;

TCVN 7992:2009 hoàn toàn tương đương với ISO 2918:1975;

TCVN 7992:2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F8
Thịt và sản phẩm thịt biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất
lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thịt và sản phẩm thịt – Xác định hàm lượng nitrit – (Phương pháp chuẩn)

*Meat and meat products – Determination of nitrite content –
(Reference method)*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng nitrit trong thịt và sản phẩm thịt.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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.

TCVN 4833-1 (ISO 3100-1)¹, Thịt và sản phẩm thịt – Lấy mẫu.

3 Định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

Hàm lượng nitrit trong thịt và sản phẩm thịt (nitrite content of meat and meat products)

Hàm lượng nitrit xác định được theo qui trình mô tả trong tiêu chuẩn này và được biểu thị bằng miligam natri nitrit trên kilogram (phần triệu).

¹ TCVN 4833-1:2002 (ISO 3100-1:1991) đến nay đã huỷ và được thay thế bằng TCVN 7925:2009 (ISO 17604:2003).

4 Nguyên tắc

Chiết phần mẫu thử bằng nước nóng, cho kết tủa protein và lọc. Cho thêm sulphanilamid và N-1-naphthylethylenediamin dihydro clorua vào dịch lọc, khi có mặt nitrit thì dung dịch thử sẽ có màu đỏ và đo quang dung dịch này ở bước sóng 538 nm.

5 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải đạt chất lượng tinh khiết phân tích. Nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Dung dịch làm kết tủa các protein

5.1.1 Thuốc thử I

Hoà tan 106 g kali feroxyanua ngậm ba phân tử nước [$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$] trong nước và thêm nước đến 1000 ml.

5.1.2 Thuốc thử II

Hoà tan 220 g kẽm axetat ngậm hai phân tử nước [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$] và 30 ml axit axetic băng trong nước và thêm nước đến 1000 ml.

5.1.3 Dung dịch borax, bão hoà

Hoà tan 50 g dinatri tetraborat ngậm mười phân tử nước ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) trong 1000 ml nước ấm và để nguội đến nhiệt độ phòng.

5.2 Dung dịch chuẩn natri nitrit

Hoà tan 1,000 g natri nitrit ($NaNO_2$) trong nước và pha loãng đến 100 ml đựng trong bình định mức một vạch. Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch này cho vào bình định mức một vạch 1000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch.

Chuẩn bị một dãy các dung dịch chuẩn bằng cách dùng pipet lấy 5 ml, 10 ml và 20 ml dung dịch này cho vào các bình định mức một vạch 100 ml và pha loãng bằng nước đến vạch. Các dung dịch chuẩn này chứa tương ứng 2,5 μ g, 5,0 μ g, và 10,0 μ g natri nitrit/ml.

Các dung dịch chuẩn và dung dịch natri nitrit loãng (0,05 g/l) phải được chuẩn bị trong ngày sử dụng.

5.3 Dung dịch cần để hiện màu

5.3.1 Dung dịch I

Hoà tan 2 g sulphanilamid ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) trong 800 ml nước để trong nơi cách thuỷ. Để nguội, lọc, nếu cần, và thêm 100 ml dung dịch axit clohydric đậm đặc ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$), trong khi vẫn khuấy. Pha loãng bằng nước đến 1000 ml.

5.3.2 Dung dịch II

Hoà tan 0,25 g *N*-1-naphtyletylendiamin dihydroclorua ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$) trong nước. Thêm nước đến 250 ml.

Bảo quản dung dịch này trong bình màu nâu có nắp đậy kín. Giữ trong tủ lạnh không quá một tuần.

5.3.3 Dung dịch III

Hoà tan 445 ml dung dịch axit clohydric đậm đặc ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) bằng nước đến 1000 ml.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Máy xay thịt bằng cơ học, cỡ phòng thử nghiệm, được gắn với đĩa có đục các lỗ với đường kính không quá 4 mm.

6.2 Cân phân tích.

6.3 Bình định mức một vạch, dung tích 100 ml, 200 ml và 1000 ml, phù hợp với loại B của TCVN 7153 (ISO 1042).

6.4 Pipet một vạch, dung tích 10 ml, và dung tích khác tùy thuộc vào phần dịch lọc (8.4.1), nếu cần, phù hợp với loại A của TCVN 7151 (ISO 648).

6.5 Nồi cách thuỷ.

6.6 Máy đo màu quang điện hoặc **máy đo quang phổ** có các cuvet với chiều dài đường quang 1 cm.

6.7 Giấy lọc gấp nếp, đường kính khoảng 15 cm, không chứa nitrit.

6.8 Bình nón, dung tích 300 ml.

7 Lấy mẫu

7.1 Lấy mẫu đại diện ít nhất là 200 g. Xem TCVN 4833-1:2002 (ISO 3100-1:1991).¹⁾

7.2 Chuẩn bị ngay mẫu thử (8.1), hoặc nếu chưa thực hiện được ngay thì bảo quản mẫu ở nhiệt độ từ 0 °C đến 5 °C không quá 4 ngày.

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

Đồng hoá mẫu bằng cách cho mẫu đi qua máy xay (6.1) ít nhất hai lần và trộn. Giữ mẫu trong vật chứa được điển đầy kín khí, đậy kín vật chứa và bảo quản lạnh.

Phân tích mẫu thử càng sớm càng tốt, nhưng phải trong thời gian 24 h.

CHÚ THÍCH Đối với các sản phẩm chưa nấu chín, thì phân tích ngay sau khi đồng hoá mẫu.

8.2 Phần mẫu thử

Cân khoảng 10 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g.

8.3 Khử protein

8.3.1 Chuyển hết phần mẫu thử sang bình nón (6.8) và thêm liên tiếp 5 ml dung dịch borax bão hoà (5.1.3) và 100 ml nước ở nhiệt độ không dưới 70 °C.

8.3.2 Làm nóng bình chứa mẫu 15 min trong nồi cách thuỷ (6.5) và lắc nhiều lần.

8.3.3 Để bình cùng với mẫu nguội đến nhiệt độ phòng và thêm tiếp 2 ml thuốc thử I (5.1.1) và 2 ml thuốc thử II (5.1.2). Trộn kỹ sau mỗi lần thêm.

8.3.4 Chuyển hết mẫu chứa trong bình sang bình định mức một vạch (6.3) dung tích 200 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn. Để yên trong 30 min ở nhiệt độ phòng.

8.3.5 Gạn cẩn thận phần chất lỏng phía trên và lọc qua giấy lọc gấp nếp (6.7) để thu được dịch trong.

8.4 Đo màu

8.4.1 Dùng pipet lấy một phần dịch lọc (V ml), nhưng không quá 25 ml cho vào bình định mức một vạch (6.3) dung tích 100 ml và thêm nước để có được thể tích khoảng 60 ml.

¹⁾ TCVN 4833-1 (ISO 3100-1) đến nay đã huỷ và được thay thế bằng TCVN 7925:2009 (ISO 17604:2003).

8.4.2 Thêm 10 ml dung dịch I (5.3.1), thêm tiếp 6 ml dung dịch III (5.3.3), trộn và để yên dung dịch 5 min ở nhiệt độ phòng, nơi tối.

8.4.3 Thêm 2 ml dung dịch II (5.3.2), trộn và để yên dung dịch khoảng từ 3 min đến 10 min ở nhiệt độ phòng, nơi tối. Pha loãng bằng nước đến vạch.

8.4.4 Sử dụng máy đo màu quang điện hoặc máy đo quang phổ (6.6) ở bước sóng 538 nm, đo độ hấp thụ của dung dịch trong cuvet 1 cm.

CHÚ THÍCH Nếu độ hấp thụ của dung dịch màu thu được từ phần mẫu thử vượt quá độ hấp thụ thu được từ dung dịch chuẩn có nồng độ cao nhất thì lập lại phép xác định theo 8.4, giảm lượng dịch lọc được lấy trong 8.4.1.

8.5 Số lần xác định

Tiến hành hai lần xác định độc lập, bắt đầu với các phần mẫu thử khác được lấy từ cùng một mẫu thử.

8.6 Đường chuẩn

8.6.1 Dùng pipet lấy 10 ml nước và ba dung dịch chuẩn natri nitrit (5.6), có chứa 2,5 µg, 5,0 µg và 10,0 µg nitrit/ml, mỗi dung dịch 10 ml, cho vào bốn bình định mức một vạch (6.3) dung tích 100 ml.

8.6.2 Thêm nước vào mỗi bình để thu được thể tích khoảng 60 ml và tiến hành theo 8.4.2 đến 8.4.4.

8.6.3 Dụng đường chuẩn theo các độ hấp thụ đo được dựa vào nồng độ của các dung dịch chuẩn natri nitrit, tính bằng microgam trên mililit.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính và công thức

Tính hàm lượng nitrit của mẫu thử, được biểu thị bằng miligam natri nitrat trên kilogam, theo công thức sau đây:

$$\text{NaNO}_2 = c \times \frac{2000}{m \times V}$$

trong đó

m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam.

V là thể tích của phần dịch lọc (8.4.1) được lấy để đo quang, tính bằng mililit;

c là nồng độ của natri nitrit, tính bằng microgam trên mililit, đọc được từ đường chuẩn tương ứng với độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử (xem 8.4.4);