

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6268-3:2007

ISO 14673-3:2004

Xuất bản lần 1

**SỮA VÀ SẢN PHẨM SỮA – XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG NITRAT VÀ NITRIT –
PHẦN 3: PHƯƠNG PHÁP KHỬ BẰNG CADIMI VÀ
PHÂN TÍCH BƠM DÒNG CÓ THẨM TÁCH NỐI TIẾP
(PHƯƠNG PHÁP THÔNG THƯỜNG)**

*Milk and milk products – Determination of nitrate and nitrite contents –
Part 3: Method using cadmium reduction and flow injection analysis with in-line dialysis
(Routine method)*

HA NỘI - 2007

Lời nói đầu

TCVN 6268-3:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 14673-3:2004;

TCVN 6268-3:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F12 *Sữa và sản phẩm sữa* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

TCVN 6268:2007 (ISO 14673:2004) *Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng nitrat và nitrit*, bao gồm các phần sau:

- Phần 1: Phương pháp khử cadimi và đo phổ;
- Phần 2: Phương pháp phân tích dòng phân đoạn (Phương pháp thông thường);
- Phần 3: Phương pháp khử cadimi và phân tích bơm dòng có thẩm tách nối tiếp (Phương pháp thông thường).

Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng nitrat và nitrit – Phần 3: Phương pháp khử bằng cadimi và phân tích bơm dòng có thẩm tách nối tiếp (Phương pháp thông thường)

*Milk and milk products – Determination of nitrate and nitrite contents –
Part 3: Method using cadmium reduction and flow injection analysis with in-line
dialysis (Routine method)*

CẢNH BÁO – Khi áp dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thiết bị và các thao tác gây nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không thể đưa ra được hết tất cả các vấn đề an toàn liên quan đến việc sử dụng chúng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn thích hợp và xác định khả năng áp dụng các giới hạn qui định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp thông thường để xác định hàm lượng nitrat và nitrit trong sữa và sản phẩm sữa bằng khử cadimi và phân tích bơm dòng (FIA). Phương pháp này có thể áp dụng cho phomat cứng, phomat bán cứng và phomat mềm có các thời gian ủ chín khác nhau và phomat nấu chảy. Các giới hạn phát hiện của phương pháp này là 0,5 mg ion nitrat trên kilogam và 1,0 mg ion nitrit trên kilogam.

Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho bột whey, bột sữa và thực phẩm từ sữa dành cho trẻ sơ sinh.

CHÚ THÍCH 1 Phương pháp này tương tự như phương pháp FIA được mô tả trong [2] về xác định nitrat và nitrit trong sữa và sản phẩm sữa dạng lỏng. Đã có sự điều chỉnh cho phù hợp để phân tích phomat và để thu được độ nhạy đủ cho phép phân tích nitrat và nitrit trong phomat và trong thực phẩm từ sữa dành cho trẻ sơ sinh ở các mức thấp.

TCVN 6268-3:2007

CHÚ THÍCH 2 Để xác định nitrat và nitrit tiếp sau khi khử bằng cadimi, sử dụng cùng phản ứng màu như mô tả trong TCVN 6268-1 (ISO 14673-1).

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 ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 7153 (ISO 1042), Dụng cụ thí nghiệm bằng thuỷ tinh. Bình định mức

TCVN 6268-1 (ISO 14673-1), Sữa và sản phẩm sữa - Xác định hàm lượng nitrat và nitrit - Phần 1. Phương pháp khử cadimi và đo phổ

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng nitrat (nitrate content)

Phần khối lượng nitrat xác định được bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng nitrat được biểu thị theo miligam ion nitrat (NO_3^-) trên kilôgam sản phẩm.

3.2

Hàm lượng nitrit (nitrite content)

Phần khối lượng nitrit xác định được bằng qui trình qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng nitrit được biểu thị theo miligam ion nitrit (NO_2^-) trên kilôgam sản phẩm.

4 Nguyên tắc

4.1 Phần mẫu thử được hoà tan trong dung dịch đệm chiết ẩm. Chất béo được tách bằng ly tâm và làm nguội nhanh. Tiến hành phân tích trên các phần nhỏ của dung dịch đã loại chất béo bằng phương pháp phân tích bơm dòng (FIA). Thẩm tách nối tiếp được dùng để loại protein và chất béo còn giữ lại. Các ion nitrat được khử về ion nitrit bằng cadimi. Các ion nitrit phản ứng với sulfanilamit và *N*-1-naphtyl-etylendiamin dihydroclorua để tạo màu đỏ thuốc nhuộm azo. Màu này được đo trong cuvet dòng chảy ở độ hấp thụ tối đa của thuốc nhuộm ở bước sóng 540 nm so sánh với độ hấp thụ đo được ở bước sóng 620 nm.

4.2 Hàm lượng nitrat và nitrit của mẫu thử tính được theo các độ hấp thụ đo được đối với dãy dung dịch chuẩn nitrit và nitrat tương ứng. Nếu hàm lượng nitrit vượt quá 0,5 mg/kg, hoặc hàm lượng nitrat vượt quá 10 %, thì hiệu chỉnh hàm lượng nitrat bằng cách lấy kết quả nitrat thu được trừ đi hàm lượng nitrit.

5 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải thuộc loại phân tích, trừ khi có qui định khác.

5.1 Nước, đã cất hoặc nước đã loại ion, hoặc nước có chất lượng tương đương, không chứa các ion nitrat và nitrit.

5.2 Cột khử cadimi, ví dụ: Aquatec-Tecator¹⁾.

5.3 Dung dịch đệm chiết hoặc dung dịch chất mang (C2).

Hoà tan 26,6 g amoni clorua (NH_4Cl) trong 800 ml nước đựng trong bình nón 1 000 ml. Dùng amoniac đậm đặc để chỉnh pH đến 8,5. Pha loãng bằng nước đến 1 000 ml và trộn.

5.4 Axit clohydric (HCl), ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$).

5.5 Dung dịch thuốc thử (R1).

Hoà tan 5,0 g sulfanilamit ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) trong hỗn hợp của 300 ml nước và 26 ml axit clohydric (5.4) trong bình định mức 500 ml (6.3). Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

5.6 Dung dịch thuốc thử (R2).

Hoà tan 0,5 g *N*-1-naphtyl-etylendiamin dihydroclorua ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$) trong nước đựng trong bình định mức 500 ml (6.3). Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

Nếu được bảo quản trong chai màu nâu, đậy kín để trong tủ lạnh thì dung dịch này có thể bền đến 1 tuần.

5.7 Dung dịch phục hồi, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Pha loãng 80 ml axit clohydric (5.4) bằng nước đến 1 lit và trộn.

5.8 Dung dịch gốc natri nitrat, $c(\text{NO}_3^-) = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Trước khi sử dụng, sấy khô natri nitrat (NaNO_3) ở nhiệt độ từ 110 °C đến 120 °C đến khối lượng không đổi. Hoà tan 137,1 mg NaNO_3 khô trong nước trong bình định mức 100 ml (6.3). Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

5.9 Dung dịch hiệu chuẩn natri nitrat

Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn natri nitrat trong ngày sử dụng. Dùng pipet lấy các lượng 25 µg, 50 µg, 100 µg, 150 µg và 250 µg dung dịch gốc natri nitrat (5.8) cho vào các bình định mức 50 ml (6.3) riêng

¹⁾ Aquatec-Tecator là một ví dụ về sản phẩm thích hợp cơ bản sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và ISO không ấn định phải sử dụng sản phẩm này.

TCVN 6268-3:2007

biệt. Pha loãng bằng dung dịch đậm chiết (5.3) đến vạch để thu được các dung dịch hiệu chuẩn natri nitrat tương ứng là 0,50 mg/l, 1,00 mg/l, 2,00 mg/l, 3,00 mg/l và 5,00 mg/l ion nitrat.

5.10 Dung dịch gốc natri nitrit, $c(\text{NO}_2^-) = 1\,000\text{ mg/l}$.

Trước khi sử dụng, sấy khô natri nitrat (NaNO_2) ở nhiệt độ từ 110 °C đến 120 °C đến khối lượng không đổi. Chuẩn bị dung dịch gốc natri nitrat trong ngày làm việc. Hoà tan 150,0 mg NaNO_2 khô trong nước trong bình định mức 100 ml (6.3). Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

5.11 Dung dịch làm việc natri nitrit, $c(\text{NO}_2^-) = 50,0\text{ mg/l}$.

Dùng pipet lấy 5,00 ml dung dịch gốc natri nitrit (5.10) cho vào bình định mức 100 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

5.12 Dung dịch hiệu chuẩn natri nitrit

Ngay trước khi sử dụng, dùng pipet lấy các lượng 25 μl , 50 μl , 100 μl , 200 μl và 400 μl dung dịch làm việc natri nitrit (5.11) cho vào các bình định mức 50 ml (6.3) riêng biệt. Pha loãng bằng dung dịch đậm chiết (5.3) đến vạch để thu được các dung dịch hiệu chuẩn natri nitrit tương ứng là 0,025 mg/l, 0,050 mg/l, 0,100 mg/l, 0,200 mg/l và 0,400 mg/l ion nitrit. Trộn.

5.13 Dung dịch đối chứng natri nitrit, $c(\text{NO}_2^-) = 1,48\text{ mg/l}$.

Dùng pipet lấy 1480 μl dung dịch làm việc natri nitrit (5.11) cho vào bình định mức 50 ml (6.3). Pha loãng bằng dung dịch đậm chiết (5.3) đến vạch và trộn. Chuẩn bị dung dịch đối chứng natri nitrit ngay trước khi sử dụng.

6 Thiết bị, dụng cụ

Tất cả các dụng cụ thủy tinh phải được rửa sạch và tráng bằng nước cất để đảm bảo không còn chứa ion nitrat và nitrit.

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể là:

6.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 1 mg và có thể đọc đến 0,1 mg.

6.2 Bình đựng mẫu, có nắp đậy kín khí.

6.3 Bình định mức, dung tích danh định 50 ml, 100 ml và 500 ml, phù hợp với yêu cầu loại B của TCVN 7153 (ISO 1042).

6.4 Pipet, có thể phân phối 25 μl , 50 μl , 100 μl , 150 μl , 200 μl , 250 μl , 400 μl và 1480 μl (pipet bán tự động).

6.5 Dụng cụ nghiền, thích hợp cho việc nghiền mẫu, nếu cần. Để tránh hao hụt độ ẩm, thì dụng cụ nghiền không được gia nhiệt. Không sử dụng búa.

6.6 Máy trộn phòng thử nghiệm hoặc **thiết bị đồng hoá** (ví dụ: Ultra-turrax²⁾), có hộp đựng mẫu bằng thủy tinh dung tích 250 ml hoặc 400 ml, thích hợp để phân tán các phần mẫu phomat.

6.7 Máy ly tâm bàn, có các ống ly tâm dung tích 50 ml, có thể ly tâm ở 1 500 g.

6.8 Máy phân tích bơm dòng (FIA) (ví dụ: Tecator²⁾), có bộ phận phân tích Fiastar, bộ điều chỉnh, đơn vị đo thẩm tách, bộ phận lấy mẫu, có các cốc đựng mẫu 4 ml, có bộ kiểm soát thiết bị cụ thể và phần mềm đánh giá, ống phân phối nitrit/nitrat (xem hình 1), thể tích vòng mẫu 200 μ l, hai cuộn dây trộn dài 60 cm và đường kính 0,7 mm, các ống nối và ống bơm có tốc độ dòng như trong Bảng 1.

Có thể sử dụng các máy phân tích của các hãng sản xuất khác. Do đó, cần tuân thủ nghiêm ngặt các hướng dẫn của nhà sản xuất.

Bảng 1 – Tốc độ dòng

Các giá trị tính bằng mililit trên min

Dung dịch	Tốc độ dòng đối với nitrat	Tốc độ dòng đối với nitrit
Mẫu/nước rửa	2	2
Chất mang C1 (nước) (5.1)	2	1,2
Chất mang C2 (5.3)	2	1,2
Thuốc thử R1 (5.5)	0,6	0,4
Thuốc thử R2 (5.6)	0,6	0,4

6.9 Máy đo quang phổ chất nền (ví dụ: SKALAR²⁾), được gắn bộ lọc nhiễu 540 nm và 620 nm, cuvet dòng chảy dài 5 cm và dung tích 40 μ l.

6.10 FIA đặt chương trình thông số cho nitrit

6.10.1 Các thông số của chương trình

Đánh giá	chiều cao pic
Phương trình hiệu chuẩn	tuyến tính
Số lượng chất chuẩn	5
Thời gian thu nhận kiểu FIA/thời gian chu kỳ	120 s

²⁾ Các sản phẩm này là những ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và ISO không ấn định phải sử dụng các sản phẩm đó.

TCVN 6268-3:2007

6.10.2 Thông số thời gian

Dải đối với pic tối đa	30 s đến 50 s
Tín hiệu lọc tối đa	2 s
Dải phát hiện đường nền	0 s đến 10 s
Thời gian bơm	0 s đến 60 s
Rửa vòng mẫu	60 s đến 80 s
Đổ đầy vòng mẫu	80 s đến 120 s

6.10.3 Kiểm tra hiệu chuẩn

Dung sai	$\pm 5 \%$
Lặp lại sau (các mẫu)	10 mẫu
Chuẩn sử dụng	0,100 mg/l NO_2^-

6.11 FIA đặt chương trình thông số cho nitrat

6.11.1 Các thông số của chương trình

Đánh giá	chiều cao pic
Phương trình hiệu chuẩn	tuyến tính
Số lượng chất chuẩn	5
Thời gian thu nhận kiểu FIA/thời gian chu kỳ	60 s

6.11.2 Thông số thời gian

Dải đối với pic tối đa	25 s đến 40 s
Tín hiệu lọc tối đa	1 s
Dải phát hiện đường nền	0 s đến 15 s
Thời gian bơm	0 s đến 20 s
Rửa vòng mẫu	20 s đến 35 s
Đổ đầy vòng mẫu	35 s đến 60 s

6.11.3 Kiểm tra hiệu chuẩn

Dung sai	$\pm 5 \%$
Lặp lại sau (các mẫu)	10 mẫu
Chuẩn sử dụng	2,00 mg/l NO_3^-

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện và không bị thay đổi hoặc suy giảm chất lượng trong quá trình bảo quản hoặc vận chuyển.

Bảo quản mẫu thử nghiệm sao cho mẫu không bị suy giảm chất lượng và không bị thay đổi thành phần.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Phomat

8.1.1 Trước khi phân tích, loại bỏ phần cùi hoặc lớp mốc trên bề mặt ra khỏi mẫu thử sao cho phần mẫu thử đúng là đại diện cho phomat thường dùng.

8.1.2 Nghiền mẫu bằng dụng cụ thích hợp (6.5). Trộn nhanh phần mẫu đã nghiền và nghiền lần thứ hai, nếu có thể, và trộn lại thật kỹ. Rửa sạch dụng cụ sau mỗi lần nghiền mẫu. Nếu phần mẫu thử không thể nghiền, thì trộn kỹ mẫu bằng cách khuấy và lắc trộn mạnh.

8.1.3 Ngay sau khi nghiền xong, chuyển phần mẫu thử vào hộp đựng kín khí (6.2) càng sớm càng tốt, để chờ cho đến khi xác định, tốt nhất là tiến hành xác định ngay. Nếu không thể tiến hành xác định ngay, thì hết sức chú ý để bảo toàn mẫu thử và tránh hơi ẩm tích tụ trên bề mặt phía trong hộp đựng.

8.1.4 Khi thấy phomat nghiền đã bị mốc ngoài mong muốn hoặc bắt đầu phân huỷ thì không kiểm tra tiếp nữa.

9 Cách tiến hành

9.1 Kiểm tra khả năng khử của cột cadimi

9.1.1 Tiến hành kiểm tra khả năng khử của cột cadimi ở thời điểm bắt đầu và thời điểm cuối của dãy xác định, ít nhất là hai lần trong ngày.

TCVN 6268-3:2007

9.1.2 Chuẩn bị hệ thống FIA theo 9.6.1.

9.1.3 Đổ đầy một cốc bằng dung dịch đối chứng natri nitrit (5.13).

9.1.4 Đổ đầy một cốc khác bằng dung dịch hiệu chuẩn natri nitrat (5.9).

9.1.5 Phân tích dung dịch hiệu chuẩn natri nitrat (9.1.4) và dung dịch đối chứng natri nitrit (9.1.3). Chia chiều cao pic tìm được đối với nitrat cho chiều cao pic đối với nitrit và nhân với 100 để thu được phần trăm khả năng khử của cột cadimi. Nếu khả năng khử nhỏ hơn 95 %, thì phục hồi cột (xem 9.2).

9.2 Phục hồi cột cadimi

Phục hồi cột cadimi cuối mỗi ngày sử dụng, hoặc thường xuyên hơn (9.1.5) nếu thấy khả năng khử của cột bị kém đi.

Ngừng bơm dòng đối với dung dịch chất mang C2 (5.3) và thuốc thử R1 và R2 (5.6). Nối lỏng vít tại đầu vào của ống dẫn vào bộ thẩm tách nối với bộ phận bơm đến bộ thẩm tách. Cho nước (5.1) dùng làm dung dịch chất mang C1 chảy qua bộ phận bơm cho đến khi hệ thống đầy. Nối cột cadimi vào ống dẫn ra bộ phận bơm. Khởi động lại bơm và bơm từ ba lần đến năm lần dung dịch thuốc thử R2 (5.6) sau đó bằng dung dịch chuẩn natri nitrat (5.8). Rửa cột bằng cách cho đi qua dung dịch chất mang C2 (5.3).

9.3 Phần mẫu thử

9.3.1 Phomat và sản phẩm sữa bột

Cân khoảng 2,5 g mẫu thử (8.1.2) chính xác tới 1 mg, cho vào ống ly tâm 50 ml (6.7).

9.3.2 Sản phẩm sữa dạng lỏng

Cân khoảng 10 g mẫu thử (8.1.2) chính xác tới 1 mg, cho vào ống ly tâm 50 ml (6.7).

9.4 Chiết

9.4.1 Cho 24 ml dung dịch đệm chiết (5.3), đã được làm ấm sơ bộ đến nhiệt độ từ 50 °C đến 55 °C, vào phần mẫu thử (9.3) đựng trong ống ly tâm 50 ml. Trộn 3 min bằng thiết bị đồng hoá mẫu cho đến khi phần mẫu thử đồng nhất.

9.4.2 Ly tâm 5 min dung dịch mẫu thử trong ống (9.4.1) ở khoảng 1 500 g.

9.4.3 Đặt ống ly tâm trong hỗn hợp nước và đá, để 15 min cho nguội dung dịch mẫu thử.

9.4.4 Dùng pipet (6.4) lấy dung dịch thử đã khử chất béo từ phía dưới lớp chất béo trong ống ly tâm. Điền đầy các cốc FIA, để xác định cả nitrat và nitrit với dung dịch mẫu thử đã khử chất béo thu được.

9.5 Xác định hàm lượng nitrit

9.5.1 Lắp đặt đường ống của máy phân tích bơm dòng (FIA) theo hình 1. Sử dụng hệ thống ống bơm của FIA (6.8) để xác định nitrit trong khi lấy cột khử cadimi (5.2) ra. Nối các chai với cả hai dung dịch thuốc thử R1 (5.5), R2 (5.6) và dung dịch chất mang C2 (5.3). Bật các bơm FIA để rửa mạnh hệ thống từ 5 min đến 10 min.

9.5.2 Nạp máy phân tích với chương trình FIA đối với nitrit (6.10). Chạy các dung dịch hiệu chuẩn natri nitrit (5.12) để hiệu chuẩn hệ thống, tiếp theo bằng dung dịch thử đã khử chất béo (9.4.4).

9.5.3 Kiểm tra hiệu chuẩn cuối mỗi dãy xác định và sau mỗi nhóm 10 dung dịch thử, bằng cách phân tích dung dịch hiệu chuẩn natri nitrit 0,100 mg/l ion nitrit (5.12).

9.6 Xác định hàm lượng nitrat

9.6.1 Lắp đặt đường ống của máy phân tích bơm dòng (FIA) theo hình 1. Sử dụng hệ thống ống bơm của FIA (6.8) để xác định nitrat trong khi vẫn để lại cột khử cadimi (5.2). Nối các chai với cả hai dung dịch thuốc thử R1 (5.5) và R2 (5.6) và dung dịch chất mang C2 (5.3). Bật các bơm FIA để làm đầy hệ thống bằng dịch lỏng. Ngắt các bơm và lắp đặt cột khử cadimi (5.2). Bật các bơm FIA lại để rửa mạnh hệ thống từ 5 min đến 10 min. Kiểm tra khả năng khử của cột cadimi (9.1).

9.6.2 Nạp máy phân tích với chương trình FIA đối với nitrat (6.11). Chạy các dung dịch hiệu chuẩn natri nitrat (5.9) để hiệu chuẩn hệ thống, tiếp theo bằng dung dịch thử đã khử chất béo (9.4.4).

9.6.3 Kiểm tra hiệu chuẩn cuối mỗi dãy xác định và sau mỗi nhóm 10 dung dịch thử, bằng cách phân tích dung dịch hiệu chuẩn natri nitrat 2,00 mg/l ion nitrat (5.9).

10 Tính và biểu thị kết quả

10.1 Hàm lượng nitrit

10.1.1 Tính hàm lượng nitrit

Hàm lượng nitrit của mẫu thử, ω_{Ni} , tính theo công thức:

$$\omega_{\text{Ni}} = \frac{25}{m} \times c_{\text{Ni}}$$

trong đó

ω_{Ni} là hàm lượng nitrit trong mẫu, tính bằng miligam ion nitrit trên kilogram;

TCVN 6268-3:2007

c_{N1} là nồng độ đọc được từ đường chuẩn, tương ứng với độ hấp thụ đo được của dung dịch mẫu thử (9.5.2), tính bằng microgam ion nitrit trên lít;

m là khối lượng của phần mẫu thử (9.3), tính bằng gam;

10.1.2 Biểu thị kết quả

Ghi kết quả chính xác đến một chữ số sau dấu phẩy.

10.2 Hàm lượng nitrat

10.2.1 Tính hàm lượng nitrat

Hàm lượng nitrat của mẫu thử, ω_{N2} , tính theo công thức:

$$\omega_{N2} = \frac{25}{m} \times c_{N2}$$

trong đó

ω_{N2} là hàm lượng nitrat trong mẫu, tính bằng miligam ion nitrat trên kilogam;

c_{N2} là nồng độ đọc được từ đường chuẩn, tương ứng với độ hấp thụ đo được của dung dịch mẫu thử (9.6.2), tính bằng microgam ion nitrat trên lít;

m là khối lượng của phần mẫu thử (9.3), tính bằng gam;

10.2.2 Tính hàm lượng nitrat đã hiệu chỉnh

Tính hàm lượng nitrat của mẫu đã hiệu chỉnh, ω_{NC} , theo công thức sau đây:

$$\omega_{NC} = \omega_{N2} - 1,35\omega_{N1}$$

trong đó ω_{NC} là hàm lượng nitrat trong mẫu đã hiệu chỉnh về hàm lượng nitrit của mẫu, tính bằng miligam ion nitrat trên kilogam;

10.2.3 Biểu thị kết quả

Biểu thị các kết quả đến các số nguyên.

11 Độ chụm

11.1 Khái quát

Các giá trị giới hạn độ lặp lại và độ tái lập được biểu thị đối với mức xác suất 95 % và có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

11.2 Hàm lượng nitrit

11.2.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả thu được của hai lần thử nghiệm độc lập riêng rẽ, khi sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng nguyên liệu, do cùng một người tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm, dùng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,5 mg/kg sản phẩm.

11.2.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả của hai lần thử nghiệm riêng rẽ thu được, khi sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng nguyên liệu, do các người khác nhau phân tích trong các phòng thử nghiệm khác nhau, dùng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 1,0 mg/kg sản phẩm.

11.3 Hàm lượng nitrat

11.3.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả thu được của hai lần thử nghiệm độc lập riêng rẽ, khi sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng nguyên liệu, do cùng một người tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm, dùng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn:

- đối với các mẫu có hàm lượng nitrat < 100 mg/kg: 10 mg/kg;
- đối với các mẫu có hàm lượng nitrat \geq 100 mg/kg: 15 % trung bình các kết quả.

11.3.2 Độ tái lập

Độ chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả của hai lần thử nghiệm riêng rẽ thu được sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng nguyên liệu, do các người khác nhau phân tích trong các phòng thử nghiệm khác nhau, dùng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn:

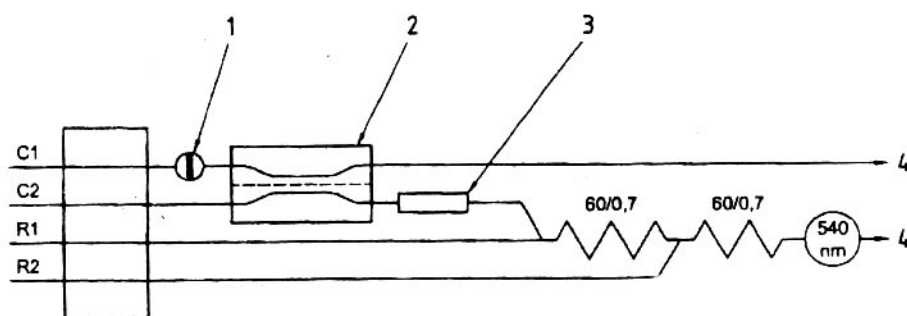
- đối với các mẫu có hàm lượng nitrat < 100 mg/kg: 15 mg/kg;

- đối với các mẫu có hàm lượng nitrat ≥ 100 mg/kg: 20 % trung bình các kết quả.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi 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.
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì ghi kết quả cuối cùng thu được.



Chú giải

- | | |
|---------------------|----------------|
| 1 bơm (200 μ l) | 3 điện trở phụ |
| 2 cuvet thẩm tách | 4 thải |

Hình 1 – Sơ đồ ống phân phối nitrit/nitrat

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.
- [2] MUNKSGAARD L. and THYMARK L. Determination of nitrate and nitrite in milk and milk products by Flow Injection Analysis. *Tecator in Focus*, Supplement No. 6, 1987.
- [3] DE JONG E.A.M., KLOMP H. and ELLEN G. Geautomatiseerde bepaling nitraat en nitriet met Flow-Injectie-Analyse. *Voedingsmiddelentechnologie*, **28** (4), 1995, pp.11-14.
-