

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 4836 : 1989**

**THỊ T VÀ SẢN PHẨM THỊ T  
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CLORUA**

**HÀ NỘI - 1989**

**TCVN 4836 : 1989**

**Cơ quan biên soạn:** Trung tâm tiêu chuẩn chất lượng

**Cơ quan trình duyệt:**

Tổ chức Tiêu Chuẩn - Đo lường - Chất lượng.

**Cơ quan xét duyệt và ban hành:**

Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước

Quyết định ban hành số 702/QĐ ngày 25 tháng 12 năm 1989

# THỊT VÀ SẢN PHẨM THỊT. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HẸM LƯỢNG CLORUA

Meat and meat products. Determination of chloride content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng clorua của thịt và sản phẩm thịt. Tiêu chuẩn này phù hợp với ISO 1941 - 1981.

## 1 Định nghĩa

Hàm lượng clorua của thịt và sản phẩm thịt là hàm lượng clorua toàn phần được xác định theo phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này và được biểu thị bằng phần trăm khối lượng theo natri clorua.

## 2 Nguyên lý của phương pháp

Chiết xuất một lượng cân với nước nóng và kết tủa các protein.

Sau khi lọc và axit hoá, thêm vào phần chiết một lượng dư dung dịch bạc nitrat và chuẩn độ với dung dịch kali thioxiyanat.

## 3 Hoá chất và thuốc thử

Tất cả các hoá chất phải là tinh khiết phân tích. Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

### 3.1 Nitrobenzen

3.2 Dung dịch axit nitric nồng độ xấp xỉ 4 mol/lít (Có thể coi là "dung dịch khoảng 4N")

Trộn một thể tích axit nitric đậm đặc (1.39 g/ml = 20 = 1.42 g/ml) với 3 thể tích nước.

### 3.3 Dung dịch kết tủa protein

#### 3.3.1 Thuốc thử 1

## TCVN 4836 : 1989

Hoà vào nước 106 g kali hexaxi anoferat (II) trihidrat(  $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ), chuyển toàn bộ khối lượng đó sang bình định mức dung tích 1000 ml và thêm nước đến vạch mức.

### 3.3.2 Thuốc thử 2

Hoà 220 g kẽm axetat [ $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ] vào nước và thêm 30 ml axit axetic băng. Chuyển toàn bộ khối lượng đó sang bình định mức dung tích 100 ml và thêm nước đến vạch mức.

3.4 Bạc nitrat ( $AgNO_3$ ) dung dịch thể tích chuẩn.

$c(AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$  (có thể coi là dung dịch chuẩn 0,1 N)

Hoà vào nước 16.989 g  $AgNO_3$  trước đó đã sấy khô 2 giờ ở nhiệt độ  $150^\circ C$  và để nguội trong bình hút ẩm. Chuyển toàn bộ sang bình định mức dung tích 1000 ml và thêm nước đến vạch mức.

3.5 Dung dịch thể tích chuẩn kali thioxianat

$c(KSCN) = 0,1 \text{ mol/l}$  (có thể coi là dung dịch chuẩn 0,1N)

Hoà vào nước khoảng 9,7 g KSCN. Chuyển toàn bộ khối lượng sang bình định mức dung tích 1000 ml và thêm nước đến vạch mức. Chuẩn dung dịch chỉ xác định đến 0,0001 mol/l với dung dịch  $AgNO_3$  (3.4) dùng dung dịch sắt (III) amoni sunfat làm chất chỉ thị (3.7).

3.6 Dung dịch natri hiđroxit 1 mol/l (có thể coi là dung dịch 1N)

3.7 Sắt (III) amoni sunfat [ $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$ ] dung dịch bão hoà ở nhiệt độ phòng.

3.8 Than hoạt tính.

## 4 Thiết bị

Sử dụng các thiết bị thông thường của phòng thí nghiệm và các thiết bị sau:

4.1 Máy xay thịt, loại dùng cho phòng thí nghiệm có lắp một tấm đĩa đã đục khoan lỗ, các lỗ có đường kính không lớn hơn 4 mm.

4.2 Bình cầu định mức

4.3 Bình nón, dung tích khoảng 250 ml

4.4 Buret, dung tích 25 hoặc 50 ml

4.5 Pipet định mức, dung tích 20 ml.

4.6 Máy đo pH

4.7 Nồi đun cách thủy

4.8 Cân phân tích

## 5 Lấy mẫu

5.1 Lấy ít nhất 200g mẫu từ mẫu đại diện.

## 5.2 Bảo quản mẫu

Nếu cần thiết, cần lưu giữ mẫu sao cho không được làm hư hỏng mẫu và làm thay đổi thành phần của mẫu.

## 6 Cách tiến hành

### 6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Làm đều mẫu bằng cách cho mẫu đi qua cối xay thị tít nhất 2 lần và trộn. Cho đầy mẫu vào một bình có nút đậy kín khí và bảo quản sao cho không được làm hỏng và làm thay đổi thành phần của mẫu. Phân tích mẫu càng sớm càng tốt ngay sau khi làm đồng đều mẫu, nhưng không được quá 24 giờ.

### 6.2 Lượng mẫu cân

Cân khoảng 10 g từ mẫu thử, chính xác đến 0,001 g (6.1) và chuyển sang bình nón (4.3).

### 6.3 Tách protein

Thêm lần lượt 0,5 g than hoạt tính (3.8) và 100 ml nước nóng vào lượng mẫu cân (6.2). Đun nóng bình và phần mẫu chứa trong bình 15 phút trong nồi đun cách thủy (4.7) và thổi khô bằng cách lắc bình.

Để bình chứa mẫu nguội đến nhiệt độ phòng rồi lần lượt thêm vào 2 ml thuốc thử 1 (3.3.1) và 2 ml thuốc 2 (3.3.2), trộn kỹ sau mỗi lần thêm. Dùng dung dịch natri hidroxit (3.6) để điều chỉnh pH đến khoảng 7,5 đến 8,3 kiểm tra độ pH bằng máy đo pH (4.6). Để yên bình (có chứa mẫu) trong 30 phút ở nhiệt độ phòng, sau đó chuyển toàn bộ khối lượng mẫu trong bình sang bình định mức (4.2) và pha loãng với nước đến vạch mức. Trộn kỹ và lọc qua giấy đã gấp nếp.

Chú thích:

Dịch lọc có thể được sử dụng để xác định hàm lượng nitrat và nitrit. Nếu exit ascorbic có mặt trong mẫu thử với nồng độ dưới 0.1%, hoặc nếu phần chiết là chỉ sử dụng để xác định clorua thì không cần thiết thêm than hoạt tính vào quá trình chuẩn bị nước lọc. Hơn nữa, việc điều chỉnh độ pH là không cần thiết nếu chỉ để thực hiện việc xác định clorua.

### 6.4 Tiến hành xác định

Cho 20 ml dịch lọc vào bình nón (4.3) bằng pipet và thêm vào đó 5ml dung dịch axit nitric từ ống đong chia độ (3.2) và 1 ml dung dịch sắ t (III) amoni sunfat (3.7) làm chất chỉ thị.

Dùng pipet lấy 20 ml dung dịch bạc nitrat (3.4) cho vào bình nón. Thêm vào 3ml nitro benzen (3.1) lấy từ ống đong chia độ và trộn kỹ. Lắc mạnh để làm đồng kết tủa. Chuẩn độ dung dịch trong bình nón với dung dịch kali thioxi anat (3.5) cho đến khi xuất hiện màu hồng bền vững. Chi lại thể tích dung dịch kali thioxi anat đã dùng để chuẩn độ, chính xác tới 0.05 ml.

### 6.5 Thử trắng

Tiến hành phép thử trắng bắt đầu từ mục 6.3 sử dụng cùng thể tích dung dịch bạc nitrat (3.4).

6.6 Số phép xác định : tiến hành 2 phép xác định trên cùng một mẫu thử ( 6.1)

## 7 Trình bày kết quả

Hàm lượng clorua của mẫu, tính theo natri clorua phần trăm khối lượng bằng:

$$0,05844(V_2 - V_1) \times \frac{200}{20} \times \frac{100}{m} \times c = 58,44x \frac{V_2 - V_1}{m} \times c$$

Trong đó:

$V_1$ : là thể tích, tính bằng mililit, của dung dịch kali thioxi anat ( 3.5) đã sử dụng hết trong khi xác định ( 6.4)

$V_2$ : là thể tích, tính bằng mililit, của dung dịch kali thioxi anat ( 3.5) đã sử dụng hết trong khi làm phép thử mẫu trắng ( 6.5);

$c$  là nồng độ chính xác của dung dịch kali thioxi anat ( 3.5) tính bằng mol/l;

$m$  là khối lượng tính bằng gam của lượng cân mẫu thử;

Lấy kết quả trung bình số học của 2 phép xác định (6.6) và để điều kiện thoả mãn yêu cầu độ lặp lại ( xem 7.2)

Báo các kết quả thử lấy chính xác đến 0,05 g cho 100g mẫu thử.

## 7.2 Độ lặp lại

Chênh lệch kết quả giữa hai phép xác định tiến hành đồng thời hoặc tiếp nhau nhanh do cùng một người phân tích không được vượt quá 0,2 natri clorua cho 100 g mẫu thử.

## 8 Biên bản thử

Biên bản thử cần chỉ ra phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Trong biên bản cũng cần đề cập tới bất cứ điều kiện thao tác nào mà không được qui định trong tiêu chuẩn này hoặc coi như tự ý, cũng như bất cứ chi tiết nào mà có thể đã làm ảnh hưởng tới kết quả.

Biên bản thử cần bao gồm toàn bộ các chi tiết yêu cầu cần để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ.