

BỘ Y TẾ**CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM****Độc lập - Tự do - Hạnh phúc**

Số: 22/2010/TT-BYT

Hà Nội, ngày 20 tháng 5 năm 2010

THÔNG TƯ**Ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia
về phụ gia thực phẩm - Chất giữ màu**

Căn cứ Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật ngày 29 tháng 6 năm 2006 và Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật;

Căn cứ Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm ngày 07 tháng 8 năm 2003 và Nghị định số 163/2004/NĐ-CP ngày 07 tháng 9 năm 2004 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm;

Căn cứ Nghị định số 188/2007/NĐ-CP ngày 27 tháng 12 năm 2007 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Y tế;

Theo đề nghị của Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm, Vụ trưởng Vụ Khoa học và Đào tạo, Vụ trưởng Vụ Pháp chế,

QUY ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo Thông tư này:

QCVN 4-5: 2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất giữ màu.

Điều 2. Thông tư này có hiệu lực từ ngày 01 tháng 01 năm 2011.

Điều 3. Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm, Thủ trưởng các đơn vị thuộc Bộ Y tế, các đơn vị trực thuộc Bộ Y tế; Giám đốc Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc Trung ương và các tổ chức, cá nhân có liên quan chịu trách nhiệm thi hành Thông tư này. /.

**KT. BỘ TRƯỞNG
THỨ TRƯỞNG****Trịnh Quân Huấn**

QCVN 4-5: 2010/BYT**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT GIỮ MÀU***National technical regulation on Food Additive - Colour retention agent***Lời nói đầu**

QCVN 4-5: 2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số 22/2010/TT-BYT ngày 20 tháng 5 năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT GIỮ MÀU
National technical regulation on Food additive - -
Colour retention agent

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất giữ màu được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất giữ màu làm phụ gia thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).

2.2. Các cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

3.1. Các chất giữ màu: là phụ gia thực phẩm được sử dụng để ổn định, duy trì hoặc làm tăng màu vốn có trong các sản phẩm thực phẩm.

3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4: JECFA monographs 1 - Combined compendium - JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.

3.3. Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.

3.4. TS (test solution): Dung dịch thuốc thử.

3.5. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.

3.6. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất giữ màu được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

- 1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali nitrit
- 1.2. Phụ lục 2: Quy định kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri nitrit
- 1.3. Phụ lục 3: Quy định kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri nitrat
- 1.4. Phụ lục 4: Quy định kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali nitrat

2. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn trong quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

3. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất giữ màu phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất giữ màu

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất giữ màu phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

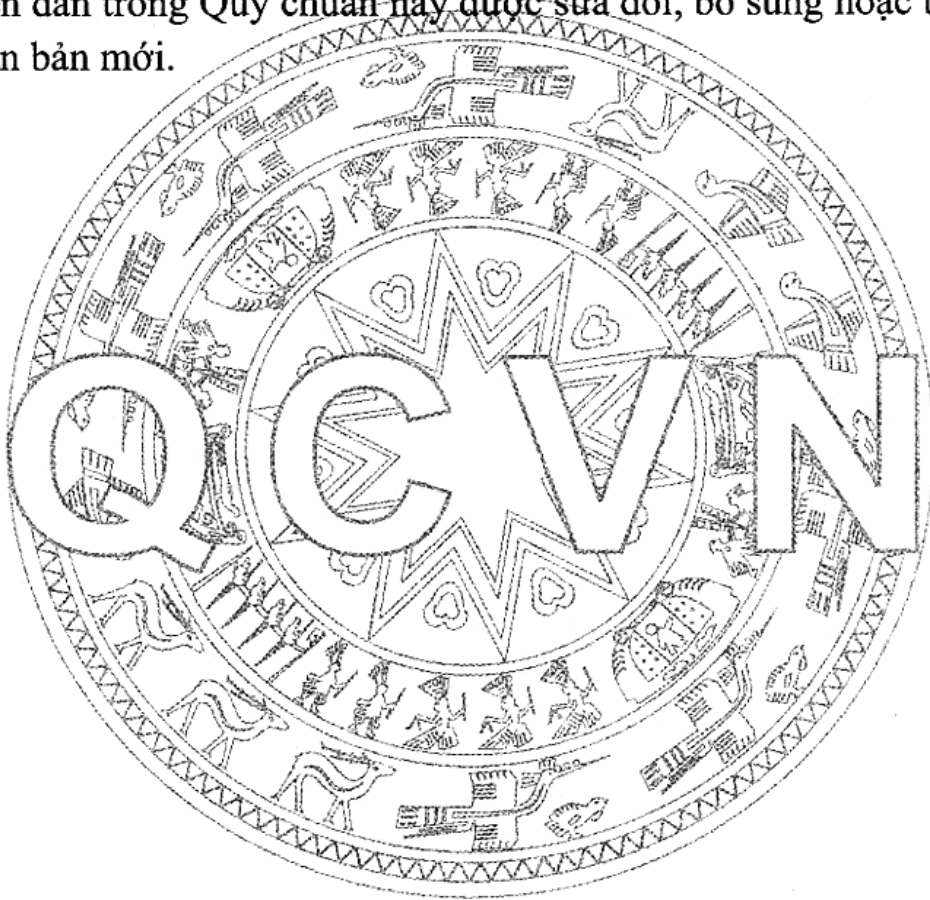
2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất giữ màu sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.

2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.



Phụ lục 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI NITRIT

- 1. Tên khác, chỉ số** Potassium nitrite
INS 249
ADI = 0 - 0,06 mg/kg thể trọng (Không được sử dụng trong thực phẩm cho trẻ nhỏ dưới 3 tháng tuổi).
- 2. Định nghĩa**
- Tên hóa học* Kali nitrit
Mã số C.A.S. 7758-09-0
Công thức hóa học KNO_2
Khối lượng phân tử 85,10
- 3. Cảm quan** Dạng hạt hoặc hình que nhỏ, trắng hoặc hơi vàng. Chảy rữa khi để ngoài không khí.
- 4. Chức năng** Chất giữ màu, chất bảo quản chống vi sinh vật.
- 5. Yêu cầu kỹ thuật**
- 5.1. Định tính**
- Độ tan* Tan tốt trong nước, ít tan trong cồn.
Kali Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Nitrit Phải có phản ứng đặc trưng của nitrit.
- 5.2. Độ tinh khiết**
- Giảm khối lượng khi sấy* Không được quá 3,0% (trên silicagen, 4 giờ)
Chì Không được quá 2,0 mg/kg.
- 5.3. Hàm lượng KNO_2** Không thấp hơn 95,0% tính theo chế phẩm khô
- 6. Phương pháp thử**
- 6.1. Độ tinh khiết**
- Chì*
- Thử theo hướng dẫn tại *JECFA monograph 1 - Vol. 4*.
 - Sử dụng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp để xác định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong *JECFA monograph 1 - Vol. 4* phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 1,0 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trên silicagen trong 4 giờ, hòa tan và định mức bằng nước cất đến vạch trong bình định mức dung tích 100 ml. Dùng pipet hút 10,0 ml dung dịch này và cho vào hỗn hợp gồm 50,0 ml dung dịch kali permanganat 0,1 N; 100 ml nước cất và 5 ml acid sulfuric, giữ đầu của pipet dưới bề mặt của hỗn hợp dung dịch. Đun nhẹ dung dịch đến 40°C, để yên trong 5 phút, sau đó thêm 25 ml acid oxalic 0,1 N. Đun hỗn hợp đến khoảng 80°C và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N.

$$\% \text{KNO}_2 = \frac{(25 + X)}{W} \times 4,256$$

Trong đó:

X = Thể tích kali permanganat 0,1 N dùng để chuẩn độ (ml)

W = Khối lượng mẫu thử (g)

09600477

Phụ lục 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI NITRIT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium nitrite INS 250 ADI = 0 - 0,06 mg/kg thể trọng (Không nên sử dụng Natri nitrit cho trẻ em dưới 3 tháng tuổi)
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Natri nitrit
Mã số C.A.S.	7632-00-0
Công thức hóa học	NaNO_2
Khối lượng phân tử	69,00
3. Cảm quan	Dạng bột, hạt hoặc hình que nhỏ, đục trắng hoặc hơi vàng. Dễ hút ẩm và cháy rửa khi để ngoài không khí...
4. Chức năng	Chất giữ màu, chất bảo quản chống vi sinh vật.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan tự do trong nước, ít tan trong cồn.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Nitrit	Phải có phản ứng đặc trưng của nitrit.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy	Không được quá 0,25% (trên silicagen, 4giờ)
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng NaNO_2	Không thấp hơn 97,0% tính theo chế phẩm khan
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
Chì	- Thử theo hướng dẫn tại <i>JECFA monograph 1 - Vol. 4</i> . - Sử dụng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp để xác định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong <i>JECFA monograph 1 - Vol. 4</i> phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

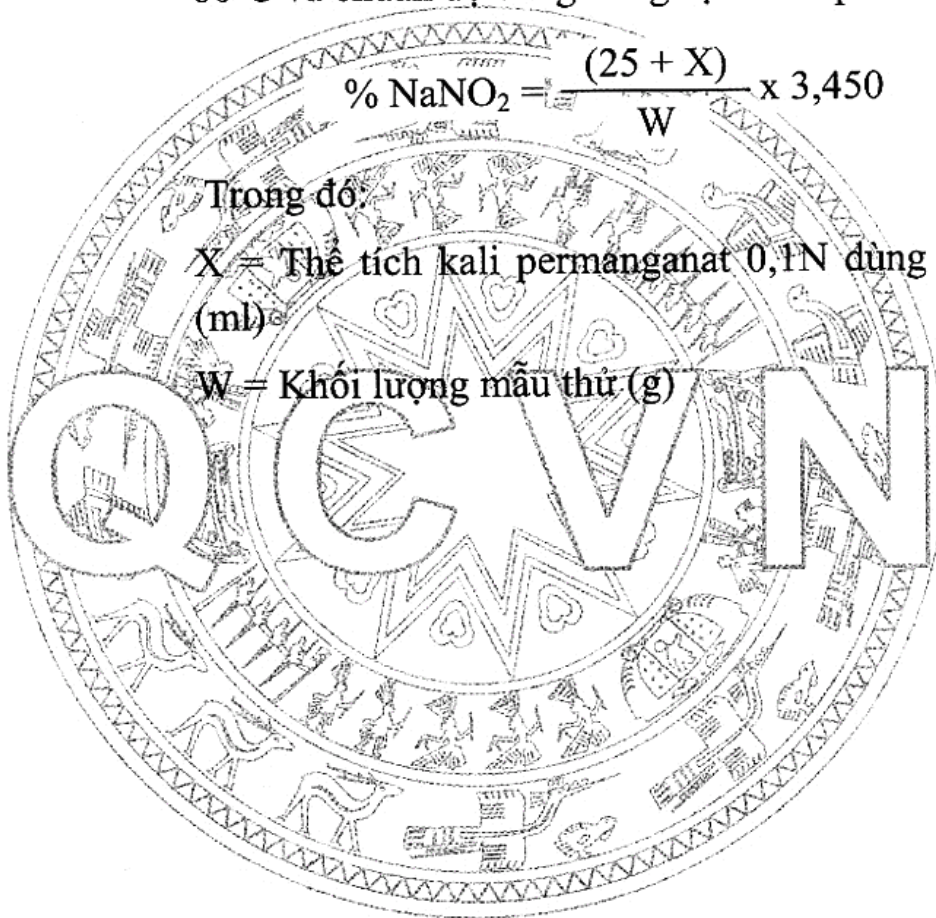
Cân khoảng 1,0 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã khô, hòa tan và định mức bằng nước cất đến vạch trong bình định mức dung tích 100 ml. Dùng pipet hút 10,0ml dung dịch này và cho vào hỗn hợp gồm 50,0 ml dung dịch kali permanganat 0,1N; 100 ml nước cất và 5 ml acid sulfuric, giữ đầu của pipet dưới bề mặt của hỗn hợp dung dịch. Đun nhẹ dung dịch đến 40°C, để yên trong 5 phút, sau đó thêm 25 ml acid oxalic 0,1N. Đun hỗn hợp đến khoảng 80°C và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1N.

$$\% \text{NaNO}_2 = \frac{(25 + X)}{W} \times 3,450$$

Trong đó:

X = Thể tích kali permanganat 0,1N dùng để chuẩn độ (ml)

W = Khối lượng mẫu thử (g)



Phụ lục 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI NITRAT

- 1. Tên khác, chỉ số** Sodium nitrate; Diêm tiêu, Chile salpetre, Cubic nitre hoặc Soda nitre
INS 251
ADI = 0 - 3,7 mg/kg thể trọng (Không sử dụng nitrat cho trẻ em dưới 3 tháng tuổi)
- 2. Định nghĩa**
Tên hóa học Natri nitrat
Mã số C.A.S. 7631-99-4
Công thức hóa học NaNO_3
Khối lượng phân tử 85,00
- 3. Cảm quan** Tinh thể trong suốt, không màu, không mùi, hoặc dạng hạt hoặc bột tinh thể trắng, chảy rữa khi để ngoài không khí ẩm.
- 4. Chức năng** Chất giữ màu, chất bảo quản chống vi sinh vật.
- 5. Yêu cầu kỹ thuật**
- 5.1. Định tính
Độ tan Dễ tan trong nước, tan nhẹ trong cồn.
Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Nitrat Phải có phản ứng đặc trưng của nitrat.
- 5.2. Độ tinh khiết
Giảm khối lượng khi sấy khô Không được quá 2,0% (105°C, 4 giờ)
Nitrit Không được quá 30,0 mg/kg.
Chì Không được quá 2,0 mg/kg
- 5.3. Hàm lượng NaNO_3 Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khô
- 6. Phương pháp thử**
- 6.1. Thử độ tinh khiết

09600497

Chì

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn khối lượng mẫu thử có thể dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

Nitrit

Nguyên lý:

Xác định bằng phương pháp quang phổ sử dụng phản ứng giữa nitrit, sulfanilamid và N-(1-naphthyl)-ethylen-diamin dihydroclorid tạo nên phức màu hồng. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch tại bước sóng 540 nm.

Thuốc thử:

- Dung dịch sulfanilamid: Hòa tan 2 g sulfanilamid vào 1000ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS).
- Thuốc thử kết hợp: Hòa tan 0,2 g N-(1-naphthyl)-ethylen-diamin dihydroclorid trong nước cất và pha loãng đến 100 ml. Bảo quản tránh ánh sáng trong lọ thủy tinh màu nâu và giữ trong tủ lạnh.
- Chuẩn nitrit: Hòa tan 0,750 g natri nitrit (đã được làm khô trước đó trong 4 giờ trên silicagel) trong nước cất và pha loãng đến 1000 ml (500 µg nitrit/ml). Lấy 10 ml dung dịch gốc này pha loãng đến 100 ml với nước cất (50 µg nitrit/ml). Cuối cùng lấy 10 ml dung dịch này, pha loãng bằng nước cất đến 1000 ml, thu được chuẩn làm việc (0,5 µg nitrit/ml).

Tiến hành:

Dựng đường chuẩn

Lần lượt lấy vào các bình định mức dung tích 100 ml 0; 5 ml; 10 ml; 20 ml; 50 ml dung dịch chuẩn làm việc và pha loãng bằng nước cất đến 80 ml (ứng với 0; 2,5; 5; 10; 25 µg nitrit). Thêm vào mỗi bình 10 ml dung dịch sulfanilamid, lắc đều. Để yên trong 3 phút và thêm 1 ml thuốc thử kết hợp lần lượt vào các bình, pha loãng đến vạch bằng nước cất, lắc đều và để yên trong 15 phút.

Đo độ hấp thụ quang của các dung dịch chuẩn so với nước cất ở bước sóng 540 nm, sử dụng cuvet 10 mm. Dụng cụ chuẩn biểu thị sự phụ thuộc của độ hấp thụ quang so với lượng nitrit trong dung dịch (đường chuẩn phải là đường thẳng).

Tiến hành thử

Cân khoảng 1 g mẫu (chính xác đến mg). Hòa tan và định mức đến 100 ml bằng nước cất. Dùng pipet hút 20ml dung dịch, cho vào bình định mức 100 ml và pha loãng bằng nước cất đến khoảng 80 ml. Thêm 10 ml dung dịch sulfanilamid, lắc đều. Để yên trong 3 phút và thêm 1 ml thuốc thử kết hợp, pha loãng đến vạch bằng nước cất, lắc đều và để yên trong 15 phút. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn so với nước cất ở bước sóng 540 nm, sử dụng cuvet 10 mm. Dựa vào đường chuẩn và độ hấp thụ quang của dịch thử đo được, tính lượng nitrit có trong dịch thử.

Tính kết quả

$$\text{Hàm lượng nitrit} = \frac{A \times 5}{W} \text{ (mg/kg)}$$

Trong đó:

A = Lượng nitrit đọc được từ đường chuẩn (μg)

W = Khối lượng mẫu thử (g)

6.2. Định lượng

Cân khoảng 0,4 g mẫu thử đã được làm khô (chính xác đến 0,1 mg), hòa tan vào 300 ml nước cất trong một bình cầu 500 ml. Thêm 3 g bột hợp kim Devarda và 15ml dung dịch natri hydroxyd (nồng độ 2/5). Lắp bình cầu với sinh hàn và bộ phận chống trào. Để yên khoảng 2 giờ. Cho 50 ml dung dịch acid sulfuric 0,1N vào bình hứng dịch cất, tiến hành cất và thu lấy khoảng 250 ml dịch cất. Chuẩn độ lượng acid sulfuric dư bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1N sử dụng chỉ thị là 3 giọt dung dịch thuốc thử đỏ methyl/xanh methylen (TS). Tiến hành làm mẫu trắng theo cách đã làm đối với mẫu thử và hiệu chỉnh kết quả nếu cần.

Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 0,1N tương đương với 8,5 mg NaNO_3 .

Phụ lục 4

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI
VỚI KALI NITRAT

- 1. Tên khác, chỉ số** INS 252
ADI = 0 - 3,7 mg/kg thể trọng (Không sử dụng nitrat cho trẻ em dưới 3 tháng tuổi).
- 2. Định nghĩa**
- Tên hóa học Kali nitrat
Mã số C.A.S. 7757-79-1
Công thức hóa học KNO_3
Khối lượng phân tử 101,11
- 3. Cảm quan** Tinh thể lãng trụ trong, không màu, không mùi hoặc dạng bột hay hạt tinh thể trắng.
- 4. Chức năng** Chất giữ màu, chất bảo quản chống vi sinh vật.
- 5. Yêu cầu kỹ thuật**
- 5.1. Định tính**
- Độ tan Tan trong nước, tan nhẹ trong cồn.
Kali Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Nitrat Phải có phản ứng đặc trưng của nitrat.
- 5.2. Độ tinh khiết**
- Giảm khối lượng khi sấy Không được quá 1% (105°C, 4 giờ)
Nitrit Không được quá 20,0 mg/kg
Chì Không được quá 2,0 mg/kg.
- 5.3. Hàm lượng KNO_3** Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khô
- 6. Phương pháp thử**
- 6.1. Độ tinh khiết**
- Nitrit Nguyên lý:
Xác định bằng phương pháp đo quang sử dụng phản ứng giữa nitrit, suphanilamid và N-(1-naphthyl)-ethylen-diamin dihydroclorid trong nước tạo phức màu hồng, đo độ hấp thụ quang của dung dịch tại bước sóng 540 nm.

Thuốc thử:

- Dung dịch sulfanilamid: Hòa tan 2 g sulfanilamid vào dung dịch acid hydrocloric loãng (TS) và định mức đến 1000 ml.
- Thuốc thử kết hợp: Hòa tan 0,2 g N-(1-naphthyl)-ethylen-diamin dihydroclorid trong nước cất và định mức đến 100 ml. Bảo quản tránh ánh sáng trong lọ thủy tinh màu và giữ trong tủ lạnh.
- Chuẩn nitrit: Hòa tan 0,750 g Natri nitrit (đã được làm khan trước đó trong 4 giờ trên silicagen) trong nước cất và pha loãng đến 1000 ml (500 μg nitrit/ml). Lấy 10 ml dung dịch gốc pha loãng ra 100 ml với nước cất (50 μg nitrit/ml). Cuối cùng lấy 10 ml dung dịch này bằng nước cất đến 1000ml thu được chuẩn làm việc (0,5 μg nitrit/ml).

Tiến hành:***Dựng đường chuẩn***

Lần lượt lấy vào các bình định mức dung tích 100 ml 0; 5 ml; 10 ml; 20 ml; 50 ml dung dịch chuẩn làm việc và pha loãng với 80 ml nước cất. Thêm vào mỗi bình 10 ml dung dịch sulfanilamid, lắc đều. Để yên trong 3 phút và thêm 1 ml thuốc thử kết hợp lần lượt vào các bình, pha loãng đến vạch thể tích bằng nước cất, lắc đều và để yên trong 15 phút. Đo độ hấp thụ quang của các dung dịch chuẩn so với nước cất ở bước sóng 540 nm, sử dụng cuvét có chiều dày 10 mm. Xây dựng đường chuẩn biểu thị sự phụ thuộc của độ hấp thụ quang so với lượng nitrit trong dung dịch (đường chuẩn phải là đường tuyến tính).

Tiến hành thử

Cân khoảng 1 g mẫu (chính xác đến mg). Hòa tan và định mức đến 100 ml bằng nước cất. Dùng pipet hút 20 ml dung dịch, cho vào bình định mức 100 ml và pha loãng với khoảng 80 ml nước cất. Thêm vào 10 ml dung dịch sulfanilamid, lắc đều. Để yên trong 3 phút và thêm 1 ml thuốc thử kết hợp, pha loãng đến vạch thể tích bằng nước

cất, lắc đều và để yên trong 15 phút. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn so với nước cất ở bước sóng 540nm, sử dụng cuvet có chiều dày 10 mm. Dựa vào đường chuẩn và độ hấp thụ quang của dịch thử đo được tính lượng nitrit có trong dịch thử.

Tính kết quả

$$\text{Hàm lượng nitrit} = \frac{A \times 5}{W} \text{ (mg/kg)}$$

Trong đó:

A = Lượng nitrit trong dịch thử (μg)

W = Khối lượng mẫu thử (g)

Chì

Thử theo hướng dẫn tại *JECFA monograph 1 - Vol. 4*. Sử dụng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp để xác định. Lựa chọn khối lượng mẫu thử có thể dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong *JECFA monograph 1 - Vol. 4* phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 0,4 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được sấy khô tại 105°C trong 4 giờ, hòa tan vào 300 ml nước cất trong một bình cầu dung tích 500 ml. Thêm 3 g bột hợp kim Devada và 15 ml dung dịch natri hydroxyd (nồng độ 2/5). Lắp bình cầu với sinh hàn và bộ phận chống phun trào. Để yên khoảng 2 giờ. Cho 50 ml dung dịch acid sulfuric 0,1N vào bình hứng dịch cất, tiến hành cất và thu lấy khoảng 250 ml dịch cất. Chuẩn độ lượng acid sulfuric dư bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1N sử dụng chỉ thị là 3 giọt dung dịch thuốc thử đỏ methyl/xanh methylen (TS). Tiến hành làm mẫu trắng theo cách đã làm đối với mẫu thử và hiệu chuẩn kết quả, nếu cần.

Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 0,1N tương đương với 10,11 mg KNO_3 .