

Lời nói đầu

TCVN 4836-2:2009 và TCVN 4836-1:2009 thay thế TCVN 4836-89;

TCVN 4836-2:2009 hoàn toàn tương đương với ISO 1841-2:1996;

TCVN 4836-2:2009 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.

TCVN 4836 (ISO 1841) *Thịt và sản phẩm thịt – Xác định hàm lượng clorua*, gồm có các phần sau:

- TCVN 4836-1:2009 (ISO 1841-1:1996) *Thịt và sản phẩm thịt – Xác định hàm lượng clorua – Phần 1: Phương pháp Volhard*;
- TCVN 4836-2:2009 (ISO 1841-2:1996) *Thịt và sản phẩm thịt – Xác định hàm lượng clorua – Phần 2: Phương pháp đo điện thế*.

Thịt và sản phẩm thịt – Xác định hàm lượng clorua –

Phần 2: Phương pháp đo điện thế

Meat and meat products – Determination of chloride content –

Part 2: Potentiometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng clorua trong thịt và sản phẩm thịt, bao gồm cả thịt gia cầm, có chứa hàm lượng natri clorua bằng hoặc lớn hơn 0,25 % (khối lượng).

2 Định nghĩa

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

2.1

Hàm lượng clorua trong thịt và sản phẩm thịt (chloride content of meat and meat products)

Hàm lượng clorua tổng số xác định được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này. Hàm lượng clorua được biểu thị bằng natri clorua, tính bằng phần trăm khối lượng.

3 Nguyên tắc

Hoà tan phần mẫu thử trong nước. Axit hoá phần huyền phù của mẫu thử và chuẩn độ bằng đo điện thế với dung dịch bạc nitrat, sử dụng điện cực bạc.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích, trừ khi có quy định khác.

4.1 Nước, đã được chưng cất và không chứa nhóm halogen

Phép thử không chứa nhóm halogen: Cho 1 ml bạc nitrat [AgNO_3] $\approx 0,1 \text{ mol/l}$] và 5 ml axit nitric [HNO_3] $\approx 4 \text{ mol/l}$] vào 100 ml nước. Không được đục.

4.2 Axit nitric, dung dịch 1 + 49 (thể tích)

Pha loãng 20 ml axit nitric đậm đặc ($\rho_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$) bằng nước và thêm nước đến 1000 ml.

4.3 Bạc nitrat, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,0856 \text{ mol/l}$

Hoà tan trong nước 14,541 g bạc nitrat, đã được sấy trước ở $150^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ trong 2 h và để nguội trong bình hút ẩm. Chuyển hết lượng này vào bình định mức một vạch 1000 ml và pha loãng bằng nước đến vạch.

Bảo quản dung dịch này trong bình thủy tinh tối màu, tránh ánh sáng trực tiếp của mặt trời.

4.4 Natri clorua, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{NaCl}) = 0,0856 \text{ mol/l}$

Hoà tan trong nước 5,000 g natri clorua, đã được sấy trước ở $110^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ trong 2 h và để nguội trong bình hút ẩm. Chuyển hết lượng này vào bình định mức một vạch 1000 ml và pha loãng bằng nước đến vạch.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Dụng cụ đồng hoá, bằng cơ học hoặc điện tử có thể làm đồng nhất mẫu thử. Dụng cụ này bao gồm máy cắt quay tốc độ cao, hoặc máy nghiền được gắn với đĩa có đục các lỗ với đường kính không quá 4,5 mm.

5.2 Máy trộn phòng thử nghiệm, được gắn với máy biến thế để trộn với tốc độ từ thấp đến cao.

5.3 Điện cực, điện cực kết hợp thỏi bạc hoặc bạc chỉ thị tách riêng và các điện cực chuẩn thủy tinh.

Trước khi bắt đầu sử dụng và trước mỗi ngày sử dụng, làm sạch đầu điện cực thỏi bạc bằng bột làm sạch hoặc vật liệu thích hợp khác và tráng kỹ bằng nước (đối với một số loại mẫu có thể cần phải sử dụng nước nóng), nếu cần. Làm sạch các điện cực khác theo khuyến cáo của nhà sản xuất. Làm sạch lại khi cần để tránh làm trệch số đọc điểm kết thúc. Với một số mẫu, định kỳ tráng rửa các điện cực bằng nước và lau khô bằng khăn sạch để tránh tích tụ lớp màng mỏng. Không cần phải phủ các điện cực thỏi bạc bằng bạc clorua.

5.4 Máy khuấy từ, có thể chỉnh được tần số quay không đổi.

5.5 Máy đo pH, thích hợp để đọc trực tiếp, có thang chia độ nhỏ hơn hoặc bằng 10 mV; dải đo ít nhất là $\pm 700 \text{ mV}$, ví dụ: dạng số.

5.6 Pipet, dung tích 50 ml.

5.7 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến $\pm 0,1$ g.

6 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không được hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình bảo quản hoặc vận chuyển.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 4833-1 (ISO 3100-1).¹⁾

Từ mẫu đại diện lấy ra ít nhất 200 g.

7 Chuẩn bị mẫu thử

7.1 Đồng hoá mẫu phòng thử nghiệm bằng thiết bị thích hợp (5.1). Chú ý không để nhiệt độ của mẫu thử tăng quá 25 °C. Nếu sử dụng máy nghiền thì nghiền mẫu ít nhất hai lần.

7.2 Cho mẫu đã chuẩn bị vào bình chứa kín khí thích hợp. Đậy kín nắp và bảo quản theo cách sao cho không làm thay đổi thành phần và chất lượng của mẫu. Phân tích mẫu càng sớm càng tốt, nhưng không được quá 24 h sau khi đồng hoá mẫu.

8 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH Nếu cần kiểm tra về độ lặp lại, thì tiến hành hai phép xác định riêng lẻ theo 8.1 đến 8.4 trong cùng điều kiện thử nghiệm.

8.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 50 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 g, cho vào bình trộn 1000 ml.

8.2 Hoà trộn mẫu

8.2.1 Cho 450 g nước (4.1) vào phần mẫu thử (8.1). Đậy nắp bình và bật máy trộn (5.2) ở tần số quay thấp để hoà tan mẫu. Trộn kỹ ở tốc độ cao trong 1 min đến 2 min sao cho chất rắn phân tán đều.

8.2.2 Ngay sau khi trộn, dùng pipet (5.6) lấy 50 ml huyền phù của mẫu đã trộn kỹ cho vào cốc có mỏ 250 ml đã cân bì. Xác định khối lượng của dung dịch thử. Tiến hành theo 8.4.

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

8.3 Đường chuẩn độ

8.3.1 Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch natri clorua (4.4) cho vào cốc có mỏ 250 ml. Pha loãng bằng nước (4.1) đến 50 ml và thêm 50 ml axit nitric loãng (4.2).

8.3.2 Đặt các điện cực (5.3) vào dung dịch và bắt đầu trộn. Khuấy trong suốt quá trình chuẩn độ ở tốc độ không đổi làm xáo trộn mạnh mà không bị bắn tung toé.

8.3.3 Chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat (4.3), có thể điều chỉnh các lượng với tốc độ thay đổi điện thế (xem 5.5) sao cho có được đồ thị chính xác về thay đổi điện thế tính theo milivol (trục y) theo thể tích dung dịch bạc nitrat tính bằng mililit (trục x). Thêm tất cả 50 ml dung dịch bạc nitrat để thu được đường chuẩn độ hoàn chỉnh.

8.3.4 Xác định điểm uốn bằng cách vẽ hai đường thẳng nghiêng góc 45° tương ứng với các trục và tiếp tuyến với đường chuẩn độ ở hai điểm uốn cong lớn nhất.

CHÚ THÍCH 2 Điểm uốn là điểm cắt của đường chuẩn độ với đường được vẽ song song và ở giữa hai đường khác.

8.3.5 Sử dụng điểm uốn làm điểm kết thúc chuẩn độ của dung dịch mẫu (8.4). Thỉnh thoảng kiểm tra lại điểm kết thúc điện thế tương ứng với điện thế tiếp giáp xuất hiện ở điện cực chuẩn. Xác định lại điểm kết thúc bằng cách chuẩn bị một đường chuẩn độ mới khi thay điện cực riêng lẻ, điện cực kết hợp, hoặc máy đo pH.

8.3.6 Từ thể tích dung dịch bạc nitrat đã sử dụng, tính nồng độ và điều chỉnh đến 0,0856 mol/l.

8.4 Xác định

Thêm 50 ml axit nitric loãng (4.2) và chuẩn độ theo 8.3 đối với dung dịch natri clorua. Dùng buret lấy 10 ml nếu nồng độ clorua nhỏ hơn hoặc bằng 1 %.

Khi thực hiện một dãy phép xác định trên một loại thịt, để có độ chính xác cao nhất, thì tốt nhất nên xác định và sử dụng điểm kết thúc từ đường chuẩn độ (8.3) của loại thịt đó hơn là sử dụng điểm kết thúc thu được bằng các dung dịch chuẩn natri clorua.

8.5 Phép thử trắng

Thực hiện phép thử trắng theo 8.2.2 đến 8.4, thay huyền phù của mẫu thử trong 8.2.2 bằng nước (4.1).

9 Tính toán

Tính hàm lượng clorua của mẫu thử theo công thức sau đây:

$$w_{\text{Cl}} = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 50 \times 58,44}{m_1 \times m}$$

trong đó

w_{Cl} là hàm lượng clorua trong mẫu, biểu thị theo natri clorua, tính bằng phần trăm khối lượng;

V_1 là thể tích dung dịch bạc nitrat (4.3) đã dùng trong phép xác định (8.4), tính bằng mililit;

V_2 là thể tích dung dịch bạc nitrat (4.3) đã dùng trong phép thử trắng (8.5), tính bằng mililit;

c là nồng độ của dung dịch bạc nitrat (4.3), tính bằng mol trên lít;

m_1 là khối lượng dung dịch thử (8.2.2), tính bằng gam;

m là khối lượng phần mẫu thử (8.2.2), tính bằng gam;

Ghi kết quả chính xác đến 0,1 % (khối lượng).

10 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp được thiết lập bằng phép thử liên phòng thử nghiệm (xem [5]), đã thực hiện theo ISO 5725. Đối với các giá trị thu được về giới hạn lặp lại, r và giá trị tái lập, R , thì mức xác suất là 95 %.

10.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập riêng rẽ thu được, khi sử dụng cùng một phương pháp, tiến hành trên vật liệu giống hệt nhau, do cùng một người tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm, sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được vượt quá giới hạn lặp lại r được tính theo công thức sau đây:

$$r = 0,002 + 0,033 \bar{w}_{\text{Cl}}$$

trong đó

$\bar{w}_{\text{Cl}}$ là giá trị của hai kết quả, tính bằng phần trăm khối lượng

10.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau, do các người khác nhau thực hiện trong các phòng thử nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được vượt quá giới hạn lặp lại R được tính theo công thức sau đây:

$$R = 0,005 + 0,066 \bar{w}_{Cl}$$

trong đó $\bar{w}_{Cl}$ là trung bình của hai kết quả, tính bằng phần trăm khối lượng.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng;
- kết quả thu được và
- nếu độ lặp lại được kiểm tra thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Báo cáo thử nghiệm cũng phải nêu 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 thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.