

NGHIÊN CỨU XÂY DỰNG QUY TRÌNH XÁC ĐỊNH NITRIT TRONG THỰC PHẨM CHẾ BIẾN BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG - ĐỘNG HỌC XÚC TÁC

Nguyễn Văn Ly*, Khả Thị Phương Thảo

Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học - Đại học Huế

* Email: nguyenvanly1955@gmail.com

TÓM TẮT

Bài báo này nhằm nghiên cứu ảnh hưởng xúc tác của nitrit đến tốc độ phản ứng oxi hoá thuốc thử Red congo (RC) bằng kali bromat, trong môi trường axit mạnh. Tốc độ phản ứng được xác định bằng cách đo sự thay đổi độ hấp thụ của dung dịch Red congo theo thời gian tại bước sóng 570 nm. Ảnh hưởng của các thông số như nồng độ các chất phản ứng, môi trường phản ứng, nhiệt độ, thời gian và các ion cản trở đã được nghiên cứu và được lựa chọn. Phương pháp đề xuất có thể xác định nitrit trong khoảng nồng độ 10 – 510 $\mu\text{g/L}$ với hệ số tương quan 0,9998 và giới hạn phát hiện là 6,7 $\mu\text{g/L}$. Độ lệch chuẩn tương đối sau 3 lần xác định lặp lại trên mẫu chuẩn là 2,3% ($n = 3$). Đã xây dựng quy trình phân tích và áp dụng để xác định nitrit trên một số mẫu thực phẩm chế biến (xúc xích, pa tê và chả lụa) đang lưu hành tại siêu thị Big C Huế. Kết quả cho thấy quy trình có độ thu hồi tốt.

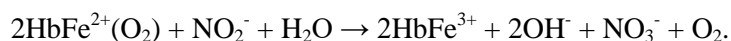
Từ khóa. Xác định nitrit, trắc quang- động học, thực phẩm.

1. MỞ ĐẦU

Thực phẩm là một trong những nhu yếu phẩm không thể thiếu trong đời sống hàng ngày của con người. Nó cung cấp năng lượng, chất dinh dưỡng cho con người lao động, phát triển và duy trì sự sống. Tuy nhiên, nếu chúng ta sử dụng thực phẩm không đảm bảo vệ sinh an toàn thì sẽ dẫn đến sự ngộ độc, tác hại không tốt cho sức khỏe [8].

Trong số những hoá chất mà người ta dùng để bảo quản thực phẩm thì muối nitrit được sử dụng phổ biến. Các muối này có hai công dụng: tạo màu cho cá và thịt, đồng thời ngăn chặn một loại vi khuẩn gây ngộ độc thịt [1], [6].

Nitrit sinh ra do muối nitrat (NO_3^-) khi vào cơ thể người tham gia phản ứng khử ở dạ dày và đường ruột do tác dụng của các men tiêu hoá [9]. Nitrit phản ứng với Hemoglobin tạo thành methemoglobin làm mất khả năng vận chuyển oxi của Hemoglobin. Thông thường Hemoglobin chứa Fe^{2+} ion này có khả năng liên kết với oxi. Khi có mặt NO_2^- nó sẽ chuyển hoá Fe^{2+} làm cho hồng cầu không làm được nhiệm vụ chuyển tải O_2 . Nếu duy trì lâu sẽ dẫn tới tử vong.



Sự tạo thành methemoglobin đặc biệt thấy rõ ở trẻ em. Trẻ em mắc chứng bệnh này thường xanh xao (bệnh blue baby).

Do tác hại của nitrit đến con người như vậy nên việc nghiên cứu và xác định hàm lượng nitrit trong thực phẩm là rất cần thiết, đảm bảo sự an toàn cho người tiêu dùng.

Trong bài báo này chúng tôi trình bày kết quả phân tích hàm lượng nitrit trong một số thực phẩm chế biến lưu hành ở thành phố Huế bằng phương pháp trắc quang động học [3].

2. THỰC NGHIỆM VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Thiết bị và hoá chất

-Thiết bị: Máy quang phổ UV – Vis hiệu V630 UV/Vis Spectrometer Jasco (Nhật); Cân phân tích điện tử (độ nhạy 0,1 mg); đồng hồ bấm giây... và các dụng cụ thủy tinh khác.

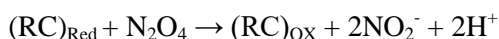
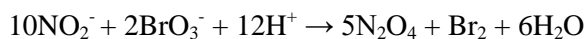
-Hoá chất: Các thuốc thử (RC), chất chuẩn (NaNO_2), kali bromat (KBrO_3) và các hóa chất cơ bản khác đều sử dụng các hóa chất tinh khiết phân tích và được pha chế bằng nước cất 2 lần.

2.2. Lấy mẫu và xử lý mẫu

Các đối tượng được nghiên cứu: Xúc xích (sản phẩm của công ty cổ phần Vissan), pate (sản phẩm của công ty cổ phần C.P. Việt Nam), chả lụa (sản phẩm của công ty TNHH San Miguel). Các mẫu phân tích được lấy ngẫu nhiên tại siêu thị Big C trong 3 đợt từ tháng 6 đến tháng 7 năm 2016. Các mẫu sau khi mang về được bảo quản theo các điều kiện ghi trên bao bì. Xử lý mẫu theo tiêu chuẩn quy định [2], [4].

2.3. Phương pháp phân tích

Trong đề tài này, để phân tích hàm lượng nitrit trong thực phẩm chế biến, chúng tôi chọn phương pháp trắc quang động học xúc tác. Phương pháp dựa trên ảnh hưởng xúc tác của nitrit đến phản ứng giữa kali bromat (BrO_3^-) với thuốc thử Red congo (RC). RC là chất hữu cơ có màu, hấp thụ ở $\lambda=570$ nm, khi bị oxi hóa RC tồn tại ở dạng oxy hoá không màu. Khi có mặt nitrit tốc độ phản ứng tăng nhanh làm cho độ hấp thụ giảm mạnh và tỷ lệ thuận với nồng độ nitrit. Có thể giả thiết cơ chế phản ứng oxi hóa RC bằng BrO_3^- trong môi trường axit như sau:



(màu xanh) (không màu)

Tốc độ phản ứng được xác định bằng sự thay đổi độ hấp thụ (ΔA) của dung dịch phản ứng nền và dung dịch phản ứng có mặt nitrit. Dựa vào (ΔA) có thể định lượng được nitrit theo phương pháp cố định thời gian [5], [6], [7], [8].

2.4. Phương pháp đánh giá độ tin cậy

Độ tin cậy của các kết quả phân tích được đánh giá thông qua các đại lượng: RSD%, %RSD_H, %Re và %Rev. Kết quả phân tích trên mẫu thực đánh giá dựa việc so sánh với tiêu chuẩn Quy định số 867/1998/QĐ-BYT của Bộ Y tế [9].

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

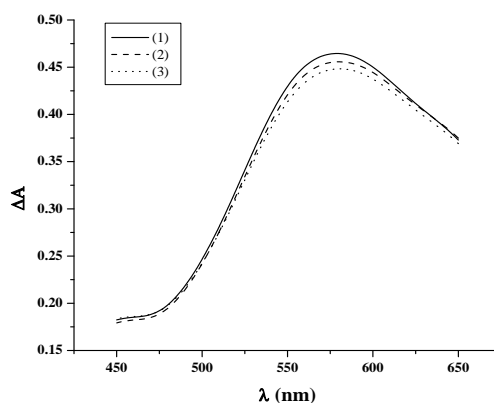
3.1. Bước sóng hấp thụ và thời gian phản ứng thích hợp

3.1.1. Phổ hấp thụ của dung dịch RC khi có mặt của BrO_3^- và $\text{BrO}_3^- + \text{NO}_2^-$

Ghi phổ hấp thụ các dung dịch hỗn hợp có thành phần như sau:

(1) $\text{RC} + \text{H}_2\text{SO}_4$; (2) $\text{RC} + \text{KBrO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$; (3) $\text{RC} + \text{KBrO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{NO}_2^-$ trong khoảng bước sóng từ 450 – 650 nm. Kết quả thu được ở hình 1 cho thấy, RC phản ứng chậm với KBrO_3 trong môi trường axit (đường 2), khi có mặt của nitrit, tốc độ phản ứng tăng lên đáng kể (đường 3). Điều này cho thấy, nitrit có tác dụng xúc tác cho phản ứng oxi hoá RC bằng KBrO_3 trong môi trường axit.

Dựa vào các kết quả ở hình 1 cho thấy có thể sử dụng hệ phản ứng oxi hoá RC bằng KBrO_3 với sự có mặt của NO_2^- và xác định tốc phản ứng bằng cách đo độ hấp thụ ở bước sóng 570 nm theo thời gian.

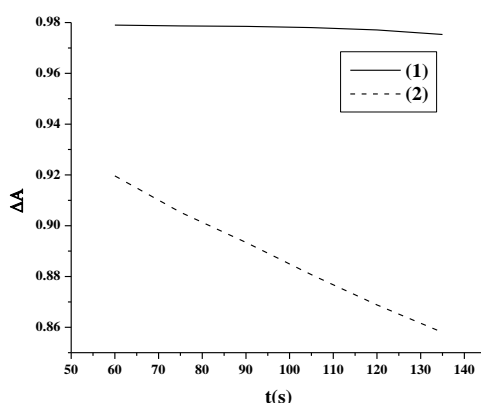


Hình 1. Các phổ hấp thụ của dung dịch RC trong môi trường axit có mặt của BrO_3^- và NO_2^-

ĐKTN: $C_{\text{RC}} = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ M}$; $C_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 0,3 \text{ M}$; $C_{\text{BrO}_3^-} = 10^{-3} \text{ M}$; $C_{\text{NO}_2^-} = 250 \mu\text{g/L}$; $t^0 = 25 - 30^\circ\text{C}$; $t = 120 \text{ s}$.

3.1.2. Chọn thời gian thích hợp để đo tốc độ phản ứng

Đo độ hấp thụ theo thời gian của các dung dịch phản ứng nền ((1): $\text{RC} + \text{KBrO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$) và dung dịch phản ứng có xúc tác ((2): $\text{RC} + \text{KBrO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{NO}_2^-$) tại bước sóng $\lambda = 570 \text{ nm}$. Khoảng thời gian đo tiến hành đo độ hấp thụ từ 60 – 135 s.



Hình 2. Sự thay đổi độ hấp thụ theo thời gian của các dung dịch phản ứng

$$DKTN: C_{RC} = 3,75 \cdot 10^{-5} M; C_{H_2SO_4} = 0,3 M;$$

$$C_{BrO_3} = 5 \cdot 10^{-4} M; C_{NO_2} = 250 \mu g/L; t^0 = 25 - 30^{\circ}C.$$

Kết quả thu được ở hình 2 cho thấy: trong khoảng thời gian này độ dốc của đường $A \sim t$ không thay đổi do đó có thể chọn bất kỳ thời điểm nào trong khoảng thời gian này để xác định tốc độ phản ứng. Tuy nhiên để đảm bảo độ nhạy, độ chính xác của phương pháp và thuận tiện cho việc thực hiện thí nghiệm chúng tôi chọn thời gian để đo độ hấp thụ là 120 s.

3.2. Khảo sát các điều kiện thích hợp của phản ứng

3.2.1. Ảnh hưởng của loại axit

Khảo sát ảnh hưởng của 3 loại axit vào sự thay đổi cường độ hấp thụ của RC trong dung dịch phản ứng nền và phản ứng xúc tác, kết quả thu được ở bảng 1.

Bảng 1. Sự thay đổi độ hấp thụ của dung dịch phản ứng nền và phản ứng xúc tác theo loại axit

Độ hấp thụ	Loại axit		
	H ₂ SO ₄	HCl	H ₃ PO ₄
A ₀	0,9229	0,1221	1,0157
A _s	0,8476	0,1140	1,0082
ΔA	0,0753	0,0081	0,0075

Ghi chú: A₀: Độ hấp thụ của dung dịch phản ứng; A_s: Độ hấp thụ của dung dịch phản ứng xúc tác;

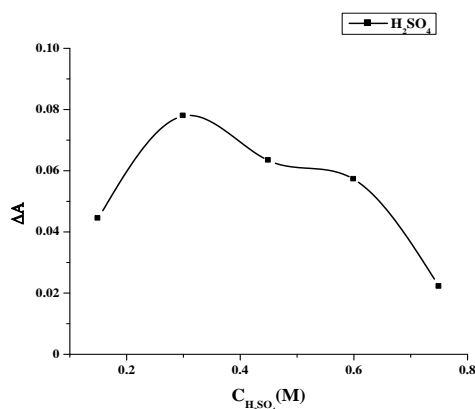
ΔA: Hiệu số độ hấp thụ, $\Delta A = A_0 - A_s$;

DKTN: $C_{axit} = 0,3 M; C_{NO_2} = 250 \mu g/L; C_{RC} = 5 \cdot 10^{-5} M; C_{BrO_3} = 10^{-3} M; \lambda = 570 nm; t^0 = 25 - 30^{\circ}C; t = 120 s.$

Kết quả ở bảng 1 cho thấy phản ứng oxi hoá RC bằng KBrO₃ đều xảy ra trong các môi trường axit, nhưng với axit H₂SO₄ thì có giá trị hiệu số độ hấp thụ (ΔA) cao nhất, do đó axit H₂SO₄ được lựa chọn làm môi trường phản ứng.

3.2.2. Ảnh hưởng của nồng độ axit

Ảnh hưởng của nồng độ axit H_2SO_4 đến tốc độ phản ứng được khảo sát trong khoảng nồng độ axit H_2SO_4 từ 0,15 – 0,75 M. Kết quả thu được ở hình 3 cho thấy: khi nồng độ axit tăng từ 0,15 – 0,3 M thì tốc độ phản ứng xúc tác nhanh hơn phản ứng nền, nên ΔA tăng, sau đó tốc độ phản ứng xúc tác giảm dần, nên ΔA giảm. Do đó nồng độ của axit $H_2SO_4 \approx 0,3$ M được lựa chọn.

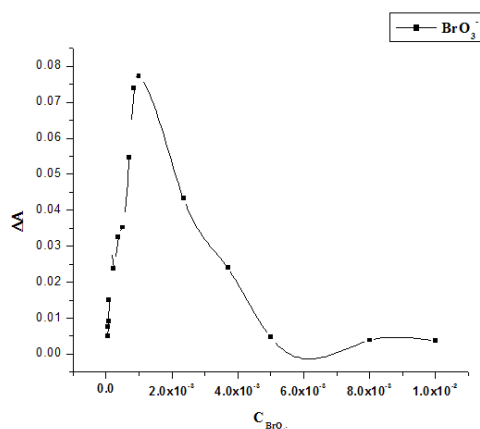


Hình 3. Sự phụ thuộc của tốc độ phản ứng (ΔA) theo nồng độ axit H_2SO_4

ĐKTN: $C_{RC} = 5.10^{-5} M$; $C_{NO_2} = 250 \mu g/L$; $C_{BrO_3} = 10^{-3} M$; $\lambda = 570 nm$; $t^0 = 25 - 30^0 C$.

3.2.3. Ảnh hưởng của nồng độ $KBrO_3$

Ảnh hưởng nồng độ BrO_3^- đến tốc độ phản ứng được khảo sát trong khoảng từ $5.10^{-5} - 10^{-2} M$. Kết quả thu được ở hình 4 cho thấy, khi nồng độ BrO_3^- tăng từ $5.10^{-5} - 10^{-3} M$ thì tốc độ phản ứng xúc tác tăng nhanh hơn phản ứng nền nên ΔA tăng, sau đó tốc độ phản ứng nền tăng so với phản ứng xúc tác giảm nên ΔA giảm.



Hình 4. Sự phụ thuộc của tốc độ phản ứng (ΔA) theo nồng độ BrO_3^-

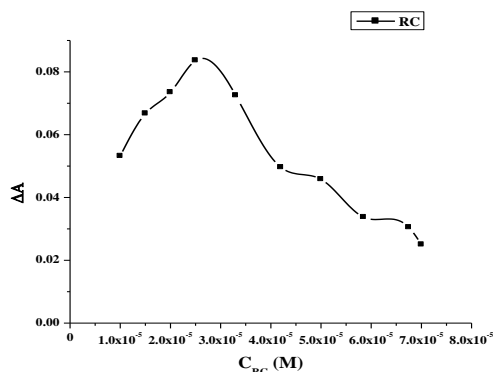
ĐKTN: $C_{NO_2} = 250 \mu g/L$; $C_{RC} = 5.10^{-5} M$;
 $C_{H_2SO_4} = 0,3 M$; $t_{pư} = 120 s$; $\lambda = 570 nm$; $t^0 = 25 - 30^0 C$.

Vì vậy nồng độ $KBrO_3 \approx 10^{-3} M$ được lựa chọn.

3.2.4. Ảnh hưởng của nồng độ thuốc thử RC

Ảnh hưởng của nồng độ RC đến tốc độ phản ứng được khảo sát trong khoảng nồng độ 10^{-5} – $7,5 \cdot 10^{-5}$ M. Kết quả thu được ở hình 5 cho thấy: khi nồng độ tăng từ 10^{-5} – $2,5 \cdot 10^{-5}$ M thì tốc độ phản ứng xúc tác tăng nhanh hơn phản ứng nền nên ΔA tăng, sau đó tốc độ phản ứng nền tăng so với phản ứng xúc tác nên ΔA giảm.

Vì vậy nồng độ RC $\approx 2,5 \cdot 10^{-5}$ M được lựa chọn.



Hình 5. Sự phụ thuộc của tốc độ phản ứng (ΔA) theo nồng độ RC

ĐKTN: $C_{NO_2} = 250 \mu\text{g/L}$; $C_{H_2SO_4} = 0,3 \text{ M}$; $C_{BrO_3} = 10^{-3} \text{ M}$; $t_{pư} = 120 \text{ s}$; $\lambda = 570 \text{ nm}$; $t^{\theta} = 25 - 30^{\circ}\text{C}$.

3.3. Ảnh hưởng của các chất cản trở

Kết quả khảo sát ảnh hưởng cản trở của một số anion và cation thường gặp trong các mẫu thực phẩm chế biến thu được ở bảng 2. Giới hạn ion cản ứng với nồng độ chất gây cản có mặt làm thay đổi $> 10\%$ tỉn hiệu so (ΔA) với mẫu không có mặt của ion gây cản.

Bảng 2. Giới hạn ảnh hưởng của một số ion

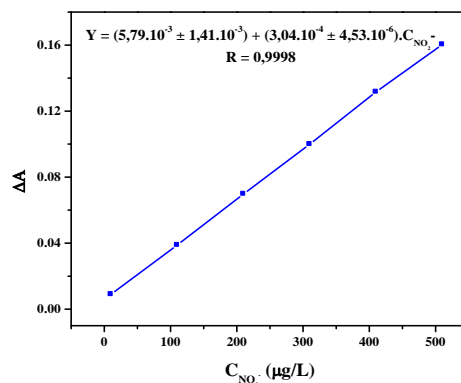
STT	Ion cản trở	Giới hạn nồng độ ion cản trở (ppm)	Tỷ số ion ($C_{cản}/C_{NO_2}$)
1	Ca^{2+} , Zn^{2+} , Cl^{-} , Na^{+}	500	2000
2	NO_3^{-}	400	1600
3	Mg^{2+} , SO_4^{2-} , PO_4^{3-}	300	1200
4	Fe^{3+} , Cu^{2+}	200	800
5	Al^{3+}	150	600

ĐKTN: $C_{NO_2} = 250 \mu\text{g/L}$; $C_{RC} = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ M}$; $C_{H_2SO_4} = 0,3 \text{ M}$; $C_{BrO_3} = 10^{-3} \text{ M}$; $t_{pư} = 120 \text{ s}$; $\lambda = 570 \text{ nm}$.

Kết quả cho thấy ảnh hưởng của các ion cản trở không đáng kể cho việc xác định lượng vết nitrit trong thực phẩm chế biến.

3.4. Sự phụ thuộc tốc độ phản ứng (ΔA) vào nồng độ nitrit ($C_{NO_2^-}$)

Áp dụng các điều kiện phản ứng thích hợp đã chọn và tiến hành đo tốc độ phản ứng (ΔA) của các dung dịch nitrit có nồng độ trong khoảng 10 - 510 $\mu\text{g/L}$. Xây dựng phương trình đường chuẩn và đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của $\Delta A - C_{NO_2^-}$. Kết quả thu được ở hình 6.



Hình 6. Đường biểu diễn sự phụ thuộc của tốc độ phản ứng (ΔA) vào nồng độ NO_2^- .

ĐKTN: $C_{NO_2^-} = 250 \mu\text{g/L}$; $C_{RC} = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ M}$; $C_{H_2SO_4} = 0,3 \text{ M}$; $C_{BrO_3^-} = 10^{-3} \text{ M}$; $t_{pi} = 120 \text{ s}$; $\lambda = 570 \text{ nm}$.

Từ phương trình hồi quy biểu diễn sự phụ thuộc của ΔA vào nồng độ nitrit có thể tính được giá trị các đại lượng đánh giá độ tin cậy của phương pháp xác định nitrit như sau:

Trong khoảng nồng độ NO_2^- từ 10 – 510 $\mu\text{g/L}$ mối quan hệ giữa ΔA và $C_{NO_2^-}$ tuyến tính tốt, ($R = 0,9998$); giới hạn phát hiện (LOD) là 6,7 $\mu\text{g/L}$; giới hạn định lượng (LOQ) là 22,4 $\mu\text{g/L}$.

3.5. Đánh giá độ tin cậy của phương pháp

3.5.1. Độ lặp lại

Tiến hành đo tốc độ phản ứng (ΔA) đối với các dung dịch chuẩn nitrit phòng thí nghiệm với 3 mức nồng độ là 50 $\mu\text{g/L}$; 250 $\mu\text{g/L}$; 450 $\mu\text{g/L}$, tính kết quả theo phương trình đường chuẩn đã xây dựng. Kết quả thu được ở bảng 3.

Bảng 3. Kết quả phân tích mẫu chuẩn phòng thí nghiệm và độ chính xác của phương pháp

$C_{NO_2^-}$ ($\mu\text{g/L}$) _{TC}	Lần xác định (n = 3)	ΔA	$C_{NO_2^-}$ ($\mu\text{g/L}$) _{XD}	$C_{NO_2^-}$ ($\mu\text{g/L}$) _{TB}	%RSD	%RSD _H
50,0	1	0,0201	47,0	48,0	3,0	12,6
	2	0,0202	47,4			
	3	0,0209	49,7			
250,0	1	0,0807	246,2	252,7	2,3	9,9
	2	0,0833	254,7			
	3	0,0840	257,0			
450,0	1	0,1396	439,8	445,1	1,2	9,0
	2	0,1429	450,6			
	3	0,1412	445,0			

ĐKTN: $C_{RC} = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ M}$, $C_{H_2SO_4} = 0,3 \text{ M}$; $C_{BrO_3^-} = 10^{-3} \text{ M}$; $t_{pi} = 120 \text{ s}$; $\lambda = 570 \text{ nm}$.

So sánh giá trị RSD và RSD_H ta thấy $RSD \leq \frac{1}{2} RSD_H$, do đó phương pháp có độ chính xác đạt yêu cầu.

3.5.2. Độ đúng

Độ đúng được đánh giá thông qua việc phân tích mẫu chuẩn (RCM), tuy nhiên do không thể có mẫu chuẩn đối với đối tượng nghiên cứu, vì vậy chúng tôi sử dụng kết quả phân tích bằng phương pháp tiêu chuẩn (ppTC) [2] để so sánh với kết quả thu được từ phương pháp nghiên cứu (ppNC). Kết quả phân tích trên 3 mẫu chuẩn phòng thí nghiệm (CPTN) bằng 2 phương pháp thu được ở bảng 4.

Bảng 4. Kết quả đánh giá độ đúng của phương pháp khi phân tích mẫu chuẩn phòng thí nghiệm

$C_{NO_2}(\mu\text{g/L})_{CPTN}$	$C_{NO_2}(\mu\text{g/L})$ Xác định theo ppTC (C_{TC})	$C_{NO_2}(\mu\text{g/L})$ Xác định theo ppNC (C_{NC})	$\%Re = (C_{TC} - C_{NC}) * 100 / C_{TC}$
50,0	46,5	48,0	3,2
250,0	248,8	252,7	1,6
450,0	454,5	445,1	2,1

ĐKTN: $C_{RC} = 2,5 \cdot 10^{-5} M$, $C_{H_2SO_4} = 0,3 M$; $C_{KBrO_3} = 10^{-3} M$; $t_{ph} = 120 s$; $\lambda = 570 nm$.

Kết quả ở bảng 4 cho thấy sự sai lệch của kết quả xác định theo phương pháp nghiên cứu và phương pháp tiêu chuẩn là 1,6 – 3,2%.

Từ kết quả trong bảng cho thấy phương pháp nghiên cứu có độ đúng tốt.

3.6. Xây dựng quy trình trên mẫu thực tế và đánh giá độ tin cậy của phương pháp

Áp dụng quy trình xử lý mẫu để xác định nitrat và nitrit theo TCVN 7991-2009 đối với các thực phẩm đóng hộp [2], các kết quả khảo sát các điều kiện phản ứng và khoảng xác định của phương pháp. Chúng tôi đã xây dựng được quy trình phân tích hàm lượng nitrit trong thực phẩm chế biến như sau:

3.6.1. Xử lý mẫu

Mẫu thực phẩm được xay nhuyễn, cân khối lượng mẫu $m = 30 g$, thêm 8 mL natri borat bão hòa, 100 mL nước cất nóng, ngâm chiết ở $50^{\circ}C - 60^{\circ}C$ khoảng 15 phút; để nguội đến nhiệt độ phòng; thêm 7 mL $K_4[Fe(CN)_6]$ 0,4 M; 7 mL $Zn(CH_3COO)_2$ 10%; mỗi lần thêm hóa chất cần để yên 20 – 30 phút. Sau đó định mức đến thể tích $V_0 = 250 mL$, để lắng 30 phút. Lọc lấy dịch lọc [2]

3.6.2. Xác định nitrit trong dịch chiết

Lấy $V_1 = 1,5 mL$ mẫu dịch lọc; thêm chuẩn bằng $NaNO_2$ 0,25 ppm (*); 1,5 mL RC $2,5 \cdot 10^{-4} M$; 1,5 mL H_2SO_4 3 M; 1,5 mL $KBrO_3$ $10^{-2} M$; thêm nước cất đến thể tích V_2 ($V_2 = 15 mL$); đo độ hấp thụ ở $\lambda = 570 nm$, $t_{ph} = 120s$.

3.6.3. Tính hàm lượng nitrit trong mẫu

Hàm lượng nitrit được tính theo công thức:

$$X \text{ mg(N- NO}_2\text{)/Kg} = (a. V_2. V_0.1000)/(b. V_1.1000.m)$$

Trong đó:

- a, b lần lượt là hệ số chắn và hệ số góc của phương trình đường thêm chuẩn.
- m, V₀, V₁, V₂ là khối lượng và thể tích dung dịch mẫu theo quy trình xử lý mẫu
- (*) Thêm chuẩn với thể tích 0; 0,9; 1,2 và 1,5mL dung dịch NaNO₂ 0,25 ppm.

Để đánh giá độ đúng của quy trình phân tích, chúng tôi phân tích song song các mẫu thực được thêm chuẩn sau đó tính độ thu hồi. Kết quả phân tích và đánh giá độ thu hồi chỉ ra ở bảng 5 cho thấy quy trình phân tích nitrit cho kết quả có độ đúng tốt.

Bảng 5. Kết quả phân tích hàm lượng nitrit trên các mẫu thực phẩm chế biến

Mẫu	Hàm lượng	Nitrit (mg (N-NO ₂)/Kg)	Độ thu hồi của nitrit(%)
Xúc xích bò(n=3); NSX:21/6/2016 HSD: 21/9/2016		1,730±0,007 RSD=0,186%	100,1
Pate (n=3);NSX: 18/7/2016 HSD:16/8/2016		0,436±0,002 RSD=0,397%	99,9
Chả lụa (n=3);NSX:16/6/2016 HSD: 14/8/2016		0,207±0,001 RSD=0,483%	100,2

4. KẾT LUẬN

Với các kết quả đã thu được như trên, có thể đi đến kết luận như sau:

- Đã tìm được các điều kiện thích hợp và nồng độ giới hạn của các chất cản trở để phân tích nitrit bằng phương pháp trắc quang – động học xúc tác.
- Với phương pháp này, có thể xác định nitrit trong các dung dịch có nồng độ trong khoảng 10 – 510 µg/L với độ chính xác và độ đúng khá tốt với RSD = 1,2 – 3,0% và Re = 1,6 – 3,2%.
- Đã xây dựng quy trình xác định nitrit trong các mẫu thực phẩm chế biến, kết quả cho thấy quy trình phân tích đạt độ đúng tốt Rev = 99,9 – 100,2%.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Lê Thị Ánh Nguyệt, (2012), *Nghiên cứu xác định nitrit và nitrat bằng phương pháp trắc quang - động học xúc tác*, Luận văn Thạc sĩ, Đại học Khoa học Huế.
- [2]. Ủy ban khoa học Nhà nước, (2009), *TCVN7991 – 2009 - Đồ hộp thịt và rau – Phương pháp xác định hàm lượng nitrit và nitrat*, Hà Nội.
- [3]. Zenovia Moldovan, (2012), “Spectrophotometric determination of nitrite by its catalytic”, *Bull. Chem. Soc. Ethiop.* 26(2).
- [4]. R. Michalski, I. Kurzyca, (2006) Determination of Nitrogen Species (Nitrate, Nitrite and Ammonia Ions) in Environmental Samples by Ion Chromatography, *Polish Journal of Environmental Studies*, Vol.15, No.1(2006), 5-18.
- [5]. M.J. Moorcroft, J. Davis, R.G. Compton, (2001), “Detection and determination of nitrate and nitrite: a review”, *M.J. Moorcroft et al./Talanta*, 54 (2001) 785–803.
- [6]. Greenberg A.E, Trusell R.R, Clesceri L.S, (1985), *Standard methods for the examination of water and wastewater*, 16th, Ed, APHA, USA, pp.233-243.
- [7]. Z. Moldovan (2012), “Spectrophotometric determination of nitrite by its catalytic effect on the oxidation of congo red with bromate”, *Analytical Chemistry*, University of Bucharest, Vol. 26(2), pp. 159 – 169 .
- [8]. <http://docx.vn/tai-lieu/28480/Nitrates-Nitrits-trong-thuc-pham.tailieu>
- [9]. <http://www.scribd.com/doc/55348868/Nitrat-Nitrit-daihoc-com-Vn>

STUDY ON THE ESTABLISHMENT OF PROCEDURE FOR DETERMINATING NITRITE CONTENTS IN FOOD BY KINETIC CATALYTIC SPECTROPHOTOMETRIC METHOD

Nguyen Van Ly*, Kha Thi Phuong Thao

Department of Chemistry, Hue University College of Sciences

* Email: nguyenvanly1955@gmail.com

ABSTRACT

In this article, we studied the catalytic effect of nitrite to oxidation reaction rate of Congo Red (CR) by bromate in strongly acidic solution. The reaction rate was monitored spectrophotometrically by measuring the decrease in absorbance of Congo Red (CR) at 570 nm. The effects of important parameters such as reaction time, concentration of

reagents, and foreign ions on the reaction rate were also investigated. As the result, the proposed method can determine nitrite concentration in the range of 10 - 510 $\mu\text{g/L}$ with correlation coefficient of 0,9998 and detection limit of 6,7 $\mu\text{g/L}$. The relative standard deviation of the determination is 2,3% ($n=3$). A procedure of analysis established and applied to determine of nitrite content in some food samples (like sausage, pate and pork bologna) that currently selling in Hue city's Big C supermarket. In the conclusions, the results indicated that the procedure has a good recovery

Keywords: *bromate determination, kinetic- catalytic-nitrite, red congo, spectrophotometric*