

PHÂN TÍCH VÀ ĐÁNH GIÁ HÀM LƯỢNG NITRAT, NITRIT TRONG MỘT SỐ THỰC PHẨM CHẾ BIẾN LƯU HÀNH Ở THÀNH PHỐ HUẾ

Lê Thị Kim Tiến¹, Nguyễn Văn Ly²

¹*Trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế*

²*Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế*

Tóm tắt. Xúc xích, Lạp xưởng, thịt xông khói... là các loại thực phẩm chế biến được người dân tiêu thụ với số lượng lớn. Vì vậy, việc phân tích hàm lượng nitrat, nitrit có trong các loại thực phẩm đó trở nên vô cùng quan trọng. Kết quả phân tích bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử UV- VIS cho thấy hàm lượng nitrat, nitrat trong ba loại thực phẩm chế biến nói trên nằm trong giới hạn cho phép theo Quyết định số 867/1998/QĐ-BYT của Bộ Y tế.

1. Mở đầu

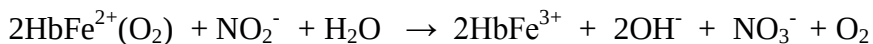
Thực phẩm là nhu cầu thiết yếu của con người. Nó cung cấp năng lượng, chất dinh dưỡng cho con người lao động, phát triển và duy trì sự sống. Tuy nhiên nếu chúng ta sử dụng thực phẩm không đảm bảo vệ sinh an toàn thì sẽ dẫn đến sự ngộ độc, tác hại không tốt cho sức khỏe. Một trong những nguyên nhân gây nên ngộ độc đó là sử dụng các hóa chất trong việc chế biến, bảo quản không đúng quy định và liều lượng vượt quá tiêu chuẩn cho phép [6].

Xã hội ngày càng văn minh, tiến bộ thì con người càng phải đối đầu nhiều hơn với hiểm họa hóa chất được sử dụng trong thực phẩm. Do đó, ngày nay vấn đề hóa chất trong thực phẩm vẫn đang là mối lo ngại của tất cả chúng ta. Trong số các hóa chất mà người ta dùng để bảo quản thực phẩm thì muối nitrat và muối nitrit được sử dụng phổ biến. Trên thị trường bốn loại muối thường được sử dụng đó là: natri nitrat, natri nitrit, kali nitrat và kali nitrit [7]. Đây là bốn loại muối được xếp vào nhóm chất bảo quản có chức năng ổn định màu, được dùng trong phomat, các loại thịt, nước giải khát, thủy sản chế biến. Các muối này có hai công dụng: tạo màu cho cá và thịt, đồng thời ngăn chặn sự phát triển của một loại vi khuẩn gây ngộ độc thịt.

Với công dụng như vậy, người sản xuất không ngần ngại đưa các muối này vào thực phẩm. Nhưng một số ít họ không hề biết rõ tác hại của những loại muối này nếu hàm lượng vượt quá tiêu chuẩn cho phép.

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 hóa sinh ra NO_2^- [8]. Nitrit sinh ra 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 hóa 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 và dễ bị đe dọa đến cuộc sống đặc biệt là trẻ dưới 6 tháng tuổi. Ngoài ra, NO_2^- trong cơ thể dễ tác dụng với các amin tạo thành nitrosamine- một hợp chất tiền ung thư [8]. Do tác hại của NO_3^- , NO_2^- đến con người như vậy nên việc xác định hàm lượng nitrat, nitrit trong các loại thực phẩm là rất cần thiết nhằm đảm bảo sự an toàn cho người tiêu dùng.

Thành phố Huế là nơi tập trung dân cư đông đúc của tỉnh Thừa Thiên Huế. Nơi đây lượng thực phẩm chế biến được nhập vào và tiêu thụ với lượng lớn, nên việc kiểm tra chất lượng vệ sinh an toàn thực phẩm càng trở nên quan trọng.

Trong bài báo này chúng tôi trình bày kết quả phân tích hàm lượng nitrat, nitrit trong một số thực phẩm chế biến lưu hành ở thành phố Huế bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử UV- VIS trên cơ sở phản ứng tạo hợp chất màu azo của nitrit với axit sunfanilic và α -naphtylamin.

2. Nguyên liệu và phương pháp thực nghiệm

2.1. Thiết bị, dụng cụ, hóa chất

2.1.1. Thiết bị, dụng cụ

Máy trắc quang UV-VIS: T80+ UV/VIS Spectrometer, Mỹ sản xuất.; Máy đo pH: 330 i/SET, Đức sản xuất; Cân phân tích, máy rung siêu âm; Máy nước cất hai lần: Fistreem Cyclon, Anh sản xuất; Các dụng cụ thủy tinh: bình định mức, cốc mỏ, pipet, buret, đĩa thủy tinh,... bình tia, bóp cao su,...

2.1.2. Hóa chất

Hầu hết các hóa chất có xuất xứ Trung Quốc bao gồm: SA, NA, HCl, EDTA, NH_4Cl , $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, Cd, KNO_3 , KNO_2 . *Dung dịch gốc KNO_3 1,0 g/L* được pha bằng cách: Hòa tan 0,50 g KNO_3 trong nước, bảo quản với 1 mL chloroform, định mức thành 500 mL. *Dung dịch trung gian KNO_3 0,1 g/L* : Pha loãng 10,0 mL dung dịch gốc thành 100 mL bằng nước cất. *Dung dịch làm việc KNO_3 10 mg/L* : Pha loãng 10,0 mL dung dịch trung gian thành 100 mL bằng nước cất. *Dung dịch gốc KNO_2 1,0 g/L* : Hòa tan 0,50 g KNO_2 trong nước, bảo quản với 1 mL chloroform, định mức thành 500 mL. *Dung dịch trung gian KNO_2 0,1 g/L* : Pha loãng 10,0 mL dung dịch gốc thành 100 mL bằng nước cất.

2.2. Lấy mẫu và xử lý mẫu

Ở đây, các đối tượng nghiên cứu: Xúc xích, Lạp xưởng, thịt xông khói, đều có thương hiệu nên có thể lấy bất kỳ ở địa điểm nào làm mẫu đại diện. Các mẫu thực phẩm được chúng tôi lấy tại siêu thị Big C; từ tháng 4 đến tháng 7 năm 2012, tần suất 3 loại mẫu / 1 tháng theo định kỳ sản xuất của hãng chế biến các loại mẫu trên. Các mẫu sau khi lấy về được bảo quản theo các điều kiện ghi trên bao bì.

Trước khi tiến hành xác định hàm lượng nitrat, nitrit, các mẫu thực phẩm chế biến được xay nhỏ và xử lý theo phương pháp ngâm chiết [3], [4], [5].

2.3. Phương pháp phân tích

Trong đề tài này, để phân tích hàm lượng nitrat, nitrit trong thực phẩm chế biến, chúng tôi chọn phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử UV- Vis trên cơ sở phản ứng tạo hợp chất màu azo của nitrit với axit sunfanilic và α -naphthylamin [1], [2].

2.4. Phương pháp đánh giá kết quả phân tích

Các kết quả phân tích có độ tin cậy được đánh giá thông qua các đại lượng như RSD%, RSD_H , nếu $RSD\% \leq 0,5$ RSD_H thì phương pháp có độ lặp lại tốt, độ tin cậy cao [3]. Ngoài ra kết quả được đánh giá dựa vào Quyết định số 867/1998/QĐ-BYT của Bộ Y tế [8].

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Khảo sát các điều kiện thích hợp và xây dựng qui trình phân tích

Độ hấp thụ quang của hợp chất màu azo phụ thuộc vào các yếu tố: bước sóng, thời gian ổn định màu, môi trường pH, tỷ lệ nồng độ SA/NA. Sau đây là các điều kiện thích hợp đã được khảo sát để xác định nitrat, nitrit.

Thời gian ổn định màu: từ 15-30 phút Môi trường: pH $\approx$ 2

Tỷ lệ nồng độ SA/NA: $C_{SA/NA} = 1$ với $C_{SA} = C_{NA} = 2,5.10^{-4}$ M.

Để khử từ nitrat qua nitrit, chúng tôi đã tiến hành khảo sát hai phương pháp: Khử bằng hỗn hợp dung dịch $CdSO_4$ - Huyền phù Zn và khử bằng cột khử Cd-Cu [3],[4]. Kết quả khảo sát cho thấy phương pháp khử bằng cột khử Cd-Cu cho hiệu suất khử tốt hơn với các điều kiện khử được chọn như sau:

Môi trường khử: pH $\approx$ 8,5 sử dụng hỗn hợp NH_4Cl – EDTA

Tốc độ chảy qua cột: 6 mL/phút

Từ các kết quả đã khảo sát ở trên chúng tôi xây dựng đường chuẩn xác định nitrat, nitrit, qua đó có thể xác định được giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của phương pháp.

Kết quả đánh giá sự mất mát của nitrit qua quá trình xử lý mẫu không đáng kể.

Trên cơ sở các điều kiện thích hợp và phương pháp đã khảo sát, chúng tôi đã xây dựng được qui trình phân tích hàm lượng nitrat, nitrit trong thực phẩm chế biến như sau:

Mẫu thực phẩm được xay nhỏ, cân 30g mẫu thêm 100 mL nước cất nóng, 8mL natri borat bão hòa, 0,5g than hoạt tính; ngâm chiết ở 60-70°C khoảng 15 phút; để nguội đến nhiệt độ phòng; thêm 5mL $K_4[Fe(CN)_6]$ 0,4 M; 5mL $Zn(CH_3COO)_2$ 10%, 8mL natri borat bão hòa; mỗi lần thêm hóa chất cần để yên 20-30 phút. Sau đó định mức đến 250mL, để lắng 30 phút. Lọc lấy dịch lọc.

+ Xác định nitrit: Lấy 10 mL dung dịch mẫu (V_1) thêm chuẩn bằng KNO_2 10 mg/L^(*), 0,2mL HCl 0,16M, 1mL EDTA 0,013M, 5mL SA 0,0025M, 0,5mL NA 0,025M; định mức đến 50 mL (V_2); sau 15 phút đo quang. Hàm lượng nitrit được tính theo công thức:

$$m_{\text{kali nitrit}} = \frac{a}{b} \cdot \frac{V_2}{V_1} \cdot \frac{V_0}{1000} \cdot \frac{1000}{m_{\text{mẫu}}} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right)$$

+ Xác định tổng hàm lượng nitrat, nitrit: Lấy 10 mL dung dịch mẫu (V_3) thêm chuẩn bằng KNO_3 10 mg/L; 2mL hỗn hợp EDTA – NH_4Cl , nước cất, để được thể tích sau khi qua cột là 20 mL (V_4). Lấy 10mL (V_5) dung dịch sau khi qua cột thêm vào 0,2mL HCl 0,16 M, 5mL SA 0,0025M, 0,5 mL NA 0,025M; định mức thành 50mL (V_6), sau 15 phút đo quang.

Hàm lượng tổng nitrat, nitrit được tính theo công thức:

$$m_{\text{kali nitrat+nitrit}} = \frac{a}{b} \cdot \frac{V_6}{V_5} \cdot \frac{V_4}{V_3} \cdot \frac{V_0}{1000} \cdot \frac{1000}{m_{\text{mẫu}}} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right)$$

Hàm lượng nitrat:

$$m_{\text{kali nitrat}} = m_{\text{kali nitrat+nitrit}} - m_{\text{kali nitrit}} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right)$$

Trong đó: a là hệ số chặn và b là hệ số góc trong phương trình đường thêm chuẩn xác định nitrat, nitrit.

3.2. Kết quả phân tích hàm lượng nitrat, nitrit trên các mẫu thực phẩm chế biến

Bảng 3.1. Kết quả phân tích trên mẫu Xúc xích bò Vissan

Đợt lấy mẫu	Ngày lấy mẫu 05/06/2012	Ngày lấy mẫu 21/06/2012	Ngày lấy mẫu 10/07/2012
Hàm lượng (mg/kg)	(NSX 09/05/12 HSD 09/08/12)	(NSX 05/06/12 HSD 05/09/12)	(NSX 26/06/12 HSD 26/09/12)
Kali nitrit	3,784 ± 0,006 (n=3)	1,30 ± 0,012 (n=3)	2,275 ± 0,007 (n=3)

	RSD = 0,159 0,5.RSD _H = 0,81	RSD = 0,923 0,5.RSD _H = 0,96	RSD = 0,308 0,5.RSD _H = 0,883
Kali nitrat	19,686 ± 0,033 (n=3)	22,39 ± 0,12 (n=3)	20,125 ± 0,095 (n=3)
	RSD = 0,17 0,5.RSD _H = 0,64	RSD = 0,507 0,5.RSD _H = 0,621	RSD = 0,473 0,5.RSD _H = 0,621
Độ ẩm	65,5 ± 0,1 %	61,73 ± 0,01 %	64,21 ± 0,01 %

Nhận xét: Bảng 3.1. cho thấy, hàm lượng trung bình của kali nitrat, nitrit qua 3 đợt lấy mẫu, trong Xúc xích bò Vissan tuy có sai khác nhau nhưng vẫn ở dưới ngưỡng cho phép của Bộ Y tế (125 mg KNO₂/kg; 250 mg KNO₃/kg) [8].

Bảng 3.2. Kết quả phân tích trên mẫu lập xưởng Vissan

Đợt lấy mẫu	Ngày lấy mẫu 05/06/2012	Ngày lấy mẫu 21/06/2012	Ngày lấy mẫu 10/07/2012
Hàm lượng (mg/kg)	(NSX 26/04/12 HSD 26/11/12)	(NSX 16/05/12 HSD 16/12/12)	(NSX 02/06/12 HSD 02/01/13)
Kali nitrit	19,247 ± 0,072 (n=3) RSD = 0,374 0,5.RSD _H = 0,641	10,853 ± 0,106 (n=3) RSD = 0,977 0,5.RSD _H = 1,518	17,008 ± 0,048 (n=3) RSD = 0,282 0,5.RSD _H = 0,653a
Kali nitrat	148,71 ± 0,672 (n=3) RSD = 0,452 0,5.RSD = 0,471	67,767 ± 0,336 (n=3) RSD = 0,496 0,5.RSD _H = 0,530	100,382 ± 0,413 (n=3) RSD = 0,411 0,5.RSD _H = 0,500
Độ ẩm	14,39 ± 0,01 %	10,18 ± 0,01 %	12,23 ± 0,00 %

Nhận xét: Bảng 3.2. cho thấy, hàm lượng kali nitrat, nitrit trung bình qua 3 lần lấy mẫu trong lập xưởng Vissan có sai khác nhau và cao hơn trong xúc xích nhưng vẫn ở dưới ngưỡng cho phép của Bộ Y tế (125 mg KNO₂/kg; 250 mg KNO₃/kg).

Bảng 3.3. Kết quả phân tích trên mẫu thịt ba rọi xông khói Le Gourmet

Đợt lấy mẫu	Ngày lấy mẫu 25/06/2012	Ngày lấy mẫu 10/07/2012	Ngày lấy mẫu 20/07/2012
Hàm lượng (mg/kg)	(NSX 19/06/12 HSD 28/07/12)	(NSX 29/06/12 HSD 07/08/12)	(NSX 08/07/12 HSD 16/08/12)
Kali nitrit	1,834 ± 0,012 (n=3) RSD = 0,654	2,315 ± 0,006 (n=3) RSD = 0,259	2,853 ± 0,006 (n=3) RSD = 0,210

	0,5.RSD _H =0,913	0,5.RSD _H =0,881	0,5.RSD _H = 0,854
Kali nitrat	21,986 ± 0,123 (n=3) RSD= 0,558	22,415 ± 0,102 (n=3) RSD = 0,453	21,297 ± 0,061 (n=3) RSD = 0,286
	0,5.RSD _H =0,628	0,5.RSD _H =0,626	0,5.RSD _H = 0,631
Độ ẩm	55,06 + 0,01%	42,04 + 0,00%	42,04 + 0,00%

Nhận xét: Bảng 3.3. cho thấy, hàm lượng trung bình của kali nitrat, nitrit trong thịt ba rọi xông khói Le Gourmet qua 3 lần lấy mẫu có sai khác nhau nhưng vẫn ở dưới ngưỡng cho phép của Bộ Y tế (125 mgKNO₂/kg; 250 mgKNO₃/kg).

4. Kết luận

Đã nghiên cứu tìm ra các điều kiện thích hợp cho phương pháp và xây dựng quy trình phân tích để xác định hàm lượng nitrat, nitrit bằng phương pháp trắc quang. Kết quả cho thấy phương pháp có độ tin cậy tốt, có thể áp dụng cho việc xác định hàm lượng nitrat, nitrit trong các mẫu thực phẩm chế biến.

Đã áp dụng phương pháp để xác định được hàm lượng nitrat, nitrit trong ba loại mẫu thực phẩm chế biến: xúc xích, Lạp xưởng, thịt xông khói lưu hành tại Huế trong thời gian từ tháng 4 đến tháng 7/2012. Kết quả cho thấy, các thực phẩm được phân tích tuy có hàm lượng nitrat, nitrit khác nhau đáng kể nhưng vẫn nằm trong giới hạn cho phép của Bộ Y tế quy định.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Bộ Y tế, *Danh mục tiêu chuẩn vệ sinh đối với lương thực, thực phẩm*, Quyết định số 867/1998/QĐ-BYT, 1998.
- [2]. Tiêu chuẩn Việt Nam 6839, *Sữa bột- xác định hàm lượng nitrat và nitrit- phương pháp khử bằng cadimi và đo phổ*, Bộ Khoa học công nghệ và môi trường, Hà Nội, 2001.
- [3]. Miller J. C. and Miller J. N., *Statistics for analytical chemistry*, Ellis Horwood Limited, Great Britain, 1988.
- [4]. R. Michalski, I. Kurzyca, *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]. Man- fung, Samuel, *Briefing session on analysis of nitrate/nitrite and propionic acid in food*, Government laboratory HKSARG, 2008.
- [6]. <http://docx.vn/tai-lieu/28480/Nitrates---Nitrits-trong-thuc-pham.tailieu>
- [7]. <http://community.h2vn.com/index.php?topic=13831.0>
- [8]. <http://www.scribd.com/doc/55348868/Nitrat-Nitrit-daihoc-com-Vn>

**AN ANALYSIS AND EVALUATION FOR NITRATE, NITRITE CONTENTS IN
SOME KINDS OF PROCESSED FOOD CIRCULATED IN HUE CITY**

Le Thi Kim Tien¹, Nguyen Van Ly²

¹College of Education, Hue University

²College of Sciences, Hue University

Abstract. Sausage, Chinese sausage, Smoked bacon... are kinds of processed food consumed in large quantity. As a result, the analysis of nitrate, nitrite contents in those kinds of food becomes crucial. The results of the analysis by Ultraviolet Visible Spectrometry show that the nitrate and nitrite contents in three aforementioned types of food are in the permitted limits according to the decision number 867/1998/QĐ-BYT of Ministry of Medicine.