

BỘ NÔNG NGHIỆP VÀ PHÁT TRIỂN NÔNG THÔN
TRƯỜNG CAO ĐẲNG LƯƠNG THỰC – THỰC PHẨM

GIÁO TRÌNH

**MÔ ĐUN: KIỂM NGHIỆM CHẤT LƯỢNG BIA, RƯỢU,
NƯỚC GIẢI KHÁT**

NGHỀ: KIỂM NGHIỆM CHẤT LƯỢNG LƯƠNG THỰC, THỰC PHẨM
TRÌNH ĐỘ: CAO ĐẲNG

*(Ban hành theo Quyết định số 761/QĐ-TCĐLTTP-ĐT ngày 17 tháng 8 năm
2017 của Hiệu trưởng trường Cao đẳng Lương thực – Thực phẩm)*

Đà Nẵng, năm 2017

TUYÊN BỐ BẢN QUYỀN

Tài liệu này thuộc loại sách giáo trình nên các nguồn thông tin có thể được phép dùng nguyên bản hoặc trích dùng cho các mục đích về đào tạo và tham khảo.

Mọi mục đích khác mang tính lệch lạc hoặc sử dụng với mục đích kinh doanh thiếu lành mạnh sẽ bị nghiêm cấm.

LỜI GIỚI THIỆU

Hiện nay, ngành công nghiệp sản xuất đồ uống ở nước ta đang phát triển với tốc độ nhanh. Xã hội càng phát triển, nhu cầu của con người đòi hỏi chất lượng các sản phẩm đồ uống như bia, rượu, nước giải khát ngày càng cao. Để đáp ứng yêu cầu này, ngành công nghiệp sản xuất đồ uống cần phải chú trọng đến công tác phân tích chỉ tiêu chất lượng.

Công tác phân tích chỉ tiêu chất lượng đặc trưng của bia, rượu, nước giải khát là những biện pháp về mặt khoa học kỹ thuật để nhằm xác định một số chỉ tiêu chất lượng đặc trưng của bia, rượu, nước giải khát. Thông qua các phương pháp kiểm tra, xác định phẩm chất dựa vào các chỉ tiêu đã được ban hành, và một số tiêu chuẩn theo yêu cầu trong hợp đồng kinh tế. Kiểm nghiệm là rất cần thiết để xác định chất lượng của các sản phẩm bia, rượu, nước giải khát đảm bảo nâng cao chất lượng sản phẩm và an toàn cho người tiêu dùng.

Nội dung giáo trình này được biên soạn trên cơ sở giáo trình, bài giảng dùng giảng dạy cho học sinh, sinh viên trình độ cao đẳng và trung cấp thuộc chuyên ngành kiểm tra chất lượng lương thực, thực phẩm; chế biến và bảo quản lương thực, thực phẩm; kết hợp với những kinh nghiệm có được trong đào tạo và kết quả nghiên cứu thực nghiệm, đồng thời cập nhật những tiến bộ của khoa học kỹ thuật qua nghiên cứu tài liệu và trải nghiệm thực tế về kiểm nghiệm chất lượng lương thực thực phẩm.

Giáo trình mô-đun “Kiểm nghiệm chất lượng bia, rượu, nước giải khát” được phân bổ thời gian giảng dạy là 76 giờ, gồm có 10 bài. Đây là một trong những mô-đun chuyên môn của nghề Kiểm nghiệm chất lượng lương thực thực phẩm.

Để hoàn thiện giáo trình này tôi đã nhận được sự chỉ đạo, hướng dẫn của khoa và tổ bộ môn, ý kiến đóng góp của các thầy cô chuyên môn, Hội đồng khoa học và Đào tạo Trường Cao đẳng Lương thực - Thực phẩm. Tôi xin được gửi lời cảm ơn đến tất cả các đơn vị, cá nhân đã tạo điều kiện thuận lợi để hoàn thành giáo trình này.

Trong quá trình biên soạn chắc chắn không tránh khỏi những sai sót, tôi mong nhận được nhiều ý kiến đóng góp của các đơn vị, chuyên gia và các đồng nghiệp để giáo trình hoàn thiện hơn.

Xin chân thành cảm ơn!

Đà Nẵng, ngày 17 tháng 8 năm 2017

Tham gia biên soạn:

1. Chủ biên: Ngô Thị Song
2. Trần Thị Thanh Mẫn

MỤC LỤC

NỘI DUNG TRANG

LỜI GIỚI THIỆU	1
BÀI 1: LẤY MẪU VÀ GIỚI THIỆU VỀ CÁC CHỈ TIÊU CHẤT LƯỢNG CỦA BIA, RƯỢU, NƯỚC GIẢI KHÁT	4
1. Lấy mẫu bia, rượu, nước giải khát:	4
1.1. Phương pháp lấy mẫu bia, rượu, nước giải khát:.....	4
1.2. Dụng cụ lấy mẫu	11
1.3. Bảo quản mẫu	12
2. Các chỉ tiêu chất lượng của bia, rượu, nước giải khát.....	12
2.1. Chỉ tiêu chất lượng của bia.....	12
2.2. Chỉ tiêu chất lượng của rượu	13
2.3. Chỉ tiêu chất lượng của nước giải khát.....	14
3. Bài tập về cách lấy mẫu bia, rượu, nước giải khát	15
BÀI 2: ĐÁNH GIÁ CHẤT LƯỢNG CẢM QUAN BIA, RƯỢU, NƯỚC GIẢI KHÁT.....	17
1. Đánh giá chất lượng cảm quan bia	17
1.1. Chuẩn bị đánh giá cảm quan bia	17
1.2. Xác định các chỉ tiêu cảm quan bia.....	18
1.3. Kết quả đánh giá	20
2. Đánh giá chất lượng cảm quan rượu	23
2.1. Chuẩn bị đánh giá cảm quan rượu	23
2.2. Xác định các chỉ tiêu cảm quan rượu.....	24
2.3. Kết quả đánh giá	25
3. Đánh giá chất lượng cảm quan nước giải khát.....	28
3.1. Chuẩn bị đánh giá cảm quan nước giải khát.....	28
3.2. Xác định các chỉ tiêu cảm quan nước giải khát	29
3.3. Kết quả đánh giá	30
4. Thực hành đánh giá chất lượng cảm quan bia, rượu, nước giải khát	32
BÀI 3: XÁC ĐỊNH ĐỘ CHUA, ĐỘ RƯỢU (ĐỘ CỒN), ĐỘ MÀU.....	42
1. Xác định độ chua.....	42
2. Xác định độ rượu.....	43
3. Xác định độ màu	44
4. Thực hành xác định độ chua, độ rượu, độ màu sản phẩm bia, rượu, nước giải khát	46
BÀI 4: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CO ₂	51
1. Khái niệm về hàm lượng CO ₂	51

2. Nguyên tắc xác định hàm lượng CO ₂	51
3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng CO ₂	51
4. Thực hành xác định hàm lượng CO ₂ của hàm lượng CO ₂	60
BÀI 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ESTER.....	63
1. Khái niệm về hàm lượng ester	63
2. Nguyên tắc xác định hàm lượng ester	63
3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng ester.....	63
4. Thực hành xác định hàm lượng ester	73
BÀI 6: XÁC ĐỊNH ĐỘ ĐẮNG CỦA BIA.....	76
1. Khái niệm về độ đắng của bia.....	76
2. Nguyên tắc xác định độ đắng của bia.....	76
3. Quy trình thực hiện xác định độ đắng của bia	76
4. Thực hành xác định độ đắng của bia.....	85
BÀI 7: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG DIACETYL	87
1. Khái niệm về hàm lượng diacetyl	87
2. Nguyên tắc xác định hàm lượng diacetyl	87
3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng diacetyl.....	87
4. Thực hành xác định hàm lượng diacetyl của mẫu bia.....	101
BÀI 8: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ALDEHYDE.....	103
1. Khái niệm về hàm lượng aldehyde.....	103
2. Nguyên tắc xác định hàm lượng aldehyde.....	103
3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng aldehyde.....	103
4. Thực hành xác định hàm lượng aldehyde của mẫu bia, rượu.....	116
BÀI 9: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG METHANOL.....	118
1. Khái niệm về hàm lượng methanol	118
2. Nguyên tắc xác định hàm lượng methanol	118
3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng methanol.....	118
4. Thực hành xác định hàm lượng methanol của mẫu bia, rượu.....	131
BÀI 10: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG RƯỢU BẬC CAO	134
1. Khái niệm về hàm lượng rượu bậc cao.....	134
2. Nguyên tắc xác định hàm lượng rượu bậc cao.....	134
3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng rượu bậc cao	134
4. Thực hành xác định hàm lượng rượu bậc cao của mẫu bia, rượu.....	143
HƯỚNG DẪN GIẢNG DẠY MÔ ĐUN.....	145

GIÁO TRÌNH MÔ ĐUN KIỂM NGHIỆM CHẤT LƯỢNG BIA, RƯỢU, NƯỚC GIẢI KHÁT

Mã mô-đun: 100109

BÀI 1: LẤY MẪU VÀ GIỚI THIỆU VỀ CÁC CHỈ TIÊU CHẤT LƯỢNG CỦA BIA, RƯỢU, NƯỚC GIẢI KHÁT

Mục tiêu:

- Trình bày được cách lấy mẫu của bia, rượu, nước giải khát cho các trường hợp cụ thể;
- Nêu được các chỉ tiêu chất lượng của bia, rượu, nước giải khát;
- Lựa chọn được dụng cụ lấy mẫu bia, rượu, nước giải khát cho các trường hợp cụ thể;
- Thực hiện bài tập về lấy mẫu trong trường hợp;
- Nghiêm túc, sẵn sàng hợp tác với đồng nghiệp.

1. Lấy mẫu bia, rượu, nước giải khát:

1.1. Phương pháp lấy mẫu bia, rượu, nước giải khát:

1.1.1. Lấy mẫu bia



Hình 1.1. Các loại bia

a. Một số khái niệm chung trong việc lấy mẫu bia

- Lô hàng: Bia được giao nhận theo từng lô hàng. Khi kiểm tra nghiệm thu chất lượng sản phẩm, lô hàng là lượng bia có cùng tên gọi, đựng trong cùng một loại bao bì (chai, hộp) hoặc bao gói vận chuyển (thùng bốt), có cùng một ngày chiết rót, được xác nhận trong cùng một phiếu chất lượng.

- Khi vận chuyển bia trong xitec thì mỗi xitec được xem là một lô bia.
- Cỡ mẫu lấy ra từ lô bia phụ thuộc vào bao bì chứa đựng chúng (chai, lon).

b. Thông tin lô hàng:

Mỗi lô bia phải được gửi kèm theo một giấy xuất xưởng, trong đó ghi các mục sau:

- Tên gọi của phiếu;

- Cơ sở sản xuất và cơ sở xuất khẩu;
- Cơ sở gửi hàng;
- Cơ sở tiêu thụ (cơ sở nhập khẩu) địa chỉ, tên nước;
- Giấy chứng nhận có liên quan đến việc chuyển (cảng, ga, tàu hỏa, trạm kiểm soát, nơi gửi đến);
- Số hiệu hợp đồng, số hiệu đơn đặt hàng;
- Số lượng và loại hàng vận chuyển;
- Mô tả hàng (loại bia);
- Khối lượng cả bì (khối lượng tịnh);
- Số lượng được giao (số lượng chai trong bao gói vận chuyển, số lượng két trong lô).

c. Phương pháp lấy mẫu bia

- Lấy mẫu từ các thùng bốc

Từ lô bia đựng trong thùng bốc bằng phương pháp ngẫu nhiên lấy ra 3 thùng bốc. Từ các đơn vị mẫu lấy ra, lấy khoảng 5 lít. Lấy 2,5 lít dùng làm mẫu phân tích và 2,5 lít dùng làm mẫu lưu.

- Lấy mẫu từ xitec

Việc lấy mẫu được thực hiện bằng các van lấy mẫu của xitec, lấy khoảng 5 lít. Lấy 2,5 lít dùng làm mẫu phân tích và 2,5 lít dùng làm mẫu lưu.

- Lấy mẫu từ lô bia được chứa trong các chai lon

Từ lô bia cùng loại, lấy bất kỳ số chai (quy định ở bảng 1.1) ở các két bia khác nhau.

Mẫu này được lấy một nửa làm mẫu phân tích và một nửa làm mẫu lưu.

Bảng 1.1. Quy định cỡ mẫu bia phụ thuộc vào cỡ lô

<i>Cỡ lô (số chai, lon)</i>	<i>Cỡ mẫu (chai, lon)</i>
Đến 150	8
151 – 500	20
501 - 1.200	32
120 - 3.200	50
3201 - 10.000	80
10001 - 35.000	125
35001 - 150.000	200

d. Thông tin của nhãn

Lấy mẫu ra phải dán nhãn và ghi rõ thông tin:

- Tên gọi của bia
- Cơ sở sản xuất
- Cơ sở tiêu thụ
- Số lượng hàng
- Số lượng bia từ đó mẫu được lấy ra
- Số lượng mẫu
- Ngày tháng lấy mẫu
- Ký tên người lấy mẫu

e. Biên bản lấy mẫu bia

Biên bản lấy mẫu cần được soạn khi công việc lấy mẫu đã hoàn thành.

Biên bản lấy mẫu phải có đầy đủ các thông tin:

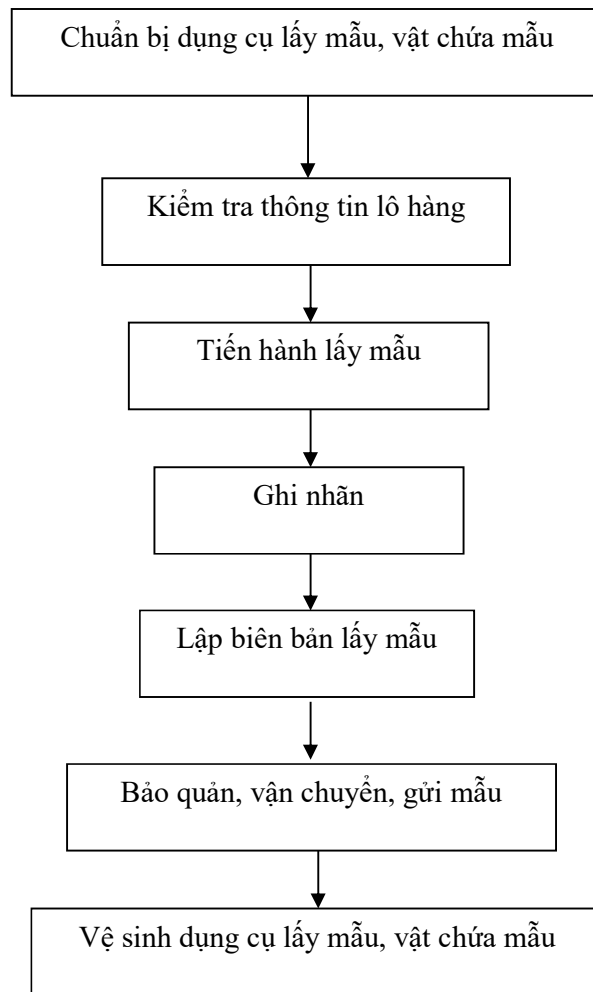
- Tên, họ, địa cơ quan người lấy mẫu
- Tên họ địa chỉ người có mẫu hàng
- Ngày giờ lấy mẫu
- Phương pháp lấy mẫu
- Lượng mẫu
- Số lượng lô hàng
- Tình trạng mẫu.
- Quy cách niêm phong mẫu
- Những lời chỉ dẫn cần thiết
- Chữ ký của hai bên hữu quan

f. Gửi mẫu

Trường hợp gửi mẫu trung bình đến nơi khác để phân tích thì mẫu phải được bao gói cẩn thận, kẹp chì hoặc niêm phong.

g. Quy trình lấy mẫu:

Quy trình lấy mẫu bia được mô tả ở hình 1.2.



Hình 1.2. Quy trình lấy mẫu bia

1.1.2. Lấy mẫu rượu



Hình 1.3. Các loại rượu

a. Khái niệm chung trong việc lấy mẫu rượu

Lô hàng: Một lượng rượu được sản xuất trong cùng một cơ sở sản xuất, được đóng trong cùng một loại bao bì, có cùng ký hiệu, được giao nhận trong cùng một thời gian.

b. Thông tin lô hàng:

Mỗi lô rượu phải được gửi kèm theo một giấy xuất xưởng, trong đó ghi các mục sau:

- Tên gọi của phiếu;
- Cơ sở sản xuất và cơ sở xuất khẩu;
- Cơ sở gửi hàng;
- Cơ sở tiêu thụ (cơ sở nhập khẩu) địa chỉ, tên nước;
- Giấy chứng nhận có liên quan đến việc chuyển (cảng, ga, tàu hỏa, trạm kiểm soát, nơi gửi đến);
- Số hiệu hợp đồng, số hiệu đơn đặt hàng;
- Số lượng và loại hàng vận chuyển;
- Mô tả hàng (loại rượu);
- Khối lượng cả bì (khối lượng tịnh);
- Số lượng được giao (số lượng chai trong bao gói vận chuyển, số lượng két trong lô).

c. Phương pháp lấy mẫu rượu

- Đối với rượu được tàng trữ trong các thùng:

+ Đối với thùng nhỏ: Chọn ngẫu nhiên 3 thùng. Lắc thùng thật mạnh rồi rót rượu ra. Lấy khoảng 2lít. Trộn đều rồi chia thành 2 phần bằng nhau, một phần để lưu mẫu, phần còn lại được dùng để phân tích. Dùng chai sạch, khô, nút kín để đựng mẫu.

+ Đối với thùng lớn: Dùng ống hút, hút rượu ở các vị trí khác nhau: trên, giữa, và sát đáy thùng rồi trộn đều với nhau. Nếu thùng có van lấy mẫu thì lấy ở các van lấy mẫu. Tổng lượng mẫu khoảng 2 lít. Trộn đều rồi chia thành 2 phần bằng nhau, một phần để lưu mẫu, phần còn lại được dùng để phân tích. Dùng chai sạch, khô, nút kín để đựng mẫu.

- Đối rượu đựng trong chai:

Từ một lô hàng lấy ra 15 chai rượu tại các vị trí khác nhau. Lắc đều tất cả 15 chai, từ mỗi chai lấy một lượng như nhau, sao cho có được lượng mẫu trung bình là 2 lít. Trộn đều rồi chia thành 2 phần bằng nhau, một phần để lưu mẫu, phần còn lại được dùng để phân tích. Dùng chai sạch, khô, nút kín để đựng mẫu.

d. Thông tin của nhãn

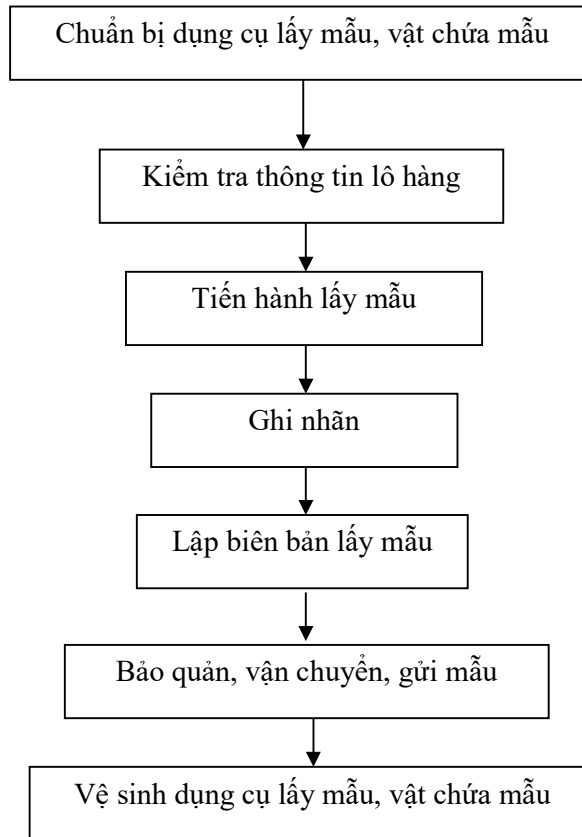
Lấy mẫu ra phải dán nhãn và ghi rõ:

- Tên cơ sở sản xuất
- Tên sản phẩm
- Ngày sản xuất
- Khối lượng lô
- Ký hiệu lô hàng

- Số hiệu giấy chứng nhận chất lượng
- Ngày tháng lấy mẫu
- Họ tên người lấy mẫu.

e. Quy trình lấy mẫu:

Quy trình lấy mẫu rượu như hình 1.4.



Hình 1.4. Quy trình lấy mẫu rượu

1.1.3. Lấy mẫu nước giải khát

a. Một số khái niệm chung trong việc lấy mẫu nước giải khát

- Lô hàng: Nước giải khát được giao nhận theo từng lô hàng.

Khi kiểm tra nghiệm thu chất lượng sản phẩm, lô hàng là lượng nước giải khát có cùng tên gọi, đựng trong cùng một loại bao bì (chai, hộp) hoặc bao gói vận chuyển (thùng béc), có cùng một ngày chiết rót, được xác nhận trong cùng một phiếu chất lượng.

- Cỡ mẫu lấy ra từ lô nước giải khát phụ thuộc vào bao bì chứa đựng chúng (chai, lon).



Hình 1.5. Các loại nước giải khát

b. Thông tin lô hàng:

Mỗi lô hàng nước giải khát phải được gửi kèm theo một giấy xuất xưởng, trong đó ghi các mục sau:

- Tên gọi của phiếu;
- Cơ sở sản xuất;
- Giấy chứng nhận có liên quan đến việc chuyên;
- Số hiệu hợp đồng, số hiệu đơn đặt hàng;
- Số lượng và loại hàng vận chuyên;
- Mô tả hàng (loại nước giải khát);
- Khối lượng cả bì (khối lượng tịnh);
- Số lượng được giao (số lượng chai trong bao gói vận chuyên, số lượng két trong lô).

c. Phương pháp lấy mẫu nước giải khát

Từ lô nước giải khát cùng loại, lấy bất kỳ số chai (quy định ở bảng 1.1) ở các két nước giải khát khác nhau.

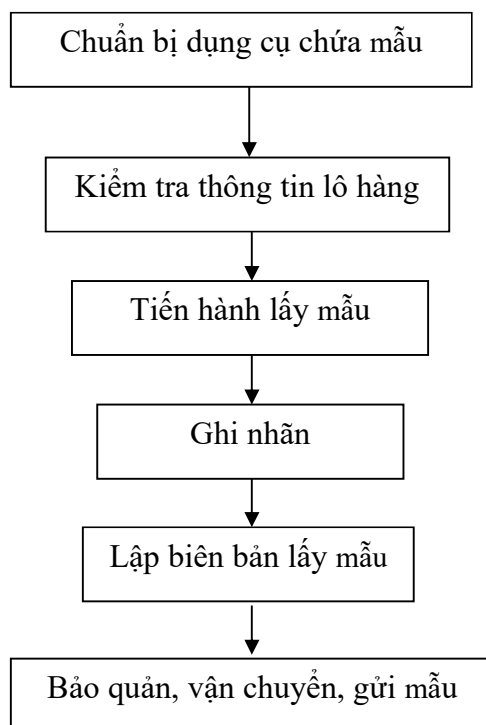
d. Thông tin của nhãn

Lấy mẫu ra phải dán nhãn và ghi rõ:

- Tên gọi của nước giải khát;
- Cơ sở sản xuất;
- Cơ sở tiêu thụ;
- Số lượng mẫu;
- Ngày tháng lấy mẫu;
- Ký tên người lấy mẫu.

e. Quy trình lấy mẫu:

Quy trình lấy mẫu nước giải khát như hình 1.6.



Hình 1.6. Quy trình lấy mẫu nước giải khát

1.2. Dụng cụ lấy mẫu

1.2.1. Dụng cụ lấy mẫu bia

<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
Chuẩn bị dụng cụ lấy mẫu, vật chứa mẫu	- Ống lấy mẫu (đối với thùng béc) - Bình, chai thủy tinh	Phù hợp với lô hàng. Sạch, khô trong tình trạng tốt. Vô trùng đối với chỉ tiêu vi sinh. Không làm ảnh hưởng đến kết quả phân tích tính chất vật lý và hoá học của mẫu.

1.2.2. Dụng cụ lấy mẫu rượu

<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
Chuẩn bị dụng cụ lấy mẫu, vật chứa mẫu	- Ống lấy mẫu (đối với thùng lớn) - Bình, chai thủy tinh	Phù hợp với lô hàng Sạch, khô trong tình trạng tốt. Vô trùng đối với chỉ tiêu vi sinh

<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		Không làm ảnh hưởng đến kết quả phân tích tính chất vật lý và hoá học của mẫu.

1.2.3. Dụng cụ lấy mẫu nước giải khát

<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
Chuẩn bị dụng cụ chứa mẫu	- Két chứa mẫu	Sạch, khô

1.3. Bảo quản mẫu

1.3.1. Đối với bia

- Bảo quản ở phòng lạnh (hoặc tủ lạnh). Mẫu được bảo quản ở nơi không có ánh sáng mặt trời chiếu trực tiếp, tránh di chuyển, lắc động mạnh và nhiệt độ 4-5⁰C, trong thời gian theo quy định cho từng loại bia.

- Bia không thanh trùng không quá 10 ngày.

- Bia thanh trùng không quá 60 ngày.

- Các mẫu đã lấy từ thùng bốc, xitec cần tiến hành phân tích ngay sau khi lấy mẫu. Có thể cho phép bảo quản mẫu trong buồng tối ở nhiệt độ từ 0⁰C đến +5⁰ C không quá 2 ngày đêm.

1.3.1. Đối với rượu

Bảo quản ở nơi không có ánh sáng mặt trời chiếu trực tiếp, tránh di chuyển, lắc động mạnh. Bảo quản ở 4-5⁰C.

1.3.1. Đối với nước giải khát

Bảo quản ở nơi không có ánh sáng mặt trời chiếu trực tiếp, tránh di chuyển, lắc động mạnh. Bảo quản ở 4-5⁰C.

2. Các chỉ tiêu chất lượng của bia, rượu, nước giải khát

2.1. Chỉ tiêu chất lượng của bia

2.1.1. Chỉ tiêu cảm quan

Bảng 1.2. Chỉ tiêu chất lượng cảm quan của bia (TCVN 7042 : 2002)

Số TT	Tên chỉ tiêu	Yêu cầu
1	Màu sắc	Đặc trưng của từng loại sản phẩm
2	Mùi	Đặc trưng của bia sản xuất từ hoa houblon và malt đại mạch, không có mùi lạ

3	Vị	Đặc trưng của bia sản xuất từ hoa houblon và malt đại mạch, không có vị lạ
4	Bọt	Bọt trắng, mịn
5	Trạng thái	Đặc trưng của từng loại sản phẩm

1.1.2. Chỉ tiêu lý hoá

Bảng 1.3. Chỉ tiêu chất lượng lý hóa của bia (TCVN 7042 : 2002)

Số TT	Tên chỉ tiêu	Giới hạn cho phép
1	Hàm lượng chất hoà tan tính theo % khối lượng ở 20°C	≥ 9,8
2	Hàm lượng cồn tính theo % thể tích ở 20°C	≥ 2,7
3	Hàm lượng CO ₂ (g/l)	≥ 2,5
4	Độ chua (số ml NaOH 0,1 N trung hoà 100 ml bia)	≤ 1,6
5	Hàm lượng diacetyl (mg/l)	≤ 0,2

1.1.3. Chỉ tiêu vi sinh

Bảng 1.4. Chỉ tiêu chất lượng vi sinh của bia (Theo quyết định số theo quyết định 46/2007/QĐ-BYT của Bộ Y tế ngày 19/12/2007)

Số TT	Tên chỉ tiêu	Giới hạn cho phép
1	Tổng số vi khuẩn hiếu khí	10
2	<i>E. Coli</i>	0
3	<i>Cl. perfringens</i>	0
4	<i>S. aureus</i>	0
5	<i>Streptococci faecal</i>	0
6	<i>P. aeruginosa</i>	0

2.2. Chỉ tiêu chất lượng của rượu

2.2.1. Chỉ tiêu cảm quan

Bảng 1.5. Chỉ tiêu chất lượng cảm quan của rượu vang (TCVN -7045: 2002)

Số TT	Tên chỉ tiêu	Yêu cầu
1	Màu sắc	Đặc trưng của từng loại rượu vang
2	Mùi	Thơm đặc trưng của nguyên liệu và sản phẩm lên men, không có mùi lạ
3	Vị	Chua chát, có hoặc không có vị ngọt, không có vị lạ
4	Trạng thái	Trong, không vẩn đục

2.2.2. Chỉ tiêu lý hoá

Bảng 1.6. Chỉ tiêu chất lượng lý hóa của rượu vang (TCVN-7045: 2002)

Số TT	Tên chỉ tiêu	Giới hạn cho phép
1	Hàm lượng chất hoà tan tính theo (g/l) ở 20 ⁰ C	30÷32
2	Hàm lượng cồn tính theo % thể tích ở 20 ⁰ C	16÷18
3	Độ chua tính theo acetic acid (g/l)	1,5
4	Tro (g/l)	2÷3
5	Monokali tatrát (g/l)	3,5÷7
6	Hàm lượng SO ₂ (mg/l)	≤ 350
7	Hàm lượng methanol trong 1l ethanol 100 ⁰ (g/l)	≤ 3

2.2.3. Chỉ tiêu vi sinh

Bảng 1.7. Chỉ tiêu chất lượng vi sinh của rượu vang (Theo quyết định số theo quyết định 46/2007/QĐ-BYT của Bộ Y tế ngày 19/12/2007)

Số TT	Tên chỉ tiêu	Giới hạn cho phép
1	Tổng số vi khuẩn hiếu khí/ml	≤ 100
2	<i>E. Coli</i>	0
3	<i>Cl. perfringens</i>	0
4	<i>S. aureus</i>	0
5	VSV gây đục	0
6	Nấm men , nấm mốc	0

2.3. Chỉ tiêu chất lượng của nước giải khát

2.3.1. Chỉ tiêu cảm quan:

Bảng 1.8. Chỉ tiêu chất lượng cảm quan của nước giải khát (TCVN 5042:1994)

Số TT	Tên chỉ tiêu	Yêu cầu
1	Màu sắc	Đặc trưng của từng loại nước giải khát
2	Mùi	Thơm đặc trưng của sản phẩm, không có mùi lạ
3	Vị	Vị đặc trưng của sản phẩm, không có vị lạ
4	Trạng thái	Trong, không vẩn đục

2.3.2. Chỉ tiêu lý hoá

Bảng 1.9. Chỉ tiêu chất lượng lý hóa của nước giải khát (TCVN 5042:1994)

Số TT	Tên chỉ tiêu	Giới hạn cho phép
1	Hàm lượng đường chung (g/l)	10,5
2	Hàm lượng CO ₂ (g/l)	≥ 2
3	Độ chua (tính theo citric acid g/l)	1,5

3.1.3. Chỉ tiêu vi sinh

Bảng 1.10. Chỉ tiêu chất lượng vi sinh của nước giải khát (Theo quyết định số theo quyết định 46/2007/QĐ-BYT của Bộ Y tế ngày 19/12/2007)

SỐ TT	Tên chỉ tiêu	Giới hạn cho phép (CFU/1g, ml sản phẩm)
1	Tổng số vi sinh vật hiếu khí	10 ²
2	<i>Coliforms</i>	10
3	<i>E.coli</i>	3
4	<i>Staphylococcus aureus</i>	0
5	<i>Clostridium perfringens</i>	0
6	Tổng số bào tử nấm men – nấm mốc	10
7	<i>Streptococcus faecal</i>	0
8	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	0

3. Bài tập về cách lấy mẫu bia, rượu, nước giải khát

3.1. Làm thế nào để phòng ngừa sự hư hỏng, biến đổi chất lượng của mẫu?

3.2. Hãy lập kế hoạch lấy mẫu lô nước giải khát trong lô hàng 1000 thùng, mỗi thùng có 24 lon.

TÓM TẮT TRÌNH TỰ THỰC HIỆN LẤY MẪU BIA, RƯỢU, NƯỚC GIẢI KHÁT

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
1	Lấy mẫu bia	<ul style="list-style-type: none"> - Dụng cụ lấy mẫu, vật chứa mẫu - Hồ sơ lô hàng - Biên bản lấy mẫu - Sổ lưu 	<p>Mẫu lấy có tính đại diện cho lô hàng</p> <p>Mẫu phải được bảo quản ở 4-5°C</p> <p>Mẫu lấy phải được niêm phong và lập biên bản lấy mẫu.</p> <p>Mẫu gửi phải đầy đủ các giấy tờ kèm theo phải còn nguyên dấu niêm phong</p>	Cẩn thận tránh mẫu rơi đựng chân gây tổn thương chân
2	Lấy mẫu rượu	<ul style="list-style-type: none"> - Dụng cụ lấy mẫu, vật chứa mẫu - Hồ sơ lô hàng - Biên bản lấy mẫu - Sổ lưu 	<p>Mẫu lấy có tính đại diện cho lô hàng.</p> <p>Mẫu lấy phải được niêm phong và lập biên bản lấy mẫu.</p> <p>Mẫu gửi phải đầy đủ các giấy tờ kèm theo phải còn nguyên dấu niêm phong</p>	Cẩn thận tránh mẫu rơi đựng chân gây tổn thương chân
3	Lấy mẫu nước giải khát	<ul style="list-style-type: none"> - Dụng cụ chứa mẫu - Hồ sơ lô hàng - Biên bản lấy mẫu - Sổ lưu 	<p>Mẫu lấy có tính đại diện cho lô hàng.</p> <p>Mẫu lấy phải được niêm phong và lập biên bản lấy mẫu.</p> <p>Mẫu gửi phải đầy đủ các giấy tờ kèm theo và phải còn nguyên dấu niêm phong</p>	Cẩn thận tránh mẫu rơi đựng chân gây tổn thương chân

BÀI 2: ĐÁNH GIÁ CHẤT LƯỢNG CẢM QUAN BIA, RƯỢU, NƯỚC GIẢI KHÁT

Mục tiêu:

- Trình bày được phương pháp đánh giá chất lượng cảm quan của bia, rượu, nước giải khát;
- Chuẩn bị mẫu, phòng đánh giá cảm quan, lựa chọn và sử dụng dụng cụ thành thạo để đánh giá chất lượng cảm quan của bia, rượu, nước giải khát;
- Thực hiện thành thạo các bước xác định các chỉ tiêu cảm quan của bia, rượu, nước giải khát theo đúng trình tự, chính xác;
- Phân tích được các nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục trong quá trình xác định các chỉ tiêu cảm quan;
- Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng kiểm nghiệm;
- Có tinh thần hợp tác với đồng nghiệp.

1. Đánh giá chất lượng cảm quan bia

1.1. Chuẩn bị đánh giá cảm quan bia

1.1.1. Chuẩn bị phòng đánh giá cảm quan bia

Phòng kiểm tra cảm quan phải rộng rãi, sáng sủa, mát mẻ, yên tĩnh, sạch sẽ, xa các phòng thí nghiệm và đèn ánh sáng. Phòng cần tránh ánh nắng trực tiếp của mặt trời và trong phòng không được có mùi lạ.

Nhiệt độ phòng phải đạt 20 – 25 °C và độ ẩm tương đối của không khí trong phòng khoảng 75 – 90 %. Đối với các cơ sở chưa có điều kiện khống chế nhiệt độ theo yêu cầu trên, cho phép đánh giá ở nhiệt độ phòng, nhưng nhiệt độ không cao quá 32 °C và phải ghi nhiệt độ phòng khi kiểm tra vào biên bản.

Trong phòng kiểm tra cảm quan chỉ được sắp xếp các loại dụng cụ, bàn ghế cần thiết đảm bảo cho người kiểm tra làm việc thuận tiện. Mặt bàn làm việc phải màu trắng. Tấm bọc mặt bàn có thể làm bằng nhựa, bìa hoặc các vật liệu khác nhau không được có mùi.

Bàn làm việc và ghế ngồi trong phòng phải sạch sẽ. Khi sử dụng ánh sáng nhân tạo phải đảm bảo như ánh sáng tự nhiên ban ngày. Tại mỗi bàn làm việc của người đánh giá phải đảm bảo cường độ chiếu sáng từ 400 – 900 lux. Chỗ ngồi của người kiểm tra phải bố trí sao cho không gây ảnh hưởng lẫn nhau.

Nón, mũ, khăn và các đồ dùng khác của người kiểm tra không cần thiết cho việc kiểm tra phải để ngoài phòng.

Vị trí làm việc của chủ tịch hội đồng được bố trí sao cho có thể quan sát rõ các thành viên của hội đồng.

Phòng chuẩn bị mẫu cần có các loại thiết bị, dụng cụ cần thiết cho việc chuẩn bị mẫu đem kiểm tra.

1.1.2. Chuẩn bị dụng cụ

Mỗi thành viên cần có:

- Một cái khui; Một ly thử độ bọt; Một ly thử mùi vị



Hình 2.1. Cốc thử độ bọt bia



Hình 2.2. Cốc thử mùi vị của bia



Hình 2.3. Khui bia

1.1.3. Chuẩn bị mẫu

Mẫu cảm quan gồm 12 chai nguyên chưa mở nắp hoặc 5 lít bia tươi chứa trong dung dịch kín, sạch không có mùi vị lạ, không ảnh hưởng đến chất lượng bia. Bảo quản mẫu nơi không có ánh sáng mặt trời chiếu trực tiếp. Tránh di chuyển, tác động mạnh. Thời gian chờ cảm quan phải phù hợp với thời gian bảo quản của từng loại bia. Nhiệt độ nơi bảo quản không được cao hơn 25⁰C. Đối với bia tươi bảo quản ở nhiệt độ tủ lạnh 5⁰C.

Mỗi ngày thử không quá 10 mẫu. Mỗi lần thử không quá 3 loại bia

Phân nhóm và xếp thứ tự theo nguyên tắc:

- Độ cồn tăng dần
- Chua ít đến chua nhiều
- Chất lượng tăng dần

Lau sạch bao bì các mẫu thử, chú ý chỗ nắp. Ghi mã số. Bảo quản các mẫu thử ở 12÷15⁰C, để yên lắng ít nhất 2 giờ trước khi cảm quan.

1.2. Xác định các chỉ tiêu cảm quan bia

Nếu mẫu thử trong chai: mỗi thành viên một chai

Nếu mẫu thử trong bình chung: cả hội đồng 1 bình

- Xác định độ trong, màu sắc, độ bọt

- + Xoay nhẹ chai để quan sát có cặn hoặc các vật thể lạ nhỏ.
- + Rót bia vào ly thử độ bọt. Khi rót, miệng chai cách miệng ly 3cm, nghiêng 45⁰. Rót đến lúc mặt bọt gần sát miệng ly thì dừng.
- + Quan sát độ trong, màu sắc, chiều dày, trạng thái bọt, thời gian bọt hết. Ghi nhận và cho điểm.
- *Xác định mùi, vị*
- + Rót bia vào ly thử mùi, vị. Rót đến phần ly có đường kính lớn nhất. Lắc nhẹ ly theo đường vòng tròn 1÷2 lần. Đưa nhẹ ly từ xa đến gần mũi. Ngửi, ghi nhận và cho điểm về mùi.
- + Nhấp từng ít một để sơ bộ nhận xét vị. Sau đó hớp một ngụm bia đưa về cuối lưỡi. Khoảng 10÷15 giây nhả bỏ. Ghi nhận và cho điểm. Cho phép nuốt một ít để nhận xét hậu vị.
- *Thanh vị*
- Dùng bánh mì lát và nước trắng không mùi để thanh vị.
- *Danh mục chỉ tiêu và hệ số quan trọng*

Bảng 2.1. Danh mục chỉ tiêu và hệ số quan trọng của bia (TCVN3215-79)

Số TT	Tên chỉ tiêu	Hệ số quan trọng	
		%	Trên 4
1	Độ bọt	20	0,8
2	Độ trong , màu sắc	10	0,4
3	Mùi	20	0,8
4	Vị	50	2

- *Bảng điểm*

Bảng 2.2. Bảng điểm chỉ tiêu chất lượng của bia (TCVN3215-79)

Tên chỉ tiêu	Điểm chưa có HSQT	Yêu cầu
Màu sắc, độ trong	5	Trong suốt, màu vàng rơm đẹp, không có vật thể nhỏ.
	4	Trong suốt, màu vàng rơm, có rất ít vật thể nhỏ riêng biệt.
	3	Trong suốt, màu vàng rơm, có ít vật thể nhỏ.
	2	Đục nhẹ, có khá nhiều vật thể nhỏ.
	1	Đục, có cặn
	0	Có vật thể lạ nhỏ, màu sắc lạ, vẫn đục như mây.
	5	Bọt rất mịn, dày, liên kết, kết dính bền tốt, bọt trắng
	4	Bọt mịn, dày, liên kết bền, tốt, không hoàn toàn trắng.

<i>Tên chỉ tiêu</i>	<i>Điểm chưa có HSQT</i>	<i>Yêu cầu</i>
Độ tạo bọt	3	Lượng bọt đạt tiêu chuẩn, bọt không mịn, thô, không liên kết trung bình, màu nâu nhạt.
	2	Lượng bọt ít, liên kết không bền, bọt to dễ vỡ.
	1	Lượng bọt quá ít, liên kết kém, bọt quá to rất dễ vỡ.
	0	Không tạo được bọt.
Mùi	5	Thơm mùi hoa húp-lông và malt tinh khiết đặc trưng, dễ chịu, hòa hợp.
	4	Thơm đặc trưng, tinh khiết, chưa hoàn toàn hòa hợp.
	3	Thơm đặc trưng, yếu, chưa hoàn toàn tinh khiết, mùi nguyên liệu nhẹ.
	2	Thơm quá yếu, thiếu đặc trưng, không tinh khiết mùi bia non, mùi men nhỏ.
	1	Không tinh khiết quá rõ, mùi men rõ rệt, mùi chua.
	0	Mùi chua, mùi lạ.
Vị	5	Hoàn toàn thơm ngon, đặc trưng, tinh khiết, vị đắng của hoa húp-lông và malt dễ chịu, hòa hợp.
	4	Ngon thơm, đặc trưng, chưa thật hòa hợp, vị đắng khá đậm, chưa thật đặc trưng.
	3	Ngon thơm yếu, không hoàn toàn tinh khiết, vị đắng rõ, đậm, rỗng nhẹ, vị đường chấy nhẹ.
	2	Ngon thơm quá yếu, không tinh khiết, có lưu vị đắng mạnh, vị men, chua nhẹ, ngứa nhẹ, nhạt nhẽo.
	1	Không có vị đặc trưng của bia, rỗng, không tinh khiết rõ, ngứa chua, lợm.
	0	Vị chua rõ, có vị và lưu vị lạ.

1.3. Kết quả đánh giá

Xử lý và báo cáo kết quả theo TCVN 3215-79.

Ví dụ: Phiếu cho điểm của thành viên hội đồng đánh giá

PHIẾU CHO ĐIỂM

Phép thử cho điểm chất lượng (TCVN 3215 – 79)

Họ và tên:

Ngày thử:

Sản phẩm: Bia

Mẫu	Các chỉ tiêu	Điểm	Ghi chú
321	Màu sắc, độ trong	5	
	Độ tạo bọt	5	
	Mùi	5	
	Vị	4	

Nhận xét:.....

Ví dụ: Phiếu kết quả đánh giá cảm quan bia

PHIẾU KẾT QUẢ ĐÁNH GIÁ CẢM QUAN

Phép thử cho điểm chất lượng (TCVN 3215 – 79)

Họ và tên:

Ngày thử:

Sản phẩm: Đồ hộp vải nước đường

Mã số: 321

Tên chỉ tiêu	Điểm các cảm quan viên					Tổng số điểm	Trung bình chưa có trọng lượng	Hệ số quan trọng	Trung bình có trọng lượng
	T1	T2	T3	T4	T5				
Độ tạo bọt	5	3	3	3	4	18	3,6	0,8	2,9
Màu sắc, độ trong	5	4	3	4	4	20	4	0,4	1,6
Mùi	5	3	4	4	4	20	4	0,8	2,9
Vị	4	2	3	3	3	15	3	2	6
Điểm chất lượng									13,4

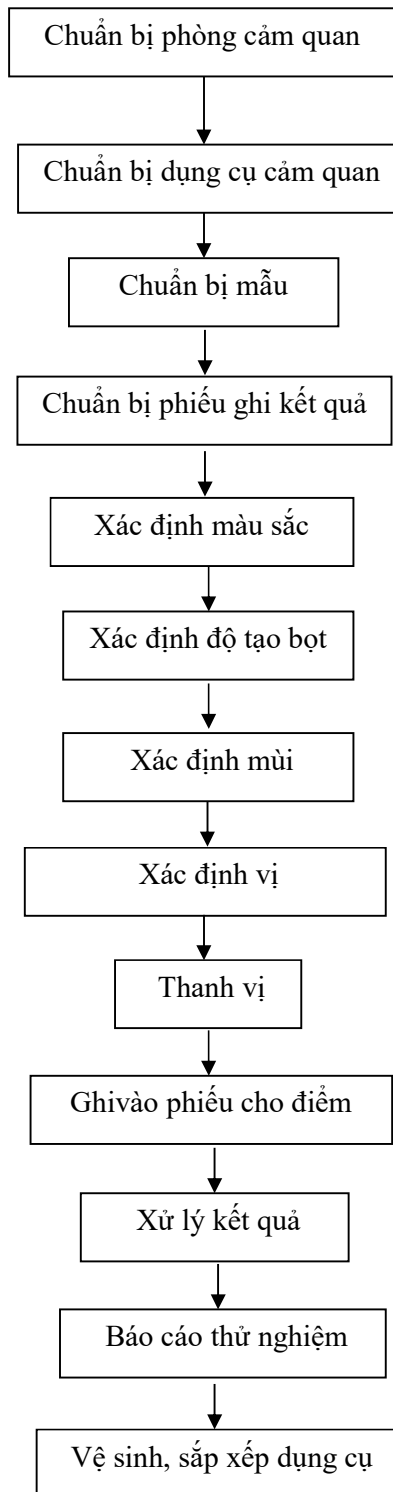
Kết quả: Sản phẩm xếp loại: Trung bình

Thư ký hội đồng cảm quan

Chủ tịch hội đồng cảm quan

Quy trình đánh giá cảm quan bia

Quy trình đánh giá cảm quan bia theo TCVN 3215-79 như hình 2.4.



Hình 2.4. Quy trình đánh giá cảm quan bia

2. Đánh giá chất lượng cảm quan rượu

2.1. Chuẩn bị đánh giá cảm quan rượu

2.1.1. Chuẩn bị phòng đánh giá cảm quan rượu

Phòng kiểm tra cảm quan phải rộng rãi, sáng sủa, mát mẻ, yên tĩnh, sạch sẽ, xa các phòng thí nghiệm và đèn ánh sáng. Phòng cần tránh ánh nắng trực tiếp của mặt trời và trong phòng không được có mùi lạ.

Nhiệt độ phòng phải đạt 20 – 25 °C và độ ẩm tương đối của không khí trong phòng khoảng 75 – 90 %. Đối với các cơ sở chưa có điều kiện khống chế nhiệt độ theo yêu cầu trên, cho phép đánh giá ở nhiệt độ phòng, nhưng nhiệt độ không cao quá 32 °C và phải ghi nhiệt độ phòng khi kiểm tra vào biên bản.

Trong phòng kiểm tra cảm quan chỉ được sắp xếp các loại dụng cụ, bàn ghế cần thiết đảm bảo cho người kiểm tra làm việc thuận tiện. Mặt bàn làm việc phải màu trắng. Tấm bọc mặt bàn có thể làm bằng nhựa, bìa hoặc các vật liệu khác nhau không được có mùi.

Bàn làm việc và ghế ngồi trong phòng phải sạch sẽ. Khi sử dụng ánh sáng nhân tạo phải đảm bảo như ánh sáng tự nhiên ban ngày. Tại mỗi bàn làm việc của người đánh giá phải đảm bảo cường độ chiếu sáng từ 400 – 900 lux. Chỗ ngồi của người kiểm tra phải bố trí sao cho không gây ảnh hưởng lẫn nhau.

Nón, mũ, khăn và các đồ dùng khác của người kiểm tra không cần thiết cho việc kiểm tra phải để ngoài phòng.

Vị trí làm việc của chủ tịch hội đồng được bố trí sao cho có thể quan sát rõ các thành viên của hội đồng.

Phòng chuẩn bị mẫu cần có các loại thiết bị, dụng cụ cần thiết cho việc chuẩn bị mẫu đem kiểm tra.

2.1.2. Chuẩn bị dụng cụ

Mỗi thành viên cần có:

- Một cái khay
- Một ly thử màu sắc, độ trong
- Một ly thử mùi vị



Hình 2.5. Ly thử màu sắc, độ trong rượu



Hình 2.6. Ly thử mùi vị rượu



Hình 2.7. Khui rượu vang

2.1.3. Chuẩn bị mẫu

Mẫu cảm quan được chứa trong bình kín, sạch không có mùi vị lạ, không ảnh hưởng đến chất lượng rượu vang.

Bảo quản mẫu nơi không có ánh sáng mặt trời chiếu trực tiếp. Tránh di chuyển, tác động mạnh. Thời gian chờ cảm quan phải phù hợp với thời gian bảo quản của từng loại rượu vang.

Nhiệt độ nơi bảo quản không được cao hơn 25°C. Đối với rượu vang tươi bảo quản ở 5°C.

Mỗi ngày thử không quá 10 mẫu. Mỗi lần thử không quá 3 loại rượu vang

Phân nhóm và xếp thứ tự theo nguyên tắc:

- Độ cồn tăng dần
- Chua ít đến chua nhiều
- Chất lượng tăng dần

Lau sạch bao bì các mẫu thử, chú ý chỗ nắp. Ghi mã số.

Bảo quản các mẫu thử ở 12÷15°C, để yên lắng ít nhất 2 giờ trước khi cảm quan.

2.2. Xác định các chỉ tiêu cảm quan rượu

- *Xác định màu sắc, trạng thái*

Lấy 100ml rượu vang cho vào cốc thủy tinh không màu dung tích 150ml.

Đem quan sát màu của rượu và sự vẩn đục của rượu trong ánh sáng thường, trên nền trắng.

Ghi nhận và cho điểm.

- *Xác định mùi, vị*

Rót 50ml rượu vang vào cốc thử, dung tích 100-150ml, ngay sau đó ngửi và nếm để xác định mùi, vị. Khi có rượu chuẩn cho phép thử nếm so sánh nhưng không được thử quá 3 mẫu thử.

Thử nếm để so sánh mẫu thử với các mẫu chất lượng tốt đến xấu.

Ghi nhận và cho điểm.

- *Thanh vị:*

Dùng bánh mì lát và nước trắng không mùi để thanh vị.

- *Danh mục chỉ tiêu và hệ số quan trọng*

Bảng 2.3. Danh mục chỉ tiêu, hệ số quan trọng của rượu vang (TCVN3215-79)

STT	Tên chỉ tiêu	Hệ số quan trọng	
		%	Trên 4
1	Độ trong, màu sắc	20	0,8
2	Mùi	30	1,2
3	Vị	50	2

- *Bảng điểm*

Bảng 2.4. Bảng điểm chỉ tiêu chất lượng của rượu vang (TCVN3215-79)

Tên chỉ tiêu	Điểm chưa có HSQT	Yêu cầu
Độ trong, màu sắc	5	Chất lỏng trong suốt, không vẩn đục và vật thể lạ nhỏ. Màu hoàn toàn đặc trưng cho sản phẩm
	4	Chất lỏng trong suốt, không vẩn đục, có ít vật thể lạ nhỏ. Màu đặc trưng cho sản phẩm
	3	Chất lỏng trong, không vẩn đục, có tương đối nhiều vật thể lạ nhỏ. Màu hơi khác một ít so với màu đặc trưng của sản phẩm
	2	Chất lỏng hơi đục, có khá nhiều vật thể lạ nhỏ, thô. Màu khác nhiều so với màu đặc trưng của sản phẩm
	1	Chất lỏng đục, có nhiều lắng cặn, vật thể lạ, thô. Màu không đặc trưng cho sản phẩm
	0	Vẩn đục, màu bản, sản phẩm bị hỏng.
Mùi	5	Hòa hợp, thơm dịu, hoàn toàn đặc trưng cho sản phẩm.
	4	Chưa hoàn toàn hòa hợp, thơm đặc trưng cho sản phẩm nhưng hơi khó nhận thấy.
	3	Hơi nồng, thoảng mùi phụ, ít đặc trưng cho sản phẩm.
	2	Nồng, thoảng mùi lạ, rất ít đặc trưng cho sản phẩm.
	1	Nồng hăng, mùi lạ rõ, không đặc trưng cho sản phẩm.
	0	Có mùi lạ khó chịu của sản phẩm hỏng.
Vị	5	Hòa hợp, êm dịu, hậu tốt, hoàn toàn đặc trưng cho sản phẩm.
	4	Chưa hoàn toàn hòa hợp, hậu vừa phải, đặc trưng cho sản phẩm bình thường.
	3	Chưa hòa hợp, hơi gắt và sốc, hậu yếu, ít đặc trưng cho sản phẩm.
	2	Đắng, sốc, thoảng vị lạ, rất ít đặc trưng cho sản phẩm.
	1	Đắng, sốc, vị lạ rõ, không đặc trưng cho sản phẩm.
	0	Có vị lạ khó chịu của sản phẩm bị hỏng.

2.3. Kết quả đánh giá

Xử lý và báo cáo kết quả (theo TCVN3215-79)

Ví dụ: Phiếu cho điểm và phiếu đánh giá kết quả cảm quan của thành viên hội đồng đánh giá

PHIẾU CHO ĐIỂM

Phép thử cho điểm chất lượng (TCVN 3215 – 79)

Họ và tên: _____ Ngày thử: _____

Sản phẩm: Rượu vang

Mẫu	Các chỉ tiêu	Điểm	Ghi chú
321	Độ trong, màu sắc	5	
	Mùi	4	
	Vị	4	

Nhận xét:.....

Ví dụ: Phiếu kết quả đánh giá cảm quan Rượu vang

PHIẾU KẾT QUẢ ĐÁNH GIÁ CẢM QUAN

Phép thử cho điểm chất lượng (TCVN 3215 – 79)

Họ và tên: _____ Ngày thử: _____

Sản phẩm: Rượu vang

Mã số: 321

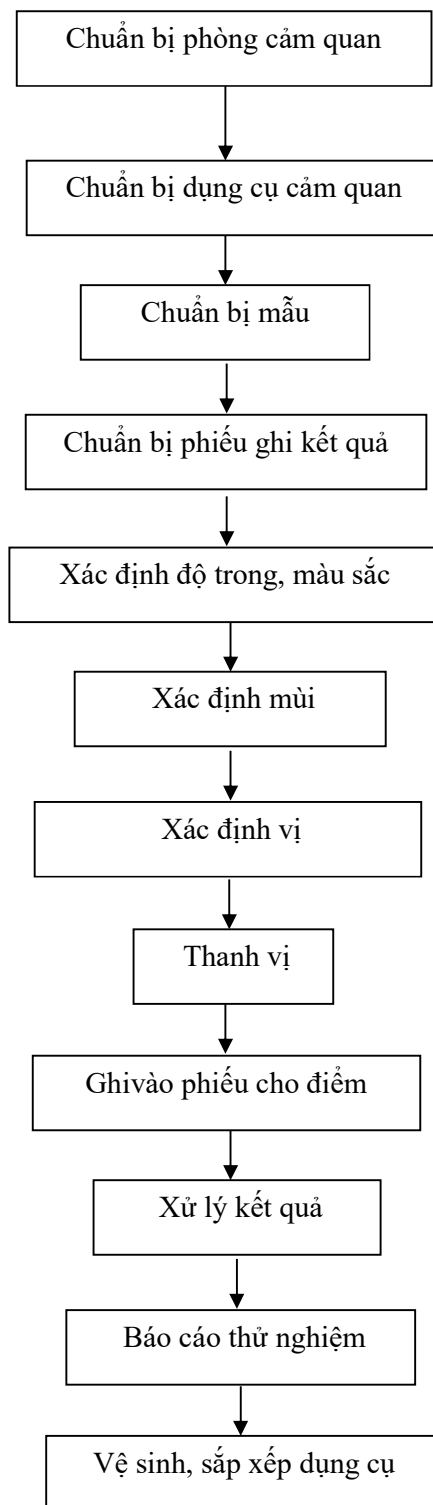
Tên chỉ tiêu	Điểm các cảm quan viên					Tổng số điểm	Trung bình chưa có trọng lượng	Hệ số quan trọng	Trung bình có trọng lượng
	T1	T2	T3	T4	T5				
Độ trong, màu sắc	5	4	3	4	4	20	4	0,8	3,2
Mùi	5	3	4	4	4	20	4	1,2	4,8
Vị	4	2	3	3	3	15	3	2	6
Điểm chất lượng									14,0

Kết quả: Sản phẩm xếp loại: Trung bình

Thư ký hội đồng cảm quan _____ Chủ tịch hội đồng cảm quan _____

Quy trình đánh giá cảm quan rượu vang

Quy trình đánh giá cảm quan rượu vang theo TCVN 3215-79 như hình 2.8.



Hình 2.8. Quy trình đánh giá cảm quan rượu vang

3. Đánh giá chất lượng cảm quan nước giải khát

3.1. Chuẩn bị đánh giá cảm quan nước giải khát

3.1.1. Chuẩn bị phòng đánh giá cảm quan nước giải khát

Phòng kiểm tra cảm quan phải rộng rãi, sáng sủa, mát mẻ, yên tĩnh, sạch sẽ, xa các phòng thí nghiệm và đủ ánh sáng. Phòng cần tránh ánh nắng trực tiếp của mặt trời và trong phòng không được có mùi lạ.

Nhiệt độ phòng phải đạt 20 – 25 °C và độ ẩm tương đối của không khí trong phòng khoảng 75 – 90 %. Đối với các cơ sở chưa có điều kiện khống chế nhiệt độ theo yêu cầu trên, cho phép đánh giá ở nhiệt độ phòng, nhưng nhiệt độ không cao quá 32 °C và phải ghi nhiệt độ phòng khi kiểm tra vào biên bản.

Trong phòng kiểm tra cảm quan chỉ được sắp xếp các loại dụng cụ, bàn ghế cần thiết đảm bảo cho người kiểm tra làm việc thuận tiện. Mặt bàn làm việc phải màu trắng. Tấm bọc mặt bàn có thể làm bằng nhựa, bìa hoặc các vật liệu khác nhau không được có mùi.

Bàn làm việc và ghế ngồi trong phòng phải sạch sẽ. Khi sử dụng ánh sáng nhân tạo phải đảm bảo như ánh sáng tự nhiên ban ngày. Tại mỗi bàn làm việc của người đánh giá phải đảm bảo cường độ chiếu sáng từ 400 – 900 lux. Chỗ ngồi của người kiểm tra phải bố trí sao cho không gây ảnh hưởng lẫn nhau.

Nón, mũ, khăn và các đồ dùng khác của người kiểm tra không cần thiết cho việc kiểm tra phải để ngoài phòng.

Vị trí làm việc của chủ tịch hội đồng được bố trí sao cho có thể quan sát rõ các thành viên của hội đồng.

Phòng chuẩn bị mẫu cần có các loại thiết bị, dụng cụ cần thiết cho việc chuẩn bị mẫu đem kiểm tra.

3.1.2. Chuẩn bị dụng cụ

Mỗi thành viên cần có:

- Một cái khay
- Cốc thủy tinh không màu có nắp
- Cốc thủy tinh không màu.



Hình 2.8. Cốc thủy tinh không màu



Hình 2.9. Cốc thủy tinh không màu có nắp

3.1.3. Chuẩn bị mẫu

Mẫu là các chai nguyên chưa mở nắp. Bảo quản nơi không có ánh sáng mặt trời chiếu thẳng. Nhiệt độ phòng không quá 25°C.

Một lần thử không quá 10 mẫu. Mỗi lần thử không quá 4 loại.

Phân nhóm và xếp thứ tự theo nguyên tắc:

- Loại không đường đến ngọt nhiều
- Ít thơm đến thơm nhiều
- Không chua đến chua nhiều
- Loại lưu vị lâu thử sau cùng

Lau sạch chai, nắp chai. Ghi mã số.

Giữ các mẫu thử yên tĩnh ở 5-10°C ít nhất 2 giờ trước khi thử.

3.2. **Xác định các chỉ tiêu cảm quan nước giải khát**

- *Xác định độ trong*

Quan sát sơ bộ sản phẩm còn trong chai chưa mở nút để xem có cặn và lớp tinh dầu ở mặt thoáng không.

Xoay nhẹ chai để xem có vẩn đục không.

Rót mẫu thử ra cốc không nắp để quan sát.

Ghi nhận và cho điểm.

- *Xác định màu sắc*

Quan sát màu sắc trong cốc vừa rót.

Ghi nhận và cho điểm.

- *Xác định mùi*

Rót mẫu thử vào cốc có nắp.

Lắc nhẹ cốc theo đường vòng tròn 1÷2 lần.

Ngửi. Ghi nhận và cho điểm.

- *Xác định vị*

Ném một ít mẫu thử ở đầu lưỡi.

Hớp khoảng 10ml mẫu, đưa mẫu vào cuối lưỡi. Nhổ bỏ.

Ghi nhận và cho điểm.

Cho phép nuốt một ít mẫu khi cần thiết.

- *Thanh vị:*

Dùng bánh mì lát và nước trắng không mùi để thanh vị.

- *Danh mục chỉ tiêu và hệ số quan trọng*

Bảng 2.5. Danh mục chỉ tiêu và hệ số quan trọng của nước giải khát (TCVN3215-79)

STT	Tên chỉ tiêu	Hệ số quan trọng	
		%	Trên 4
1	Độ trong	15	0,6
2	Màu sắc	10	0,4
3	Mùi	30	1,2
4	Vị	45	1,8

- Bảng điểm

Bảng 2.6. Bảng điểm chỉ tiêu chất lượng của nước giải khát (TCVN3215-79)

Tên chỉ tiêu	Điểm chưa có HSQT	Yêu cầu
Độ trong	5	Sản phẩm trong suốt, đồng nhất, không vẩn đục, không cặn.
	4	Sản phẩm trong đồng nhất, không có vẩn đục, không có cặn.
	3	Sản phẩm trong, không có vẩn đục, có một ít cặn, mịn.
	2	Sản phẩm hơi vẩn đục nhẹ, có cặn nhỏ hoặc có lớp tinh dầu mỏng đóng ở cổ chai.
	1	Sản phẩm đục, có nhiều cặn hoặc vật thể lạ hoặc có một lớp màng tinh dầu dày ở cổ chai.
	0	Sản phẩm vẩn đục hay có cặn do sản phẩm bị hỏng.
Màu sắc	5	Sản phẩm có màu đặc trưng, sáng đẹp.
	4	Sản phẩm có màu đặc trưng, sáng.
	3	Sản phẩm có màu hơi đặc trưng, sáng.
	2	Sản phẩm có màu khác lạ
	1	Sản phẩm có màu quá tối, xấu
	0	Sản phẩm có màu của sản phẩm bị hỏng
Mùi	5	Thơm đặc trưng, thơm tinh khiết, hòa hợp, bền
	4	Mùi đặc trưng, thơm tinh khiết, hòa hợp chưa hoàn toàn dịu bền.
	3	Mùi hơi đặc trưng, thơm hòa hợp, bền ở mức trung bình.
	2	Mùi đặc trưng yếu hoặc có lẫn mùi lạ hoặc không bền.
	1	Mùi không đặc trưng yếu hoặc có lẫn mùi lạ gây khó chịu.
	0	Có mùi lạ khó chịu của sản phẩm bị hỏng.
Vị	5	Vị hòa hợp, thanh, êm dịu, hoàn toàn đặc trưng cho sản phẩm, hậu vị tốt, có vị tê lưỡi mạnh của CO ₂ .
	4	Vị đặc trưng, thanh, chưa hoàn toàn hòa hợp, êm dịu, hậu vị tốt, có vị tê lưỡi của CO ₂
	3	Vị đặc trưng, thanh, dịu, hòa hợp ở mức trung bình, hậu vị vừa phải, có vị tê lưỡi của CO ₂ .
	2	Vị kém đặc trưng, gắt, có lẫn vị lạ, gây cảm giác khó chịu.
	1	Vị không đặc trưng, hay có vị lạ, gây cảm giác khó chịu.
	0	Vị không đặc trưng, hay có vị lạ, gây cảm giác khó chịu. Có vị lạ khó chịu của sản phẩm bị hỏng.

3.3. Kết quả đánh giá

Xử lý và báo cáo kết quả (theo TCVN3215-79).

Ví dụ: Phiếu cho điểm của thành viên hội đồng đánh giá.

PHIẾU CHO ĐIỂM**Phép thử cho điểm chất lượng (TCVN 3215 – 79)**

Họ và tên:

Ngày thử:

Sản phẩm: Nước cam

Mẫu	Các chỉ tiêu	Điểm	Ghi chú
321	Độ trong	4	
	Màu sắc	5	
	Mùi	4	
	Vị	4	

Nhận xét:.....

Ví dụ: Phiếu kết quả đánh giá cảm quan Nước cam

PHIẾU KẾT QUẢ ĐÁNH GIÁ CẢM QUAN**Phép thử cho điểm chất lượng (TCVN 3215 – 79)**

Họ và tên:

Ngày thử:

Sản phẩm: Nước cam

Mã số: 321

Tên chỉ tiêu	Điểm các cảm quan viên					Tổng số điểm	Trung bình chưa có trọng lượng	Hệ số quan trọng	Trung bình có trọng lượng
	T1	T2	T3	T4	T5				
Độ trong	4	3	4	4	4	14	3,8	0,6	2,3
Màu sắc	5	4	3	4	4	20	4	0,4	1,6
Mùi	5	3	4	4	4	20	4	1,2	4,8
Vị	4	3	2	3	3	15	3	1,8	4,4
Điểm chất lượng									13,1

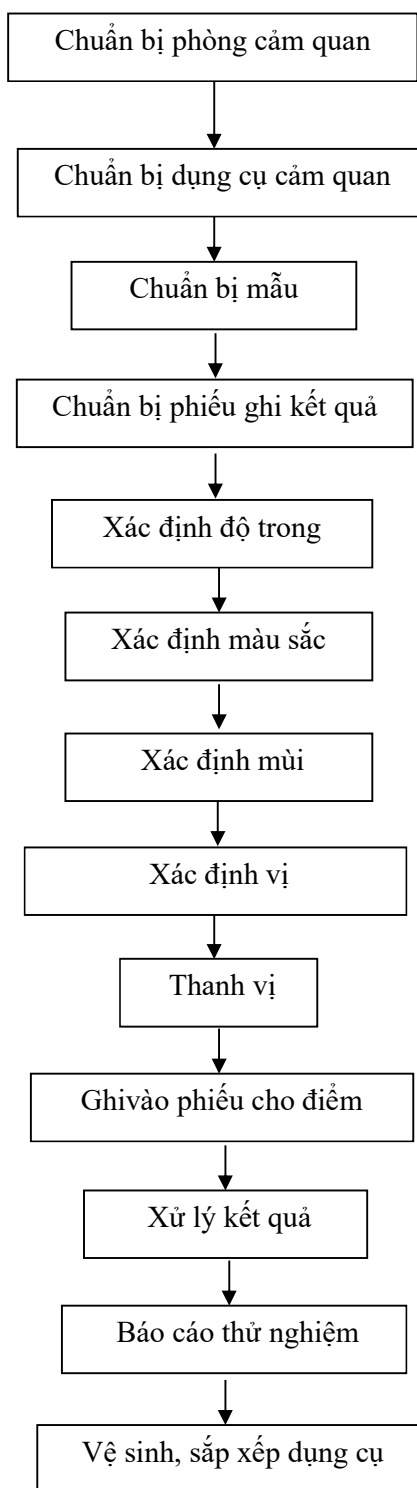
Kết quả: Sản phẩm xếp loại: Trung bình

Thư ký hội đồng cảm quan

Chủ tịch hội đồng cảm quan

Quy trình đánh giá cảm quan nước giải khát

Quy trình đánh giá cảm quan nước giải khát theo TCVN 3215-79 như hình 2.10.



Hình 2.10. Quy trình đánh giá cảm quan nước giải khát

4. Thực hành đánh giá chất lượng cảm quan bia, rượu, nước giải khát

4.1. Thực hành đánh giá cảm quan bia

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị phòng cảm quan	<ul style="list-style-type: none"> - Phòng cảm quan - Trang bị phòng cảm quan 	<p>Phòng cảm quan phải sạch sẽ, khô ráo, thoáng, đảm bảo cường độ ánh sáng, không có mùi lạ. Toàn bộ tường, nền, sàn đều màu trắng.</p> <p>Trang bị trong phòng cảm quan như bàn, ghế phải sạch sẽ. không gây mùi và màu trắng</p>
2	Chuẩn bị dụng cụ cảm quan	<p>Mỗi thành viên:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Một cái khui - Ly thử độ bọt - Ly thử mùi vị 	<p>Dụng cụ cảm quan phải đồng nhất đối với các kiểm nghiệm viên cảm quan</p> <p>Dụng cụ phải sạch sẽ, khô ráo, không có mùi lạ</p>
3	Chuẩn bị phiếu kết quả đánh giá	<ul style="list-style-type: none"> - Phiếu kết quả 	Phiếu kết quả có nội dung phù hợp với phương pháp đánh giá
4	Chuẩn bị mẫu	<ul style="list-style-type: none"> - Mẫu bia đánh giá cảm quan 	<p>Số lượng mẫu bia phải đảm bảo đủ cho tất cả các thành viên cảm quan</p> <p>Chất lượng bia đảm bảo không thay đổi so với mẫu gửi. Mẫu được bảo quản ở nhiệt độ quy định.</p> <p>Mẫu được phân nhóm và sắp xếp thứ tự theo nguyên tắc từ cường độ thấp đến cao của mùi vị</p> <p>Mẫu được loại bỏ tất các thông tin, tên thương mại, nhãn hiệu, nguồn gốc, ký hiệu trên bao bì</p> <p>Mẫu phải được đưa về nhiệt độ 12-15⁰C trước 2 giờ thử</p>
5	Xác định màu sắc, độ trong, độ tạo bọt	<ul style="list-style-type: none"> - Mẫu bia - Ly thử độ bọt - Khui bia 	<p>Xoay nhẹ chai để quan sát có cặn hoặc các vật thể lạ nhỏ</p> <p>Bia được rót vào ly thử độ bọt. Đảm bảo miệng chai (lon) cách miệng ly 3cm, nghiêng 45⁰. Rót đến lúc mặt bọt gần sát miệng ly</p>

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
			Cảm quan viên quan sát độ trong, màu sắc, chiều dày, trạng thái bọt, thời gian bọt hết. Ghi nhận và cho điểm. Đối chiếu với bảng điểm và cho điểm. Ghi điểm vào phiếu
6	Xác định mùi	- Mẫu bia - Ly thử mùi vị	Bia được rót vào ly thử mùi, vị. Rót đến phần ly có đường kính lớn nhất. Lắc nhẹ ly theo đường vòng tròn 1-2 lần. Đưa nhẹ ly từ xa đến gần mũi. Cảm quan viên ngửi, ghi nhận về mùi Đối chiếu với bảng điểm và cho điểm Ghi điểm vào phiếu
7	Xác định vị	- Mẫu bia - Ly thử mùi vị	Cảm quan viên nhấp từng ít một để sơ bộ nhận xét vị. Sau đó hớp một ngụm bia đưa về cuối lưỡi. Khoảng 10÷15 giây nhổ bỏ. Ghi nhận về vị. Cho phép nuốt một ít để nhận xét hậu vị Đối chiếu với bảng điểm và cho điểm. Ghi điểm vào phiếu
8	Thanh vị	- Nước trắng - Hoặc bánh mì lát	Sau khi đánh giá một mẫu cần phải thanh vị bằng nước trắng hoặc bánh mì lát trước khi đánh giá mẫu tiếp theo
9	Ghi vào phiếu cho điểm	Phiếu cho điểm	Phiếu cho điểm phải được ghi đầy đủ các thông tin yêu cầu Các điểm đánh giá phải ghi một cách trung thực
10	Xử lý kết quả	- Các phiếu cho điểm của thành viên - Phiếu kết quả	Xử lý kết quả theo TCVN 3215-79

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			<p>Kết quả phải được tính đúng và kết luận cấp chất lượng của sản phẩm chính xác</p> <p>Kết quả phải được ghi chính xác và trung thực vào phiếu kết quả</p>
11	Báo cáo thử nghiệm	Mẫu báo cáo thử nghiệm	<p>Báo cáo phải đầy đủ các thông tin cần thiết, cụ thể:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Loại sản phẩm - Lượng mẫu - Ngày, giờ đánh giá - Các chỉ tiêu đánh giá - Kết luận - Các lưu ý cần thiết - Ký tên người viết báo cáo
12	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ cảm quan	Dụng cụ cảm quan	Dụng cụ cảm quan phải được vệ sinh sạch sẽ để khô ráo (có thể sấy khô), không được sử dụng và phòng lưu mùi để vệ sinh dụng cụ và sắp xếp theo quy định.
13	Vệ sinh phòng cảm quan	Phòng cảm quan	<p>Các bao bì của mẫu đã sử dụng được cho vào túi đựng rác thải theo quy định</p> <p>Phòng cảm quan được vệ sinh sạch sẽ, các trang bị (bàn, ghế...) được sắp xếp ngăn nắp.</p>

4.2. Thực hành đánh giá cảm quan rượu

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Chuẩn bị phòng cảm quan	<ul style="list-style-type: none"> - Phòng cảm quan - Trang bị phòng cảm quan 	<p>Phòng cảm quan phải sạch sẽ, khô ráo, thoáng, đảm bảo cường độ ánh sáng, không có mùi lạ. Toàn bộ tường, nền, sàn đều màu trắng.</p>

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
			Trang bị trong phòng cảm quan như bàn, ghế phải sạch sẽ. không gây mùi và màu trắng
2	Chuẩn bị dụng cụ cảm quan	Mỗi thành viên: - Một cái khui - Ly thử độ trong, màu sắc - Ly thử mùi vị	Dụng cụ cảm quan phải đồng nhất đối với các kiểm nghiệm viên cảm quan Dụng cụ phải sạch sẽ, khô ráo, không có mùi lạ
3	Chuẩn bị phiếu kết quả đánh giá	- Phiếu kết quả	Phiếu kết quả có nội dung phù hợp với phương pháp đánh giá
4	Chuẩn bị mẫu	- Mẫu rượu vang đánh giá cảm quan	Số lượng mẫu rượu vang phải đảm bảo đủ cho tất cả các thành viên cảm quan Chất lượng mẫu rượu vang đảm bảo không thay đổi so với mẫu gửi. Mẫu được bảo quản ở nhiệt độ quy định Mẫu được phân nhóm và sắp xếp thứ tự theo nguyên tắc từ cường độ thấp đến cao của mùi vị Mẫu được loại bỏ tất cả thông tin, tên thương mại, nhãn hiệu, nguồn gốc, ký hiệu trên bao bì Mẫu phải được đưa về nhiệt độ 12-15 ⁰ C trước 2 giờ thử
5	Xác định độ trong, màu sắc	- Mẫu rượu vang - Ly thử độ trong, màu sắc - Khui rượu vang	Mẫu rượu vang được cho vào cốc thử khoảng 100ml. Cảm quan viên quan sát màu của rượu và sự vẩn đục của rượu trong ánh sáng thường, trên nền trắng. Ghi nhận độ trong, màu sắc. Đối chiếu với bảng điểm và cho điểm Ghi điểm vào phiếu
6	Xác định mùi	- Mẫu rượu vang	Rượu vang được rót vào ly thử mùi, vị khoảng 50ml. Lắc nhẹ ly

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
		- Ly thử mùi vị	theo đường vòng tròn 1-2 lần. Đưa nhẹ ly từ xa đến gần mũi. Cảm quan viên ngửi, ghi nhận về mùi Đổi chiều với bảng điểm và cho điểm. Ghi điểm vào phiếu
7	Xác định vị	- Mẫu rượu vang - Ly thử mùi vị	Cảm quan viên nhấp từng ít một để sơ bộ nhận xét vị. Sau đó hớp một ngụm rượu vang đưa về cuối lưỡi. Khoảng 10÷15 giây nhả bỏ. Ghi nhận về vị. Đổi chiều với bảng điểm và cho điểm. Ghi điểm vào phiếu
8	Thanh vị	- Nước trắng - Hoặc bánh mì lát	Sau khi đánh giá một mẫu cần phải thanh vị bằng nước trắng hoặc bánh mì lát trước khi đánh giá mẫu tiếp theo
9	Ghi vào phiếu cho điểm	- Phiếu cho điểm	Phiếu cho điểm phải được ghi đầy đủ các thông tin yêu cầu Các điểm đánh giá phải ghi một cách trung thực
10	Xử lý kết quả	- Các phiếu cho điểm của thành viên - Phiếu kết quả	Xử lý kết quả theo TCVN 3215-79 Kết quả phải được tính đúng và kết luận cấp chất lượng của sản phẩm chính xác Kết quả phải được ghi chính xác và trung thực vào phiếu kết quả
11	Báo cáo thử nghiệm	Mẫu báo cáo thử nghiệm	Báo cáo phải đầy đủ các thông tin cần thiết, cụ thể: - Loại sản phẩm - Lượng mẫu - Ngày, giờ đánh giá - Các chỉ tiêu đánh giá

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			<ul style="list-style-type: none"> - Kết luận - Các lưu ý cần thiết - Ký tên người viết báo cáo
12	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ cảm quan	Dụng cụ cảm quan	Dụng cụ cảm quan phải được vệ sinh sạch sẽ để khô ráo (có thể sấy khô), không được sử dụng xà phòng lưu mùi để vệ sinh dụng cụ và sắp xếp theo quy định.
13	Vệ sinh phòng cảm quan	Phòng cảm quan	<p>Các bao bì của mẫu đã sử dụng được cho vào thùng chứa rác thải theo quy định</p> <p>Phòng cảm quan được vệ sinh sạch sẽ, các trang bị (bàn, ghế...) được sắp xếp ngăn nắp.</p>

4.3. Thực hành đánh giá cảm quan nước giải khát

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Chuẩn bị phòng cảm quan	<ul style="list-style-type: none"> - Phòng cảm quan - Trang bị phòng cảm quan 	<p>Phòng cảm quan phải sạch sẽ, khô ráo, thoáng, đảm bảo cường độ ánh sáng, không có mùi lạ. Toàn bộ tường, nền, sàn đều màu trắng.</p> <p>Trang bị trong phòng cảm quan như bàn, ghế phải sạch sẽ. không gây mùi và màu trắng</p>
2	Chuẩn bị dụng cụ cảm quan	<p>Mỗi thành viên:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Một cái khay - Ly thử độ trong, màu sắc - Ly thử mùi vị 	<p>Dụng cụ cảm quan phải đồng nhất đối với các kiểm nghiệm viên cảm quan</p> <p>Dụng cụ phải sạch sẽ, khô ráo, không có mùi lạ</p>
3	Chuẩn bị phiếu kết quả đánh giá	Phiếu kết quả	Phiếu kết quả có nội dung phù hợp với phương pháp đánh giá

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
4	Chuẩn bị mẫu	Mẫu nước giải khát đánh giá cảm quan	Số lượng mẫu nước giải khát phải đảm bảo đủ cho tất cả các thành viên cảm quan Chất lượng mẫu nước giải khát đảm bảo không thay đổi so với mẫu gửi. Mẫu được bảo quản ở nhiệt độ quy định Mẫu được phân nhóm và sắp xếp thứ tự theo nguyên tắc từ cường độ thấp đến cao của mùi vị Mẫu được loại bỏ tất cả thông tin, tên thương mại, nhãn hiệu, nguồn gốc, ký hiệu trên bao bì Mẫu phải được đưa về nhiệt độ 5-10 ⁰ C trước 2 giờ thử
5	Xác định độ trong, màu sắc	- Mẫu nước giải khát - Cốc thử không nắp, màu sắc - Khui	Cảm quan viên quan sát sơ bộ sản phẩm còn trong chai chưa mở nút, xem có cặn và lớp tinh dầu ở mặt thoáng không và xoay nhẹ chai để xem có vẩn đục không Mẫu được cho vào cốc thử thủy tinh không nắp. Cảm quan viên quan sát sự vẩn đục của nước giải khát trong ánh sáng thường, trên nền trắng. Ghi nhận độ trong. Đội chiếu với bảng điểm và cho điểm Ghi điểm vào phiếu
6	Xác định màu sắc	Cốc thử không nắp chứa mẫu	Cảm quan viên quan sát màu sắc của nước giải khát trong ánh sáng thường, trên nền trắng. Ghi nhận độ trong. Đội chiếu với bảng điểm và cho điểm Ghi điểm vào phiếu
7	Xác định mùi	- Mẫu nước giải khát	Nước giải khát được rót vào cốc thử có nắp khoảng 50ml. Lắc nhẹ

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		- Cốc thử có nắp	cốc theo đường vòng tròn 1-2 lần. Đưa nhẹ ly từ xa đến gần mũi. Cảm quan viên ngửi, ghi nhận về mùi Đối chiếu với bảng điểm và cho điểm Ghi điểm vào phiếu
8	Xác định vị	- Mẫu nước giải khát - Cốc thử có nắp	Cảm quan viên nếm một ít mẫu thử ở đầu lưỡi. Hớp khoảng 10ml mẫu, đưa mẫu vào cuối lưỡi. Nhỏ bỏ. Ghi nhận về vị. Cho phép nuốt một ít mẫu khi cần thiết. Đối chiếu với bảng điểm và cho điểm. Ghi điểm vào phiếu
9	Thanh vị	- Nước trắng - Hoặc bánh mì lát	Sau khi đánh giá một mẫu cần phải thanh vị bằng nước trắng hoặc bánh mì lát trước khi đánh giá mẫu tiếp theo
10	Ghi vào phiếu cho điểm	Phiếu cho điểm	Phiếu cho điểm phải được ghi đầy đủ các thông tin yêu cầu Các điểm đánh giá phải ghi một cách trung thực
11	Xử lý kết quả	- Các phiếu cho điểm của thành viên - Phiếu kết quả	Xử lý kết quả theo TCVN 3215-79 Kết quả phải được tính đúng và kết luận cấp chất lượng của sản phẩm chính xác Kết quả phải được ghi chính xác và trung thực vào phiếu kết quả
12	Báo cáo thử nghiệm	Mẫu báo cáo thử nghiệm	Báo cáo phải đầy đủ các thông tin cần thiết, cụ thể: - Loại sản phẩm - Lượng mẫu - Ngày, giờ đánh giá - Các chỉ tiêu đánh giá

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			<ul style="list-style-type: none"> - Kết luận - Các lưu ý cần thiết - Ký tên người viết báo cáo
13	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ cảm quan	Dụng cụ cảm quan	Dụng cụ cảm quan phải được vệ sinh sạch sẽ để khô ráo (có thể sấy khô), không được sử dụng xà phòng lưu mùi để vệ sinh dụng cụ và sắp xếp theo quy định.
14	Vệ sinh phòng cảm quan	Phòng cảm quan	<p>Các bao bì của mẫu đã sử dụng được cho vào thùng chứa rác thải theo quy định</p> <p>Phòng cảm quan được vệ sinh sạch sẽ, các trang bị (bàn, ghế...) được sắp xếp ngăn nắp.</p>

BÀI 3: XÁC ĐỊNH ĐỘ CHUA, ĐỘ RƯỢU (ĐỘ CỒN), ĐỘ MÀU

Mục tiêu:

- Nêu được khái niệm và ý nghĩa của độ chua, độ rượu, độ màu trong việc đánh giá chất lượng bia, rượu, nước giải khát;
- Trình bày được quy trình xác định độ chua, độ rượu;
- Sử dụng thành thạo các dụng cụ, thiết bị để xác định độ chua, độ rượu;
- Thực hiện thành thạo các thao tác trong quy trình xác định độ chua, độ rượu, theo đúng trình tự, chính xác, đảm bảo an toàn;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ;
- Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng kiểm nghiệm;
- Có tinh thần hợp tác với đồng nghiệp.

1. Xác định độ chua

1.1. Khái niệm về độ chua

Độ acid toàn phần bao gồm các acid có thể định lượng bằng dung dịch kiềm chuẩn. Những acid này chủ yếu là các acid hữu cơ như acetic, malic, citric, tartaric, lactic acid ... Các carbonic acid và SO_2 dưới thể tự do hay kết hợp đều không tính trong độ chua thực phẩm. Do đó, bia, nước ngọt, hoa quả... có chứa CO_2 hoặc SO_2 đều được loại trừ trước lúc chuẩn độ để xác định độ acid.

Trong sản xuất bia, độ chua được biểu thị bằng số ml dung dịch NaOH 0,1N cần thiết để trung hoà lượng acid tự do chứa trong 100 ml dịch bia.

1.2. Nguyên tắc xác định độ chua

Lượng acid tổng số có trong bia là tổng lượng acid có thể định lượng bằng dung dịch kiềm chuẩn để đưa pH của dịch bia tới 8,2 trong đó không tính đến carbonic acid.

1.3. Quy trình thực hiện xác định độ chua

1.3.1. Dụng cụ, thiết bị, hoá chất

- Máy đo pH.
- Dung dịch NaOH 0,1N hoặc KOH 0,1N.
- Dung dịch đệm pH = 7: hoà tan 107,3 g KH_2PO_4 vào 500 ml dung dịch NaOH 1N, định mức tới 1 lít bằng nước cất.

1.3.2. Tiến hành xác định

- Chuẩn bị mẫu: Lấy 150 – 200 ml bia cho vào bình tam giác 500 – 1000 ml, lắc ở nhiệt độ 20°C cho đến khi ngừng tách khí. Lọc bia qua giấy lọc.
- Đưa nhẹ nhàng đầu cực đo vào dung dịch đệm pH = 7, nhiệt độ 20°C, chỉnh máy sao cho pH = 7. Lấy đầu cực ra và dùng bình tia rửa cẩn thận.
- Lấy chính xác 50 ml dịch bia đã tách CO_2 vào bình tam giác 150 ml, đưa nhẹ nhàng đầu cực đo vào và cho dung dịch NaOH 0,1N để chuẩn tới khi đạt pH = 8,2 ở nhiệt độ 20°C, lắc nhẹ trong khi chuẩn độ.

1.3.3. Kết quả

Độ acid được tính theo công thức:

$$Ax = 2.n \quad (\text{ml}/100 \text{ ml bia})$$

Trong đó:

n - số ml dung dịch NaOH 0,1N;

2 - hệ số quy chuẩn cho 100 ml bia.

2. Xác định độ rượu

2.1. Khái niệm về độ rượu

Độ rượu là đơn vị để đo nồng độ của rượu, tính bằng số ml rượu có trong 100 ml dung dịch. Độ rượu càng cao, tức là trong dung dịch rượu có chứa nhiều chất cồn.

2.2. Nguyên tắc xác định độ rượu

Chung cất bia, xác định tỷ trọng $20^{\circ}\text{C} / 20^{\circ}\text{C}$ của dịch cất. Xác định tỷ trọng $20^{\circ}\text{C} / 20^{\circ}\text{C}$ của phần dịch chung cất còn lại sau khi cân hoàn lại trọng lượng ban đầu. Xác định tỷ trọng của bia đã lọc $20^{\circ}\text{C} / 20^{\circ}\text{C}$. Sử dụng các công thức tính toán

2.3. Quy trình thực hiện xác định độ rượu

2.3.1. Dụng cụ, thiết bị

- Bình tam giác 750ml
- Bộ cất cồn đơn giản có bình cất dung tích 300-500 ml
- Bình tỷ trọng
- Phễu và giấy lọc
- Bình ổn nhiệt 20°C
- Cân phân tích (0,0001 g)

2.3.2. Tiến hành

- Loại CO_2 bằng cách lắc 300 – 500 ml bia trong bình 750ml ở $17 - 20^{\circ}\text{C}$ và lọc bia
- Cân 100g bia vào bình 1 đã biết trọng lượng, thêm vào 50 ml nước cất, và tiến hành cất cồn. Dịch cất thu được thêm nước cất để đạt trọng lượng 100g, khuấy đều và đo tỷ trọng $20^{\circ}\text{C} / 20^{\circ}\text{C}$, giá trị thu được ký hiệu là d_A .
- Làm nguội phần dịch chung cất và thêm nước cất để đạt 100 g, khuấy đều và đo tỷ trọng $20^{\circ}\text{C} / 20^{\circ}\text{C}$, giá trị thu được ký hiệu là d_{ER} .
- Xác định tỷ trọng $20^{\circ}\text{C} / 20^{\circ}\text{C}$ của bia đã lọc, ký hiệu d_{EA}

2.3.3. Kết quả

- Hàm lượng cồn xác định theo công thức:

$$H/l \text{ cồn } A = 517,4 (1 - d_A) + 5084 (1 - d_A)^2 + 33503 (1 - d_A)^3, \% (\text{m/m})$$

H/l cồn của dịch cất chính là H/l cồn của dịch bia.

Để chuyển đổi từ $\% (\text{m/m})$ sang $\% (\text{v/v})$ sử dụng công thức:

$$H/l \text{ cồn } A \quad \% (\text{v/v}) = A \% (\text{m/m}) \times d_{EA} / 0,719$$

Trong đó : 0,719 - tỷ trọng của ethanol $20^{\circ}\text{C} / 20^{\circ}\text{C}$.

- Hàm lượng chất hoà tan thực xác định theo công thức:

$$E_R = - 460,234 + 662,649 d_{ER} - 202,414(d_{ER})^2, \quad \% (m/m)$$

- Hàm lượng chất hoà tan biểu kiến E_A % (m/m) xác định theo công thức:

$$E_A = - 460,234 + 662,649 d_{EA} - 202,414 (d_{EA})^2 \quad \% (m/m)$$

- Hàm lượng chất hoà tan ban đầu của bia tính theo công thức:

$$P = \frac{2,0665A + E_R}{100 + 1,0665A} \times 100 \quad (\%)$$

Trong đó : E_R - hàm lượng chất hoà tan thực của bia (% Plato);

A - hàm lượng cồn của bia % (m/m);

P - Hàm lượng chất hoà tan ban đầu của dịch đường (% Plato);

2,0665 - số gam chất hoà tan thực tế để tạo ra 1 gam etylic khi lên men;

1,0665 - lượng CO₂ (0,9565 g) và men (0,11 g) thu được khi lên men.

3. Xác định độ màu

3.1. Khái niệm về độ màu

Độ màu của bia có thể được xác định bằng phương pháp so màu với dung dịch I₂ 0,1N hoặc bằng phương pháp trắc quang, tính theo đơn vị EBC.

Một đơn vị màu EBC tương ứng với màu của 0,06ml 0,1N trong 100ml nước cất.

3.2. Nguyên tắc xác định độ màu

Đo độ hấp thụ của bia ở bước sóng 430nm. Màu của bia tính theo đơn vị EBC bằng độ hấp thụ nhân với hệ số pha loãng.

3.3. Quy trình thực hiện xác định độ màu

3.3.1. Các dụng cụ và thiết bị cần chuẩn bị:

- Máy so màu, cuvet.
- Cân phân tích, bình định mức, cốc thuỷ tinh, đĩa thuỷ tinh
- Khăn lau mềm, sạch, giấy lọc.



Hình 3.1. Máy so màu

3.3.2. Chuẩn bị mẫu

Mẫu trước khi tiến hành cho vào máy so màu để đo mật độ quang, cần tiến hành xử lý mẫu đạt yêu cầu về độ trong.

Khử khí bằng cách mở chai ở nhiệt độ phòng, đổ bia vào bình nón và lắc nhẹ. Lọc cho đến khi hết đục, nếu cần lọc qua màng lọc.

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Cho bia ra bình tam giác	Bình tam giác 250ml	Không rơi vãi bia ra ngoài
2	Lắc khử khí	Bình tam giác đựng mẫu	Hết khí nổi lên
3	Lọc bia	Bình tam giác Giấy lọc Phễu lọc	Đến khi hết đục

3.3.3. Tiến hành xác định

- Pha loãng mẫu (mẫu đã loại CO₂) để đo độ hấp thụ ở 430 nm nằm trong giới hạn của máy quang phổ. Có thể dùng cuvet 5 hay 10 mm để đo. Dùng cuvet 5 mm có ưu điểm nếu bia đậm màu không cần pha loãng.

- Mẫu được lọc bằng bộ lọc màng, nếu độ đục của mẫu pha loãng nhỏ hơn 1 đơn vị EBC thì có thể không lọc. Nếu cần có thể lọc bia bằng bột trợ lọc Kieselguhr (1g/l) trước khi lọc màng.

- Ổn định máy với bước sóng 430nm. Chỉnh máy về 0,00 bằng nước cất trước khi đo mẫu.

- Tráng cuvet bằng dung dịch mẫu và đổ đầy dung dịch mẫu vào cuvet.

- Đo độ hấp thụ của dung dịch mẫu.



Hình 3.2. Máy quang phổ

3.3.4. Kết quả

Độ màu của bia được tính theo công thức:

$$EBC = A.f.25$$

Trong đó: A: độ hấp thụ ở 430 nm trong cuvet 10mm (nếu đo trong cuvet 5mm thì kết quả nhân thêm 2)

f: hệ số pha loãng.

4. Thực hành xác định độ chua, độ rượu, độ mầu sản phẩm bia, rượu, nước giải khát

4.1. Xác định độ chua

- Chuẩn bị dụng cụ

- Chuẩn bị hóa chất

- Chuẩn bị mẫu: Lấy 150 – 200 ml bia cho vào bình tam giác 500 – 1000 ml, lắc ở nhiệt độ 20°C cho đến khi ngừng tách khí. Lọc bia qua giấy lọc.

- Đưa nhẹ nhàng đầu cực đo vào dung dịch đệm pH = 7, nhiệt độ 20°C, chỉnh máy sao cho pH = 7. Lấy đầu cực ra và dùng bình tia rửa cẩn thận.

- Lấy chính xác 50 ml dịch bia đã tách CO₂ vào bình tam giác 150 ml, đưa nhẹ nhàng đầu cực đo vào và cho dung dịch NaOH 0,1N để chuẩn tới khi đạt pH = 8,2 ở nhiệt độ 20°C, lắc nhẹ trong khi chuẩn độ.

- Độ acid được tính theo công thức:

$$Ax = 2.n \quad (\text{ml}/100 \text{ ml bia})$$

Trong đó:

n - số ml dung dịch NaOH 0,1N;

2 - hệ số quy chuẩn cho 100 ml bia.

4.2. Xác định độ rượu (độ cồn)

STT	Tên các bước công việc	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật	Các chú ý về an toàn lao động
1	Chuẩn bị dụng cụ, thiết bị	Bình tam giác, cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh, bình cầu, ống sinh hàn, bình ổn nhiệt, bình tỷ trọng; Phễu và giấy lọc, nắp thủy tinh Cân phân tích; Tủ sấy; Máy lắc ổn nhiệt; Bếp đun bình cầu	Đầy đủ; Khô sạch; Trong tình trạng hoạt động tốt Các thiết bị phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt - Bình tỷ trọng phải được vệ sinh sạch sẽ, sấy khô đến khối lượng không đổi	- Dụng cụ bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ - Phải chú ý về an toàn điện khi kiểm tra cân phân tích, bếp điện
2	Chuẩn bị, kiểm tra, pha hóa chất	K ₂ Cr ₂ O ₇ , H ₂ SO ₄ đậm đặc, rượu tinh chế.	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Pha đúng nồng độ yêu cầu	- Bảo hộ lao động khi pha hóa chất - Cẩn thận khi tiếp xúc với dung dịch acid H ₂ SO ₄ đậm đặc.

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
3	Chuẩn bị mẫu	Bia, ống đong, bình nón, máy lắc ỏn nhiệt Phễu và giấy lọc, nắp thủy tinh, bình tam giác	Thể tích mẫu bia: 200 – 400ml Lắc đến khi ngừng tách khí Thời gian: 30 – 40 phút Lọc bia, bỏ 20ml dung dịch lọc đầu, thu dịch lọc sau.	Khi sử dụng máy lắc ỏn nhiệt cần tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng và các an toàn về điện
4	Chung cát	Bình hứng tam giác, bình cầu, ống sinh hàn, bình đựng nước đá, bếp đun bình cầu	Lắp hệ thống chung cát kín - Đun nhẹ lúc đầu, đến khi bắt đầu sôi thì tăng nhiệt độ - Nhiệt độ nước làm lạnh ở đầu ra của ống sinh hàn không quá 25 ⁰ C - Tốc độ chung cát đều, thời gian: 30 – 60 phút, đến khi thể tích dung dịch trong bình hứng đạt khoảng 90ml.	- Đảm bảo hệ thống chung cát kín, dễ tháo lắp - Đảm bảo nước làm lạnh trong ống sinh hàn hoạt động liên tục - Tuân thủ quy trình nâng nhiệt cho bình cầu để đảm bảo an toàn
5	Xác định tỷ trọng	Bình tỷ trọng Cân phân tích	- Xác định khối lượng của bình tỷ trọng với nước cất ở 20 ⁰ C (m ₂) - Xác định tỷ trọng 20 ⁰ C/ 20 ⁰ C của bia đã lọc (d _{EA}) - Xác định tỷ trọng 20 ⁰ C/ 20 ⁰ C của dịch cát (d _A)	Sử dụng các dụng cụ thủy tinh cẩn thận, tránh bể vỡ
6	Tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm	- Máy tính cá nhân - Phiếu kết quả - Sổ lưu - Mẫu Báo cáo	Tính chính xác kết quả Báo cáo phải được ghi đầy đủ về:	

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
			<ul style="list-style-type: none"> - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả về khối lượng m_1, m_2, m_3, m_4 - Kết quả xác định độ cùn 	
7	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ, máy	<p>Các dụng cụ thủy tinh</p> <p>Bình tỷ trọng</p> <p>Cân phân tích; Tủ sấy; Máy lắc ổn nhiệt; Bếp đun bình cầu</p>	Sạch sẽ, đúng nơi quy định	<ul style="list-style-type: none"> - Cần thận trọng làm vỡ dụng cụ thủy tinh khi vệ sinh. - Khi ngừng máy, rút dây nguồn, rồi mới được vệ sinh

4.3. Xác định độ màu

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
1	Chuẩn bị và kiểm tra các dụng cụ	Bình định mức, cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh, Khăn lau mềm, giấy lọc	Sạch sẽ, không có vết nứt, sử dụng tốt	Không để lẫn lộn các dụng cụ thủy tinh với các dụng cụ, thiết bị bằng sứ và kim loại khác
2	Chuẩn bị và kiểm tra sơ bộ các thiết bị	Máy so màu, cuvet Cân phân tích	Sạch sẽ, hoạt động tốt	Thao tác kiểm tra dụng cụ và thiết bị phải đúng theo hướng dẫn
3	Cân (hút) mẫu	Cân phân tích, pipet	Độ chính xác 0,001g	Sử dụng cân phân tích theo hướng dẫn

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
4	Hòa tan (đối với mẫu đặc)	Nước cất	Hoàn tan hoàn toàn	
5	Định mức	Bình định mức	Định mức đúng vạch	
6	Lọc	Giấy lọc, phễu lọc, bình tam giác	Thu dung dịch lọc trong	
7	Bật máy	Máy so màu, ổn áp	Thao tác nhẹ nhàng	Thao tác sử dụng máy so màu phải đúng theo hướng dẫn
8	Đề ổn định máy	Máy so màu	Thời gian 15 phút	Đặt máy so màu trên mặt bàn phẳng, ổn định, không bị rung lắc
9	Điều chỉnh bước sóng	Máy so màu	Thích hợp với từng loại mẫu	
10	Cho nước cất vào trong cuvet	Cuvet	Đổ nước cất vừa đầy cuvet	Nước cất trong cuvet không được có bọt khí, không có vật nổi
11	Đặt cuvet vào ngăn mẫu, đậy nắp	Máy so màu, cuvet	Đặt đúng vị trí	Khi cầm cuvet bằng tay nên cầm vào mặt mài của cuvet, không sờ vào mặt trong của cuvet, mặt trong của cuvet không được có dấu vân tay hoặc vết của dung dịch
12	Cho mẫu vào cuvet	Cuvet	Cho mẫu vào vừa đầy	Tráng cuvet bằng dung dịch mẫu

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
13	Đặt cuvet vào ngăn mẫu, đậy nắp	Máy so màu, cuvet	Đặt đúng vị trí	Khi sử dụng xong thiết bị phải đậy kín nắp che bụi
14	Đo mẫu lần 1	Máy so màu, cuvet	Đọc kết quả mật độ quang của mẫu.	
15	Tráng rửa cuvet	Nước cất	Tráng sạch vết bám của dung dịch	
16	Đo mẫu lần 2 và 3	Máy so màu, cuvet	Lặp lại các bước 1, 2, 3, 4. Đọc kết quả mật độ quang lần 2 và 3.	Mỗi khi sử dụng xong phải kiểm tra trong ngăn chứa mẫu có bị đọng dung dịch tràn ra không
17	Tính kết quả	Sổ ghi chép	Kết quả cuối cùng được tính từ trung bình cộng giá trị của mật độ quang giữa 3 lần đo	
18	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ, thiết bị	Tất cả dụng cụ, thiết bị đã sử dụng	Các dụng cụ, thiết bị phải được vệ sinh phù hợp, sạch sẽ và sắp xếp ngăn nắp	Bề vờ dụng cụ Lau chùi, sắp xếp dụng cụ thiết bị

BÀI 4: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CO₂

Mục tiêu:

- Nêu được khái niệm và ý nghĩa của hàm lượng CO₂ trong việc đánh giá chất lượng của bia, nước giải khát;
- Trình bày được quy trình xác định hàm lượng CO₂;
- Sử dụng thành thạo các dụng cụ, thiết bị để xác định hàm lượng CO₂;
- Thực hiện thành thạo các thao tác trong quy trình xác định hàm lượng CO₂, theo đúng trình tự, chính xác, đảm bảo an toàn;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ;
- Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng kiểm nghiệm;
- Có tinh thần hợp tác với đồng nghiệp.

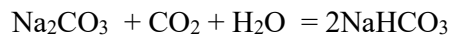
1. Khái niệm về hàm lượng CO₂

Carbon dioxide (CO₂) có thể được sản xuất một cách tự nhiên thông qua hoạt động của men bia, hoặc nhân tạo bằng cách hòa tan carbon dioxide chịu áp lực vào chất lỏng. Carbon dioxide được sản xuất như một sản phẩm phụ của sự trao đổi chất của men bia khi tinh bột và đường được tìm thấy trong dịch nha

CO₂ khi hòa tan trong nước tạo thành một dung dịch yếu của axit cacbonic. Chính axit cacbonic kết hợp với hương liệu trong nước ngọt có ga tạo nên vị chua đặc trưng cho sản phẩm. Ngoài ra, các bọt khí CO₂ giúp sản phẩm hấp dẫn hơn, kích thích thị giác và thính giác của người sử dụng.

2. Nguyên tắc xác định hàm lượng CO₂

Cho CO₂ kết hợp với Na₂CO₃ theo phản ứng:



Dùng dung dịch acid chuẩn độ lượng Na₂CO₃ thừa với sự có mặt của chỉ thị phenolphthalein. Từ thể tích acid tiêu tốn sẽ tính được hàm lượng CO₂ có trong sản phẩm thực phẩm.

3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng CO₂

3.1. Chuẩn bị dụng cụ, thiết bị

3.1.1. Dụng cụ, thiết bị

Các dụng cụ, thiết bị cần chuẩn bị:

- Chân giá sắt, kẹp càng cua
- Bình nón 250ml
- Cốc thủy tinh 250ml
- Phễu thủy tinh $\phi = 3-4\text{cm}$
- Pipet 10ml- 50ml

- Quả bóp cao su
- Ống nhỏ giọt, đĩa thủy tinh
- Cân phân tích
- Bếp điện
- Tủ lạnh

3.1.2. Thao tác thực hiện

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Chuẩn bị và kiểm tra các dụng cụ	<ul style="list-style-type: none"> - Chân giá sắt - Kẹp càng cua - Bình nón 250ml - Cốc thủy tinh 250ml - Phễu thủy tinh $\phi = 3-4\text{cm}$, đĩa thủy tinh - Pipet 10ml- 50ml - Quả bóp cao su - Ống nhỏ giọt 	- Sạch sẽ, không có vết nứt, sử dụng tốt
2	Kiểm tra buret	<ul style="list-style-type: none"> - Buret 25ml - Tài liệu kỹ thuật hướng dẫn 	<ul style="list-style-type: none"> - Buret phải sạch sẽ, không bám hóa chất - Khóa của buret phải trơn, dễ dàng sử dụng
3	Kiểm tra cân phân tích	<ul style="list-style-type: none"> - Cân phân tích - Tài liệu kỹ thuật hướng dẫn 	Cân phân tích phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt

3.1.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác kiểm tra dụng cụ và thiết bị phải đúng theo hướng dẫn
- Không để lẫn lộn các dụng cụ thủy tinh với các dụng cụ, thiết bị bằng sứ và kim loại khác.
- Chú ý về an toàn điện khi kiểm tra các thiết bị.

3.1.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Bể vỡ dụng cụ	Đề chung dụng cụ thủy tinh với các dụng cụ bằng sứ, kim loại	Không để lẫn lộn các dụng cụ thủy tinh với các dụng cụ bằng sứ và kim loại khác

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
2	Cân phân tích: màn hình không hiện “0.0000g” khi khởi động cân	Do đặt cân không đúng theo hướng dẫn của tài liệu kỹ thuật	Phải được kiểm tra và điều chỉnh theo hướng dẫn của tài liệu kỹ thuật
3	Khóa của buret bị cứng	Do buret để lâu ngày không sử dụng hoặc không vệ sinh	Vệ sinh sạch chỗ khóa, bôi vaseline vào chỗ khóa tiếp xúc.

3.2. Chuẩn bị hóa chất

3.2.1. Hóa chất

a. Hóa chất cần chuẩn bị:

- Dung dịch Na_2CO_3 0,2N.
- Dung dịch phenolphtalein 1% trong cồn.
- Dung dịch HCl 0,2N.

b. Cách pha các dung dịch:

- Dung dịch Na_2CO_3 0,2N: Cân 21,2 g Na_2CO_3 cho vào cốc 250ml, hòa tan bằng nước cất, chuyển vào bình định mức 1000ml, định mức tới vạch.
- Dung dịch phenolphtalein 1% trong cồn: Hòa tan 1 g phenolphthalein trong 100ml cồn 96°.
- Dung dịch HCl 0,2N: Hút chính xác 16,6 ml HCl đậm đặc 37% ($d=1.19$ g/ml) cho vào bình định mức 1000ml. Thêm nước cất, định mức đến vạch.

c. Dụng cụ, thiết bị:

- Bình định mức 1000ml, 100ml
- Cốc thủy tinh
- Đũa thủy tinh
- Cân phân tích



Hình 4.1. Bình định mức



Hình 4.2. Cốc thủy tinh



Hình 4.3. Đũa thủy tinh



Hình 4.4. Cân phân tích

3.2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Kiểm tra hóa chất	- Na_2CO_3 - HCl - Phenolphthalein	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng
2	Chuẩn bị dung dịch chuẩn độ HCl 0,2N		
2.1	Lấy hóa chất	- Hóa chất HCl đậm đặc - Bình định mức 1000ml - Pipet	Hút chính xác 16,6 ml HCl đậm đặc cho vào bình định mức có sẵn 500ml nước cất Hóa chất HCl không được đổ ra ngoài khi pha
2.2	Định mức	- Bình định mức 1000ml - Nước cất	Định mức đúng vạch Lắc đều
2.3	Định chuẩn dung dịch HCl 0,2N	- $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ - Phenolphthalein 1%	Dung dịch HCl 0,2N pha từ hóa chất tinh khiết phải được kiểm tra lại nồng độ bằng $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$.
2.4	Cho dung dịch HCl 0,2N vào lọ chứa	- Dung dịch HCl 0,2N - Lọ chứa	Dung dịch HCl 0,2N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có màu có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
3	Chuẩn bị dung dịch Na_2CO_3 0,2N		

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
3.1	Lấy hóa chất	- Na ₂ CO ₃ tinh khiết - Nước cất - Pipet - Bình định mức 100ml	Hóa chất Na ₂ CO ₃ được cân chính xác 21,2g (độ chính xác 10 ⁻⁴ g) Hóa chất Na ₂ CO ₃ không được đổ ra ngoài khi pha
3.2	Định mức	- Nước cất - Bình định mức 1000 ml	Định mức phải đúng vạch
3.3	Cho Na ₂ CO ₃ 0,2N vào lọ chứa	- Dung dịch Na ₂ CO ₃ 0,2N	Dung dịch Na ₂ CO ₃ 0,2N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
4	Chuẩn bị dung dịch phenolphthalein 1%		
4.1	Cân hóa chất phenolphthalein từ lọ hóa chất tinh khiết	- Phenolphthalein tinh khiết - Cân phân tích - Cốc 100ml	Hóa chất phenolphthalein không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 1 g phenolphthalein (sai số 10 ⁻⁴ g), phenolphthalein không được rơi vãi khi cân
4.2	Hoà tan phenolphthalein	- Cồn 96 ⁰ - Đũa thủy tinh	Phenolphthalein phải được hòa tan hoàn toàn bằng Cồn 96 ⁰
4.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
4.4	Cho dung dịch phenolphthalein 1% vào lọ chứa	- Phenolphthalein 1% vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch phenolphthalein 1% sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
5	Vệ sinh dụng cụ, cân	- Dụng cụ thủy tinh - Cân phân tích	Các dụng cụ thủy tinh phải rửa sạch và sấy khô ở 105 ⁰ C, 1 giờ

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			Cân phải được vệ sinh theo tài liệu hướng dẫn

3.2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định an toàn, có bảo hộ lao động như găng tay và khẩu trang khi tiếp xúc với hóa chất

- Cần thận khi tiếp xúc với HCl đậm đặc
- Hóa chất pha xong phải đậy kín nút chai
- Đọc kỹ hướng dẫn sử dụng khi thao tác trên cân phân tích.

3.2.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Nồng độ chất chuẩn HCl 0,2N không đúng	<ul style="list-style-type: none"> - Cân không chính xác - Hóa chất chưa được hòa tan hoàn toàn - Định mức chưa đúng - Hóa chất HCl chưa tinh khiết - Lọ chứa chất chuẩn HCl 0,2N chưa sạch 	<ul style="list-style-type: none"> - Vận hành cân theo đúng hướng dẫn của tài liệu kỹ thuật - Cân chính xác lượng hóa chất đã tính toán trên cân phân tích - Để hóa chất HCl rơi vãi ra ngoài khi hút - Định mức đúng vạch - Phải chuẩn lại nồng độ HCl 0,2N vừa pha bằng $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$. - Lọ chứa chất chuẩn HCl 0,2N phải khô, sạch
2	Chỉ thị Phenolphthalein không hòa tan khi pha	Dùng nước cất để pha chỉ thị. Phenolphthalein chỉ tan trong cồn	Dùng cồn 96 ^o để pha chỉ thị.

3.3. Chuẩn bị mẫu

3.3.1. Phương pháp chuẩn bị mẫu

- Chuẩn bị mẫu thử: Làm lạnh bia về 0 – 4^oC để CO₂ có trong bia hòa tan hoàn toàn dưới dạng dung dịch. Thời gian làm lạnh bia trong tủ lạnh 1 ngày 1 đêm, hoặc trong tủ đông 1 giờ đồng hồ.

- Chuẩn bị mẫu trắng: Loại CO₂ hoàn toàn có trong bia bằng một trong các phương pháp sau:

+ Lắc bia: lắc đều bia đến khi không còn bọt khí nổi lên

+ Đun nhẹ đến khi không còn bọt khí nổi lên

3.3.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Làm lạnh bia	Bia, tủ lạnh	Nhiệt độ làm lạnh: 0 – 4 ⁰ C
2	Chuẩn bị mẫu trắng	Bia, bình tam giác, bếp điện	Loại hoàn tàn CO ₂ trong bia bằng cách đun nhẹ đến khi hết bọt khí

3.3.3. Các chú ý về an toàn lao động

Khi sử dụng bếp điện để loại CO₂ trong bia cần tuân thủ các quy định về an toàn về điện.

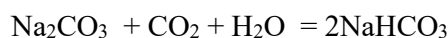
3.3.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Loại CO ₂ chưa hoàn toàn	Quá trình đun bia chưa hoàn toàn	Đun đến khi hết bọt khí

3.4. Kiểm hóa

3.4.1. Phương pháp kiểm hóa

Dùng Na₂CO₃ kết hợp hết với CO₂ có trong bia với sự có mặt của phenolphthalein làm chất chỉ thị để nhận biết quá trình kiểm hóa đã hoàn toàn.



3.4.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Hút bia cho vào bình nón	Bình nón 250ml, Pipet, bia lạnh	Thể tích bia hút: 25 ml bia Thao tác nhẹ nhàng, tránh để CO ₂ bị thất thoát
2	Kiểm hóa	Bình nón 250ml, dung dịch Na ₂ CO ₃ 0,2N, chỉ thị phenolphthalein	Thể tích các dung dịch cho vào bình nón chứa mẫu: - Na ₂ CO ₃ 0,2N: 50ml - Phenolphthalein: 3 giọt

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			Dung dịch trong bình nón có màu hồng
3	Làm song song với mẫu trắng (lặp lại các thao tác: Hút bia đã loại CO ₂ cho vào bình nón và kiểm hóa mẫu trắng)	Bình nón 250ml, Pipet, dung dịch Na ₂ CO ₃ 0,2N, chỉ thị phenolphthalein, bia đã loại CO ₂	Thay mẫu bia cần xác định hàm lượng CO ₂ bằng mẫu bia đã loại hoàn toàn CO ₂

3.4.3. Các chú ý về an toàn lao động

Tuân thủ các quy định an toàn, có bảo hộ lao động như găng tay và khẩu trang khi tiếp xúc với hóa chất.

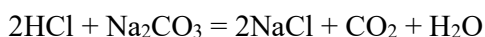
3.4.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Thất thoát CO ₂	Do quá trình hút bia có sự xáo trộn về mẫu làm CO ₂ bị thất thoát	Hoạt động hút mẫu nhẹ nhàng

3.5. Chuẩn độ

3.5.1. Phương pháp chuẩn độ

Dùng dung dịch acid HCl chuẩn độ lượng Na₂CO₃ thừa với sự có mặt của chỉ thị phenolphthalein để nhận biết điểm tương đương.



3.5.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Chuẩn bị buret	Buret, HCl 0,2N,	- Tráng lại bằng dung dịch cần hút - Đuổi bọt khí, cho dung dịch HCl 0,2N về đến vạch 0
2	Chuẩn độ mẫu thử	Buret, HCl 0,2N Bình nón chứa mẫu thử đã kiểm hóa	- Điểm tương đương: dung dịch trong bình nón mất màu hồng
3	Ghi lại số ml HCl 0,2N tiêu tốn cho mẫu thử	Bút, sổ ghi chép	Đọc kết quả chính xác 0,05 ml.

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
4	Lặp lại thí nghiệm chuẩn độ 3 lần	Buret, HCl 0,2N Bình nón chứa các hóa chất trên	Đọc kết quả chính xác 0,05 ml. - Lấy kết quả thể tích HCl 0,2N trung bình của 3 lần chuẩn độ
5	Chuẩn độ mẫu trắng	Buret, HCl 0,2N Bình nón chứa mẫu trắng đã kiểm hóa	- Điểm tương đương: dung dịch trong bình nón mất màu hồng
6	Ghi lại số ml HCl 0,2N tiêu tốn cho mẫu trắng	Bút, sổ ghi chép	Đọc kết quả chính xác 0,05 ml.
7	Lặp lại thí nghiệm chuẩn độ 3 lần	Buret, HCl 0,2N Bình nón chứa các hóa chất trên	Đọc kết quả chính xác 0,05 ml. - Lấy kết quả thể tích HCl 0,2N trung bình của 3 lần chuẩn độ

3.5.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định an toàn, có bảo hộ lao động như găng tay và khẩu trang khi tiếp xúc với hóa chất.

- Thao tác chuẩn độ chính xác, tránh làm dính hóa chất vào tay.

3.5.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Chuẩn độ bị quá điểm tương đương	Nhỏ dung dịch HCl 0,2 N quá nhanh	Chuẩn độ nhỏ từng giọt HCl 0,2N đến khi mất màu hồng.

3.6. Tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm

3.6.1. Công thức tính kết quả

Hàm lượng CO₂ tự do trong bia:

$$X = \frac{0,0044 \times (V_1 - V_2) \times 2 \times 100}{V}$$

Trong đó:

V₁: thể tích dung dịch HCl 0,2N đã dùng để chuẩn độ trong thí nghiệm với mẫu thử.

V₂: thể tích dung dịch HCl 0,2N đã dùng để chuẩn độ acid trong thí nghiệm với mẫu trắng.

3.6.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Tính kết quả hàm lượng CO ₂ của mẫu	Máy tính cá nhân	Áp dụng đúng công thức theo các dạng mẫu Tính chính xác kết quả
2	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Ghi chính xác kết quả
3	Báo cáo thử nghiệm	- Mẫu Báo cáo	Báo cáo phải được ghi đầy đủ về: - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả thể tích HCl 0,2N chuẩn độ - Kết quả xác định hàm lượng CO ₂

3.6.3. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Kết quả xác định hàm lượng CO ₂ trong mẫu không chính xác	- Áp dụng chưa đúng công thức tính toán	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán

4. Thực hành xác định hàm lượng CO₂ của hàm lượng CO₂

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
1	Chuẩn bị dụng cụ, thiết bị	Bình tam giác, cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh, bình cầu, ống sinh hàn, bình ổn nhiệt, bình tỷ trọng; Phiếu và giấy lọc, nắp thủy tinh	Đầy đủ; Khô sạch; Trong tình trạng hoạt động tốt Các thiết bị phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt	- Dụng cụ bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ - Phải chú ý về an toàn điện khi kiểm tra cân phân tích, bếp điện

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
		Cân phân tích; Tủ sấy; Máy lắc ổn nhiệt; Bếp đun bình cầu	- Bình tỷ trọng phải được vệ sinh sạch sẽ, sấy khô đến khối lượng không đổi	
2	Chuẩn bị, kiểm tra, pha hóa chất	$K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4 đậm đặc, rượu tinh chế.	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Pha đúng nồng độ yêu cầu	- Bảo hộ lao động khi pha hóa chất - Cảnh thận khi tiếp xúc với dung dịch acid H_2SO_4 đậm đặc.
3	Chuẩn bị mẫu	Bia, ống đong, bình nón, máy lắc ổn nhiệt Phễu và giấy lọc, nắp thủy tinh, bình tam giác	Thể tích mẫu bia: 200 – 400ml Lắc đến khi ngừng tách khí Thời gian: 30 – 40 phút Lọc bia, bỏ 20ml dung dịch lọc đầu, thu dịch lọc sau.	Khi sử dụng máy lắc ổn nhiệt cần tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng và các an toàn về điện
4	Chưng cất	Bình hứng tam giác, bình cầu, ống sinh hàn, bình đựng nước đá, bếp đun bình cầu	Lắp hệ thống chưng cất kín - Đun nhẹ lúc đầu, đến khi bắt đầu sôi thì tăng nhiệt độ - Nhiệt độ nước làm lạnh ở đầu ra của ống sinh hàn không quá $25^{\circ}C$ - Tốc độ chưng cất đều, thời gian: 30 – 60 phút, đến khi thể tích dung dịch trong bình hứng đạt khoảng 90ml.	- Đảm bảo hệ thống chưng cất kín, dễ tháo lắp - Đảm bảo nước làm lạnh trong ống sinh hàn hoạt động liên tục - Tuân thủ quy trình nâng nhiệt cho bình cầu để đảm bảo an toàn
5	Xác định tỷ trọng	Bình tỷ trọng Cân phân tích	- Xác định khối lượng của bình tỷ trọng với nước cất ở $20^{\circ}C$ (m_2)	Sử dụng các dụng cụ thủy tinh cẩn thận, tránh bể vỡ

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
			<ul style="list-style-type: none"> - Xác định tỷ trọng 20⁰C/ 20⁰C của bia đã lọc (d_{EA}) - Xác định tỷ trọng 20⁰C/ 20⁰C của dịch cất (d_A) 	
6	Tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm	<ul style="list-style-type: none"> - Máy tính cá nhân - Phiếu kết quả - Sổ lưu - Mẫu Báo cáo 	<p>Tính chính xác kết quả</p> <p>Báo cáo phải được ghi đầy đủ về:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả về khối lượng m₁, m₂, m₃, m₄ - Kết quả xác định độ cồn 	
7	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ, máy	<p>Các dụng cụ thủy tinh</p> <p>Bình tỷ trọng</p> <p>Cân phân tích; Tủ sấy; Máy lắc ổn nhiệt; Bếp đun bình cầu</p>	Sạch sẽ, đúng nơi quy định	<ul style="list-style-type: none"> - Cần thận tránh làm vỡ dụng cụ thủy tinh khi vệ sinh. - Khi ngừng máy, rút dây nguồn, rồi mới được vệ sinh

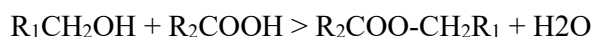
BÀI 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ESTER

Mục tiêu:

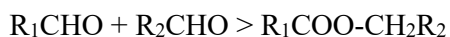
- Nêu được khái niệm và ý nghĩa của hàm lượng ester trong việc đánh giá chất lượng của bia, rượu;
- Trình bày được quy trình xác định hàm lượng ester;
- Sử dụng thành thạo các dụng cụ, thiết bị để xác định hàm lượng ester;
- Thực hiện thành thạo các thao tác trong quy trình xác định hàm lượng ester, theo đúng trình tự, chính xác, đảm bảo an toàn;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ;
- Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng kiểm nghiệm;
- Có tinh thần hợp tác với đồng nghiệp.

1. Khái niệm về hàm lượng ester

Trong quá trình lên men rượu, song song với việc tạo ra acid và rượu, dưới tác dụng của enzyme esterase của nấm men, các acid và rượu sẽ tác dụng lẫn nhau để tạo thành những ester tương ứng:



Sự tạo thành ester sẽ xảy ra dễ dàng hơn khi các cấu tử tham gia phản ứng là các aldehyde:



2. Nguyên tắc xác định hàm lượng ester

Xà phòng hóa este có trong phần mẫu thử bằng cách đun sôi với lượng dư dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn KOH 0,1N; trung hòa lượng KOH dư bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn acid HCl 0,1N với chỉ thị phenolphthalein, chuẩn độ lượng dư HCl 0,1N bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn KOH 0,1N. Số ml KOH 0,1N đã dùng để chuẩn độ đúng bằng số ml KOH dùng để xà phòng hóa các ester trong rượu mẫu. Từ đó xác định được hàm lượng ester trong rượu.

3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng ester

3.1. Chuẩn bị dụng cụ, thiết bị

3.1.1. Dụng cụ, thiết bị

Các dụng cụ, thiết bị cần chuẩn bị:

- Bình cầu đáy tròn
- Ống ngưng hồi lưu
- Buret
- Bình tam giác
- Pipet, ống đong
- Bếp đun bình cầu
- Bếp cách thủy

- Cân phân tích

Cách làm sạch bộ ngưng hồi lưu:

Cho hỗn hợp ethanol và dung dịch natri hydroxide vào bình cầu nối với ống ngưng hồi lưu .

Gia nhiệt nhẹ hỗn hợp trong hồi lưu trong vài phút.

Loại bỏ hỗn hợp và làm sạch bình cầu và ống ngưng, trước tiên rửa dưới nước vòi và sau đó tráng lại vài lần bằng nước cất.



Hình 5.1. Bình cầu đáy tròn

3.1.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị dụng cụ	- Bình cầu đáy tròn - Ống ngưng hồi lưu - Buret - Bình tam giác - Pipet, ống đong	Đầy đủ Khô sạch Trong tình trạng hoạt động tốt
2	Chuẩn bị thiết bị	- Bếp đun bình cầu - Bếp cách thủy - Cân phân tích	Các thiết bị phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt
3	Kiểm tra hóa chất	KOH, HCl, phenolphthalein	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi
4	Pha hóa chất	KOH 0,1N, HCl 0,1N, Phenolphthalein 1%	Pha đúng nồng độ yêu cầu
5	Bảo quản hóa chất	Bình thủy tinh có nút	Dán nhãn đúng tên hóa chất, nồng độ, ngày pha, người pha

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
6	Vệ sinh bộ chung cất hồi lưu	Bình cầu, ống hồi lưu, bếp đun bình cầu, rượu etylic, nước cất	- Vệ sinh bộ chung cất hồi lưu đúng quy trình - Tráng lại bằng nước cất sạch sẽ.

3.1.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Dụng cụ bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ.
- Phải chú ý về an toàn điện khi kiểm tra bếp đun bình cầu: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.
- Tuân thủ các quy định an toàn, có bảo hộ lao động như găng tay và khẩu trang khi tiếp xúc với hóa chất.
- Đọc kỹ hướng dẫn sử dụng khi thao tác với cân phân tích bếp đun bình cầu.

3.1.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Cân phân tích bị lỗi: màn hình không hiện "0.0000g" khi khởi động cân	Do đặt cân không đúng theo hướng dẫn của tài liệu kỹ thuật	Phải được kiểm tra và điều chỉnh theo hướng dẫn của tài liệu kỹ thuật
2	Bể vỡ dụng cụ thủy tinh	Để lẫn lộn các loại dụng cụ với nhau	Sắp xếp các dụng cụ theo từng loại riêng biệt

3.2. Chuẩn bị hóa chất

3.2.1. Hóa chất

a. Hóa chất cần chuẩn bị:

- KOH 0,1N
- HCl 0,1N
- Phenolphthalein 1%.

b. Cách pha các dung dịch:

- Dung dịch KOH 0,1N: Cân 5,6g KOH cho vào cốc 250ml, hòa tan bằng nước cất, chuyển vào bình định mức 1000ml, định mức tới vạch.
- Dung dịch phenolphthalein 1% trong cồn: Hòa tan 1 g phenolphthalein trong 100ml cồn 96^o.
- Dung dịch HCl 0,2N: Hút chính xác 8,4 ml HCl đậm đặc 37% (d=1.19 g/ml) cho vào bình định mức 1000ml. Thêm nước cất, định mức đến vạch.

c. Dụng cụ, thiết bị:

- Bình định mức 1000ml, 100ml
- Cốc thủy tinh
- Đũa thủy tinh
- Cân phân tích



Hình 5.2. Bình định mức



Hình 5.3. Cốc thủy tinh



Hình 5.4. Đũa thủy tinh



Hình 5.5. Cân phân tích

3.2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Kiểm tra hóa chất	KOH, HCl, phenolphtalein	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng
2	Chuẩn bị dung dịch chuẩn độ HCl 0,1N		
2.1	Lấy hóa chất	- Hóa chất HCl đậm đặc - Bình định mức 1000ml - Pipet	Hút chính xác 8,4ml HCl đậm đặc cho vào bình định mức có sẵn 500ml nước cất Hóa chất HCl không được đổ ra ngoài khi pha

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
2.2	Định mức	- Bình định mức 1000ml - Nước cất	Định mức đúng vạch Lắc đều
2.3	Định chuẩn dung dịch HCl 0,1N	- Na ₂ B ₄ O ₇ - Phenolphthalein 1%	Dung dịch HCl 0,1N pha từ hóa chất tinh khiết phải được kiểm tra lại nồng độ bằng Na ₂ B ₄ O ₇ .
2.4	Cho dung dịch HCl 0,1N vào lọ chứa	- Dung dịch HCl 0,1N - Lọ chứa	Dung dịch HCl 0,1N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có màu có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
3	Chuẩn bị dung dịch KOH 0,1N		
3.1	Lấy hóa chất	- KOH tinh thể - Nước cất - Pipet - Bình định mức 100ml	Hóa chất KOH được cân chính xác 5,6g (độ chính xác 10 ⁻⁴ g) Hóa chất KOH không được đổ ra ngoài khi pha
3.2	Định mức	- Nước cất - Bình định mức 1000 ml	Định mức phải đúng vạch
3.3	Cho KOH 0,1N vào lọ chứa	- Dung dịch KOH 0,1N	Dung dịch KOH 0,1N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
4	Chuẩn bị dung dịch phenolphthalein 1%		
4.1	Cân hóa chất phenolphthalein từ lọ hóa chất tinh khiết	- Phenolphthalein tinh khiết - Cân phân tích - Cốc 100ml	Hóa chất phenolphthalein không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 1 g phenolphthalein (sai số 10 ⁻⁴ g), phenolphthalein không được rơi vãi khi cân

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
4.2	Hòa tan phenolphtalein	- Cồn 96 ⁰ - Đũa thủy tinh	Phenolphtalein phải được hòa tan hoàn toàn bằng Cồn 96 ⁰
4.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
4.4	Cho dung dịch phenolphtalein 1% vào lọ chứa	- Phenolphtalein 1% vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch phenolphtalein 1% sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
5	Vệ sinh dụng cụ, cân	- Dụng cụ thủy tinh - Cân phân tích	Các dụng cụ thủy tinh phải rửa sạch và sấy khô ở 105 ⁰ C, 1 giờ Cân phải được vệ sinh theo tài liệu hướng dẫn.

3.2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định an toàn, có bảo hộ lao động như găng tay và khẩu trang khi tiếp xúc với hóa chất
- Cẩn thận khi tiếp xúc với HCl đậm đặc
- Hóa chất pha xong phải đậy kín nút chai
- Đọc kỹ hướng dẫn sử dụng khi thao tác trên cân phân tích.

3.2.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Nồng độ chất chuẩn HCl 0,1N không đúng	- Cân không chính xác - Hóa chất chưa được hòa tan hoàn toàn - Định mức chưa đúng - Hóa chất HCl chưa tinh khiết - Lọ chứa chất chuẩn HCl 0,1N chưa sạch	- Vận hành cân theo đúng hướng dẫn của tài liệu kỹ thuật - Cân chính xác lượng hóa chất đã tính toán trên cân phân tích - Để hóa chất HCl rơi vãi ra ngoài khi hút - Định mức đúng vạch

			- Phải chuẩn lại nồng độ HCl 0,1N vừa pha bằng Na ₂ B ₄ O ₇ . - Lọ chứa chất chuẩn HCl 0,1N phải khô, sạch
2	Chỉ thị Phenolphthalein không hòa tan khi pha	Dùng nước cất để pha chỉ thị. Phenolphthalein chỉ tan trong cồn	Dùng cồn 96 ⁰ để pha chỉ thị.

3.3. Chuẩn bị mẫu và trung hòa mẫu

3.3.1. Phương pháp thực hiện

- Phương pháp chuẩn bị mẫu:

Tùy thuộc vào hàm lượng ester trong mẫu (tính theo ethyl acetat) mà chuẩn bị những thể tích mẫu khác nhau:

+ Nếu hàm lượng ester trong mẫu (tính theo ethyl acetat) nhỏ hơn hoặc bằng 0,01%, hút 100ml mẫu.

+ Nếu hàm lượng ester trong mẫu (tính theo ethyl acetat) lớn hơn 0,01%, hút 50ml mẫu.

- Phương pháp trung hòa mẫu:

Rót phần mẫu thử vào bình cầu, thêm 20 ml nước cất và 0,5 ml dung dịch phenolphthalein

Trung hòa dung dịch bằng dung dịch KOH 0,1N cho đến khi màu hồng xuất hiện, tồn tại trong khoảng 15s.

3.3.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Hút mẫu cho vào bình cầu	Pipet, bình cầu đáy tròn, nước cất, phenolphthalein	Thẻ tích mẫu rượu: 50ml Thẻ tích nước cất: 20ml Phenolphthalein: 3 – 5 giọt
2	Trung hòa mẫu	Bình cầu đáy tròn chứa các hóa chất trên, KOH, bếp đun bình cầu	Nhỏ từ từ dung dịch KOH 0,1N vào trong bình cầu đến khi xuất hiện màu hồng bền 15s

3.3.3. Các chú ý về an toàn lao động

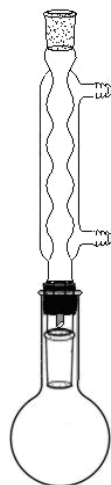
- Tuân thủ các quy định an toàn, có bảo hộ lao động như găng tay và khẩu trang khi tiếp xúc với hóa chất.

- Khi sử dụng bếp đun bình cầu cần tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng và các an toàn về điện.

3.4. Xà phòng hóa

3.4.1. Phương pháp xà phòng hóa

Thêm 20 ml dung dịch KOH. Lắp vào ống ngưng và gia nhiệt trong 1 h trong bồn cách thủy đang sôi. Lắp ống bẫy chứa soda-vôi vào đầu trên của ống ngưng và làm nguội bình trong nước. Tháo ống bẫy chứa soda-vôi ra và rửa bên trong ống ngưng bằng hai lần nước, mỗi lần 10 ml, gom nước rửa vào bình. Tháo bình ra và rửa cổ bình bằng 10 ml nước, lại gom nước rửa vào bình.



Hình 5.6. Hệ thống chưng cất hồi lưu

3.4.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Thêm KOH vào bình cầu	Bình cầu chứa mẫu, KOH 0,1N	Thể tích KOH 0,1N: 20ml
2	Lắp hệ thống ngưng hồi lưu	Bình cầu đáy tròn, ống ngưng, bếp cách thủy	Lắp theo hình 6.3. Đảm bảo hệ thống kín Nước làm lạnh hoạt động liên tục trong ống ngưng
3	Gia nhiệt cho phản ứng xà phòng hóa xảy ra	Hệ thống ngưng, bếp cách thủy	Cho hệ thống ngưng vào bếp cách thủy đang sôi Thời gian xà phòng hóa: 1h
4	Làm nguội bình cầu, tráng cả hệ thống ngưng cho vào bình nón	Nước cất, hệ thống ngưng, nước làm lạnh, bình tam giác	- Làm nguội hòa toàn dung dịch trong bình cầu. Chuyển vào bình tam giác - Tráng bình cầu và ống ngưng bằng nước cất

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			- Cho tất cả nước tráng vào bình tam giác trên.

3.4.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Khi lắp bộ chung cất hồi lưu cần thao tác nhẹ nhàng, bôi trơn các khớp nối, đảm bảo hệ thống kín.
- Đảm bảo nước làm lạnh trong ống ngưng hoạt động liên tục.
- Luôn theo dõi hoạt động của cả hệ thống ngưng để xử lý các sự cố kịp thời.

3.4.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Mức nước trong bếp cách thủy bị cạn	Nước bị hao hụt do bay hơi trong thời gian sôi 1 giờ	Thêm nước sôi vào bếp cách thủy nếu thấy hao hụt
2	Hệ thống ngưng bị quá nóng và dễ vỡ gây nguy hiểm	- Nước làm lạnh hoạt động không liên tục	- Thường xuyên kiểm tra hoạt động của nước làm lạnh
3	Thất thoát lượng cồn	Không tráng rửa ống sinh hàn khi kết thúc quá trình chưng cất	Tráng rửa đầu cuối ống sinh hàn bằng nước cất khi kết thúc chưng cất.

3.5. Chuẩn độ

3.5.1. Phương pháp chuẩn độ

Cẩn thận cho thêm 20ml HCl 0,1N vào bình nón chứa mẫu đã xà phòng hóa để trung hòa hết lượng KOH 0,1N dư. Dùng dung dịch KOH 0,1N để chuẩn độ hết lượng HCl 0,1N dư cho đến khi xuất hiện màu hồng. Số ml KOH đã dùng để chuẩn độ đúng bằng số ml KOH dùng để xà phòng hoá các ester trong rượu mẫu.

3.5.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Chuẩn bị buret	Buret, KOH 0,1N	- Tráng lại bằng dung dịch cần hút - Đuổi bọt khí, cho dung dịch HCl 0,2N về đến vạch 0

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
2	Chuẩn bị bình nón	Bình nón chứa mẫu thử đã xà phòng hóa, HCl 0,1N	Thêm 20ml HCl 0,1N vào bình nón
3	Chuẩn độ mẫu thử	Buret, KOH 0,1N Bình nón chứa mẫu thử đã xà phòng hóa	- Điểm tương đương: dung dịch trong bình nón xuất hiện màu hồng
4	Ghi lại số ml KOH 0,1N tiêu tốn cho mẫu thử	Bút, sổ ghi chép	Đọc kết quả chính xác 0,05 ml.

3.5.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Sử dụng các dụng cụ thủy tinh cẩn thận, tránh bể vỡ
- Tuân thủ các biện pháp bảo hộ lao động khi tiếp xúc với hóa chất
- Thao tác chuẩn độ thành thạo

3.5.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Chuẩn độ bị quá điểm tương đương	Nhỏ dung dịch HCl 0,1 N quá nhanh	Chuẩn độ nhỏ từng giọt HCl 0,1 N đến khi mất màu hồng.
2	Kết quả chuẩn độ bị sai số	Nồng độ KOH thay đổi không chính xác 0,1N	Tiến hành xác định lại nồng độ, hiệu chỉnh lại cho phù hợp

3.6. Tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm

3.6.1. Công thức tính kết quả

Hàm lượng ester (theo etylaxetat) được tính bằng mg/l theo công thức;

$$X = \frac{a \times 8,81 \times 1000}{V}$$

Trong đó:

- + a: Số ml KOH dùng để xà phòng hoá
- + 8,81: Số mg etylaxetat ứng với 1ml KOH 0,1N xà phòng hoá
- + V: Thể tích rượu mẫu đem phân tích.

3.6.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Tính kết quả hàm lượng ester trong mẫu	Máy tính cá nhân	Áp dụng đúng công thức theo các dạng mẫu Tính chính xác kết quả
2	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Ghi chính xác kết quả
3	Báo cáo thử nghiệm	Mẫu Báo cáo	Báo cáo phải được ghi đầy đủ về: - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả về thể tích KOH 0,1N dùng để chuẩn độ - Kết quả xác định hàm lượng ester

3.6.3. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Kết quả xác định hàm lượng ester trong mẫu không chính xác	Áp dụng chưa đúng công thức tính toán	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán

4. Thực hành xác định hàm lượng ester

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
1	Chuẩn bị dụng cụ, thiết bị	- Bình cầu đáy tròn, ống ngưng hồi lưu, Buret, Bình tam giác, Pipet, ống đong - Bếp đun bình cầu, Bếp cách thủy, Cân phân tích	Đầy đủ; Khô sạch; Trong tình trạng hoạt động tốt Các thiết bị phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt Hệ thống chưng cất hồi lưu phải được vệ sinh sạch sẽ trước khi sử dụng	- Dụng cụ bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ - Phải chú ý về an toàn điện khi kiểm tra cân phân tích, bếp đun bình cầu, bếp cách thủy

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
2	Chuẩn bị, kiểm tra, pha hóa chất	KOH, HCl, phenolphthalein.	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Pha đúng nồng độ yêu cầu	- Bảo hộ lao động khi pha hóa chất - Cần thận khi tiếp xúc với dung dịch acid H ₂ SO ₄ đậm đặc.
3	Chuẩn bị và trung hòa mẫu	Pipet, bình cầu đáy tròn, bếp đun bình cầu, nước cất, phenolphthalein	Thể tích mẫu rượu: 50ml Thể tích nước cất: 20ml Phenolphthalein: 3 – 5 giọt - Nhỏ từ từ dung dịch KOH 0,1N vào trong bình cầu đến khi xuất hiện màu hồng bền 15s	Khi sử dụng bếp đun bình cầu cần tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng và các an toàn về điện
4	Xà phòng hóa	Bình cầu chứa mẫu, KOH 0,1N Bình cầu đáy tròn, ống ngưng, bếp cách thủy	Lắp hệ thống chung cất kín Nước làm lạnh hoạt động liên tục trong ống ngưng - Cho hệ thống ngưng vào bếp cách thủy đang sôi Thời gian xà phòng hóa: 1h. - Làm nguội và tráng sạch bình	- Đảm bảo hệ thống chung cất kín, dễ tháo lắp - Đảm bảo nước làm lạnh trong ống sinh hàn hoạt động liên tục - Luôn theo dõi hoạt động của cả hệ thống ngưng để xử lý các sự cố kịp thời
5	Chuẩn độ	Buret, KOH 0,1N Bình nón chứa mẫu thử đã xà phòng hóa, HCl 0,1N	- Chuẩn bị buret đựng KOH đã đuổi bọt khí, điều chỉnh về vạch 0. - Thêm 20ml HCl 0,1N vào bình nón - Chuẩn độ đến điểm tương đương: dung dịch	- Sử dụng các dụng cụ thủy tinh cẩn thận, tránh bể vỡ - Thao tác chuẩn độ thành thạo

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
			trong bình nón xuất hiện màu hồng. - Chi lại số ml KOH 0,1N tiêu tốn.	
6	Tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm	- Máy tính cá nhân - Phiếu kết quả - Sổ lưu - Mẫu Báo cáo	Tính chính xác kết quả Báo cáo phải được ghi đầy đủ về: - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả về thể tích KOH 0,1N dùng để chuẩn độ - Kết quả xác định hàm lượng ester độ còn	
7	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ, máy	- Các dụng cụ thủy tinh - Cân phân tích - Bếp cách thủy - Bếp đun bình cầu	Sạch sẽ, đúng nơi quy định	- Tránh làm vỡ dụng cụ thủy tinh khi vệ sinh. - Khi ngừng máy, rút dây nguồn, rồi mới vệ sinh

BÀI 6: XÁC ĐỊNH ĐỘ ĐẮNG CỦA BIA

Mục tiêu:

- Nêu được khái niệm và ý nghĩa của độ đắng trong việc đánh giá chất lượng của bia;
- Trình bày được quy trình xác định độ đắng của bia;
- Sử dụng thành thạo các dụng cụ, thiết bị để xác định độ đắng của bia;
- Thực hiện thành thạo các thao tác trong quy trình xác định độ đắng của bia theo đúng trình tự, chính xác, đảm bảo an toàn;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ;
- Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng kiểm nghiệm;
- Có tinh thần hợp tác với đồng nghiệp.

1. Khái niệm về độ đắng của bia

Độ đắng của bia là thành phần có giá trị nhất của hoa houblon. Làm cho bia có vị đắng dịu, tạo ra một đặc tính cảm quan rất đặc biệt của bia. Khi hòa tan vào dịch đường và tồn tại trong bia, chất đắng là những hợp chất có hoạt tính sinh học cao tạo ra sức căng bề mặt giúp cho bia có khả năng giữ bọt lâu. Với nồng độ thấp các chất đắng cũng có khả năng ức chế rất mạnh các vi sinh vật, vì chúng có tính kháng khuẩn rất cao và do đó làm tăng độ bền của bia thành phẩm.

Nhóm acid đắng có hai loại:

- Alpha-acid: gồm humulone (35-70%), cohumulone (20-55%), adhumulone (10-15%), prehumulone (1-10%) và posthumulone (1-5%).
- Beta-acid: gồm lupulone (30-55%), colupulone (20-55%), adlupulone (5-10%), prelupulone (1-3%), postlupulone.

Vì vậy, độ đắng của bia là một trong những chỉ tiêu không thể thiếu trong phân tích bia.

2. Nguyên tắc xác định độ đắng của bia

Các chất đắng trong bia được chiết sẽ bị acid hoá bằng iso-octane. Sau khi ly tâm, độ hấp thụ của lớp iso-octane được đo tại bước sóng 275 nm, so với 1 mẫu iso-octane tinh khiết.

3. Quy trình thực hiện xác định độ đắng của bia

3.1. Chuẩn bị dụng cụ, máy, thiết bị

3.1.1. Dụng cụ, máy, thiết bị

Để xác định độ đắng của bia, dùng các dụng cụ sau:

- Máy so màu UV, cuvet silica 10 mm.
- Máy ly tâm, vận hành với tốc độ 3000 vòng/phút.
- Máy lắc tròn, biên độ dao động 2÷3cm.
- Hạt hình cầu thủy tinh.
- Pipet 0,5ml, 10ml và 20ml, cốc thủy tinh.



Hình 6.1. Máy lắc tròn



Hình 6.2. Máy so màu UV

3.1.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị dụng cụ	- Cốc thủy tinh - Pipet 0,5ml, 10ml và 20ml	Đầy đủ, khô sạch Trong tình trạng hoạt động tốt Phù hợp với phép thử
2	Chuẩn bị máy, thiết bị	- Máy so màu UV (cuvet thạch anh) - Máy ly tâm - Máy lắc tròn	Phải được kiểm tra và phải trong tình trạng hoạt động tốt Phù hợp với phép thử

3.1.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Dụng cụ bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ.
- Chú ý an toàn điện khi kiểm tra máy so màu, máy ly tâm, máy lắc tròn: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích điện.

3.1.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Dụng cụ không đạt yêu cầu	Dụng cụ không khô, sạch, nứt, vỡ	Phải rửa sạch, sấy khô dụng cụ trước khi thử nghiệm Thay dụng cụ khác nếu dụng cụ bị nứt vỡ
2	Cuvet không phù hợp với phép thử	Cuvet nhựa	Phải dùng cuvet thạch anh
3	Máy so màu, máy ly tâm, máy lắc tròn không hoạt động khi khởi động	Có thể do hở môi điện của dây điện nguồn (hoặc do nguyên nhân khác)	Kiểm tra các môi điện, có thể thay dây điện (nếu cần)

3.2. Chuẩn bị hóa chất

3.2.1. Cách pha hóa chất

a. Cách pha dung dịch HCl 6N

Pha loãng 50 ml HCl đậm đặc ($d=1,19$ g/ml; $C\%=37$) bằng nước cất và định mức đến 100 ml.

b. Iso-octane (2,2,4-trimethyl pentane)

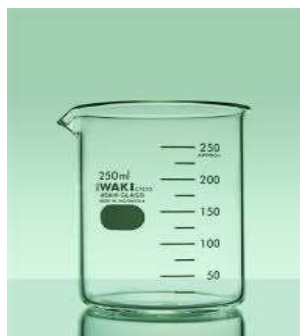
Iso-octane (2,2,4-trimethyl pentane) dùng cho máy đo quang phổ UV, độ hấp thụ của dung môi này phải dưới 0,010 khi đo ở 275nm trong cuvet 10mm, hiệu chỉnh bằng nước cất.

c. Dụng cụ, máy:

- Bình định mức 1000ml, 100ml
- Cốc thủy tinh
- Đũa thủy tinh
- Cân phân tích



Hình 6.3. Bình định mức



Hình 6.4. Cốc thủy tinh



Hình 6.5. Đũa thủy tinh



Hình 6.6. Cân phân tích

3.2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị dung dịch HCl 4N		

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1.1	Cho nước cất vào bình định mức	- Bình định mức 100 ml - Nước cất - Ống đong	Bình định mức khô sạch được cho vào khoảng 50 ml nước cất
1.2	Cho HCl đđ vào bình định mức	- Bình định mức 100 ml chứa nước cất - HCl đđ	Lấy chính xác 50ml HCl đđ cho vào bình định mức đã chứa nước cất, lắc đều.
1.3	Định mức	- Bình định mức 100 ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
1.4	Cho dung dịch HCl 4N pha loãng vào lọ chứa	- HCl vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch HCl 4N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
2	Chuẩn bị Iso-octane	- Iso-octane - Lọ chứa	Iso-octane đạt yêu cầu của phương pháp Được cho vào lọ chứa khô sạch, có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
3	Vệ sinh dụng cụ, cân	- Dụng cụ thủy tinh - Cân phân tích	Các dụng cụ thủy tinh phải rửa sạch và sấy khô ở 100°C, 1 giờ Cân phải được vệ sinh theo tài liệu hướng dẫn

3.2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Các dụng cụ: bình định mức, cốc, đĩa đều bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ khi sử dụng.
- Chú ý an toàn khi pha hóa chất: Mang găng tay khi pha hóa chất.
- Chú ý đến an toàn điện khi sử dụng cân phân tích: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích điện.

3.2.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Nồng độ dung dịch HCl không đúng	Lấy không đúng lượng hóa chất Định mức chưa đúng Lọ chứa chưa sạch	Lấy đúng lượng hóa chất Định mức đúng vạch Lọ chứa phải khô, sạch

3.3. Chuẩn bị mẫu

3.3.1. Phương pháp chuẩn bị mẫu

Mẫu bia được loại CO₂ và đưa về nhiệt độ tới khoảng 20°C trước khi phân tích.

* *Dụng cụ, thiết bị:*

- Cốc thủy tinh
- Đũa thủy tinh

3.3.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Loại CO ₂ của bia	- Mẫu bia - Cốc thủy tinh - Đũa thủy tinh	Cho vào cốc khoảng 100ml mẫu bia Dùng đũa thủy tinh khuấy bia cho hết bọt
2	Đưa mẫu bia về nhiệt độ 20 ⁰ C	- Mẫu bia đã loại CO ₂ - Tủ lạnh	Cho mẫu bia đã loại CO ₂ vào tủ lạnh ngăn mát khoảng 1 giờ trước khi phân tích.

3.3.3. Các chú ý về an toàn lao động

Tránh làm đổ vỡ khi sử dụng các dụng cụ thủy tinh.

3.3.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Mẫu sau khi chuẩn bị không đạt yêu cầu	Không đưa mẫu về nhiệt độ yêu cầu	Đưa mẫu về nhiệt độ yêu cầu

3.4. Chiết chất đắng trong bia

3.4.1. Phương pháp chiết chất đắng trong bia

Cho 10ml mẫu vào ống ly tâm. Thêm 0,5ml HCl, tiếp theo là 20ml iso-octane và 2-3 hạt thủy tinh. Lắc ống trong 15 phút ở 20°C±1°C, dùng máy lắc tròn đặt ở 130±5 vòng/phút. Ly tâm trong 3 phút ở 3000 vòng/phút.

* *Dụng cụ, hóa chất*

- Mẫu đã chuẩn bị
- Ống ly tâm, pipet
- Máy ly tâm
- Máy lắc tròn

3.4.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Cho mẫu bia vào ống ly tâm	- Mẫu bia đã chuẩn bị - Ống ly tâm	Lấy chính xác 10ml mẫu bia đã chuẩn bị cho vào ống ly tâm
2	Cho hóa chất vào mẫu bia	- Ống ly tâm chứa mẫu - HCl 6N - Iso-octane - Hạt thủy tinh	Cho tiếp vào ống ly tâm: 0,5ml HCl, 20ml iso-octane và 2-3 hạt thủy tinh
3	Lắc mẫu	- Máy lắc tròn - Ống ly tâm chứa hỗn hợp dịch	Đặt ống ly tâm vào máy lắc vòng Đặt ở chế độ 20°C, 130 vòng/phút Thực hiện lắc trong 15 ph
4	Ly tâm mẫu	- Ống ly tâm (vừa lắc) - Máy ly tâm	Đặt ống ly tâm vào máy ly tâm. Đậy nắp. Đặt chế độ 3000 vòng /ph Thực hiện ly tâm trong 3 phút
5	Tách phần dịch chiết của lớp iso-octane	- Ống ly tâm - Cuvet	Phần dịch trên trong suốt được tách cho vào cuvet

3.4.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tránh làm rơi, vỡ dụng cụ thủy tinh khi sử dụng.
- Chú ý an toàn điện khi sử dụng máy lắc tròn, máy ly tâm: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích điện.
- Khi sử dụng máy ly tâm phải chú ý đến an toàn điện, không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.
- Khi nghe tiếng kêu lạ hoặc mùi lạ phải dừng máy để kiểm tra.

3.4.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Phần dịch chiết chưa trong suốt	Không đảm bảo đúng các yêu cầu trong quá trình chiết	Phải tuân thủ đúng các yêu cầu trong quá trình chiết

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
2	Máy ly tâm bị nghiêng, khó ly tâm	Cho các ống vào máy ly tâm không đối xứng	Cho các ống vào máy ly tâm phải đối xứng. Nếu thiếu một ống, phải thêm 1 ống nước cất cho vào vị trí thiếu.

3.5. Đo độ hấp thụ

3.5.1. Phương pháp đo độ hấp thụ

Lấy dung dịch chiết đo độ hấp thụ ở bước sóng 275 ở cuvet 10mm so với iso-octane tinh khiết.

* *Dụng cụ, thiết bị, hóa chất:*

- Máy so màu UV
- Cuvet có chứa dịch chiết
- Nước cất

3.5.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Khởi động máy so màu	- Máy so màu UV	Cuvet không được có trong máy so màu trước khi khởi động. Kết nối máy so màu đúng nguồn điện Bật máy, phải chờ máy ổn định 15 phút
2	Chọn bước sóng, chế độ đo	- Máy so màu UV	Chọn bước sóng 275nm Chế độ đo là độ hấp thụ (A)
3	Chỉnh máy về không với iso-octane tinh khiết	- Iso-octane tinh khiết - Máy so màu UV - Cuvet	Phải tráng cuvet bằng iso-octane tinh khiết Cho iso-octane tinh khiết vào cuvet Dịch trong cuvet không được có bọt khí

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
			Cuvet phải được lau khô và đặt vào đúng vị trí của máy so màu Chỉnh máy về giá trị A=0.000
4	Đo độ hấp thụ của dịch chiết mẫu	- Máy so màu - Cuvet chứa dịch chiết	Đo độ hấp thụ của dịch chiết mẫu Đo 3 lần để lấy kết quả trung bình
5	Ghi kết quả đo độ hấp thụ	- Máy so màu - Sổ ghi chép	Kết quả đo độ hấp thụ được tính trung bình và phải được ghi chính xác được ký hiệu là A ₂₇₅

3.5.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Chú ý về an toàn hóa chất: Phải mang găng tay khi cho dung dịch màu ở ống nghiệm vào cuvet.
- Cần thận tránh làm vỡ, trầy xước cuvet.
- Khi vận hành máy so màu phải chú ý đến an toàn điện, không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.

3.5.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Máy so màu bị lỗi khi đo	Cuvet còn trong máy so màu khi khởi động	Phải kiểm tra khoang chứa cuvet trước khi khởi động
2	Độ hấp thụ thay đổi đáng kể giữa các lần đo	Dùng các cuvet khác nhau	Dùng một cuvet
3	Độ hấp thụ giảm dần	Cuvet có bọt khí	Dùng pipet cho mẫu vào cuvet

3.6. Tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm

3.6.1. Phương pháp tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm

a. Phương pháp tính kết quả:

- Độ hấp thụ, X, tính bằng đơn vị độ hấp thụ (BU), theo công thức sau:

$$X = A_{275} \times 50$$

Trong đó:

A₂₇₅ là độ hấp thụ đo được ở bước sóng 275 nm.

Lấy kết quả chính xác đến 0,5 đơn vị BU.

- Độ đắng của mẫu bia:

Độ đắng của mẫu bia được tính là trung bình cộng của 2 lần thử nghiệm.

b. Phương pháp ghi kết quả

Ghi kết quả vào phiếu kết quả và số lưu theo mẫu.

c. Phương pháp viết báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm được viết theo mẫu.

3.6.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Tính kết quả độ đắng của các lần thử nghiệm	Máy tính cá nhân	Áp dụng đúng công thức Tính chính xác kết quả
2	Tính độ đắng của mẫu bia	Máy tính cá nhân	Trung bình cộng của các lần thử nghiệm
2	Ghi kết quả vào phiếu và số lưu	- Phiếu kết quả - Số lưu	Kết quả thử nghiệm được ghi chính xác, trung thực
3	Báo cáo thử nghiệm	- Mẫu Báo cáo	Báo cáo phải được ghi đầy đủ và chính xác về: - Loại mẫu thử - Ngày thử nghiệm - Người thử nghiệm - Phương pháp thử nghiệm - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả chuẩn độ - Kết quả độ đắng của bia - Phân tích các nguyên nhân gây sai số trong quá trình xác định và cách khắc phục.

3.6.3. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Kết quả không đảm bảo độ tin cậy	Chỉ làm 1 lần thử nghiệm	Phải làm ít nhất 2 lần thử nghiệm song song để lấy kết quả trung bình

4. Thực hành xác định độ đắng của bia

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
1	Chuẩn bị dụng cụ, máy, thiết bị	- Cốc thủy tinh, pipet - Máy lắc tròn - Máy ly tâm - Máy so màu	Khô, sạch và trong tình trạng hoạt động tốt Đầy đủ	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Chú ý về an toàn điện khi kiểm tra máy, thiết bị
2	Chuẩn bị hóa chất	- Dung dịch HCl 6M - Iso- octan - Cân phân tích	Các dung dịch phải đúng nồng độ	Không để hóa chất dính vào tay, phải đeo găng tay khi pha hóa chất Vận hành cân theo Tài liệu hướng dẫn
3	Chuẩn bị mẫu	- Cốc thủy tinh - Máy ly tâm - Đũa thủy tinh	Mẫu phải chuẩn bị theo yêu cầu của phương pháp	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh
4	Chiết chất đắng trong bia	- Bếp lắc tròn - Máy ly tâm	Thực hiện theo đúng trình tự an toàn, chính xác	Chú ý về an toàn điện khi sử dụng bếp điện
5	Đo độ hấp thụ	- Máy so màu - Cuvét	Độ hấp thụ phải chính xác	Lưu ý an toàn điện, vận hành máy so màu theo tài liệu kỹ thuật
6	Tính, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm	- Phiếu ghi kết quả - Sổ lưu - Mẫu báo cáo	Áp dụng đúng công thức và tính kết quả chính xác	

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
			Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu chính xác Báo cáo phải đầy đủ theo yêu cầu	
7	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ, máy, hóa chất	- Cốc thủy tinh, pipet - Máy so màu - Bếp điện - Máy ly tâm - Các hóa chất đã dùng	Vệ sinh theo đúng yêu cầu kỹ thuật Sắp xếp theo đúng quy định	Lưu ý tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Vệ sinh các máy theo tài liệu kỹ thuật

BÀI 7: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG DIACETYL

Mục tiêu:

- Nêu được khái niệm và ý nghĩa của hàm lượng diacetyl trong việc đánh giá chất lượng của bia;
- Trình bày được quy trình xác định hàm lượng diacetyl của bia;
- Sử dụng thành thạo các dụng cụ, thiết bị để xác định hàm lượng diacetyl của bia;
- Thực hiện thành thạo các thao tác trong quy trình xác định hàm lượng diacetyl của bia, theo đúng trình tự, chính xác, đảm bảo an toàn;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ;
- Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng kiểm nghiệm;
- Có tinh thần hợp tác với đồng nghiệp.

1. Khái niệm về hàm lượng diacetyl

Trong quá trình lên men bia, ngoài sản phẩm chủ yếu là cồn, còn tạo ra nhiều sản phẩm phụ khác, trong đó có diacetyl.

Diacetyl là chất độc gây kìm hãm sự trao đổi chất, có ảnh hưởng đến sự sinh sản, độ lắng, độ đục làm cho men tạo ra mùi vị lạ khó chịu, gây đau đầu và ảnh hưởng đến hệ thần kinh của người tiêu dùng.

Vì vậy, hàm lượng diacetyl là một trong những chỉ tiêu không thể thiếu trong phân tích bia.

2. Nguyên tắc xác định hàm lượng diacetyl

Tách các chất diceton từ bia bằng cách chưng cất. Cho phản ứng phần chưng cất được với dung dịch O-fenilendiamin và tạo được chất dẫn xuất của quinolsalin. Acid hoá và đo quang phổ các chất thu được từ phản ứng. Tính nồng độ các chất diceton nhờ một hệ số được xác định qua chất chuẩn.

3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng diacetyl

3.1. Chuẩn bị dụng cụ, máy, thiết bị

3.1.1. Dụng cụ, máy, thiết bị

Để xác định hàm lượng diacetyl, dùng các dụng cụ máy, thiết bị sau:

- Bộ chưng cất Parnas hay Markam, để chưng cất hơi nước có thể chứa mẫu đến 100 ml
- Ống đong chia vạch, 25 ml và 100 ml
- Pipet
- Ống nghiệm
- Máy so màu dùng tia tử ngoại
- Cuvét thạch anh, 10 mm
- Máy ly tâm



Hình 7.1. Bộ chưng cất



Hình 7.2. Máy ly tâm



Hình 7.3. Máy so màu tử ngoại



Hình 7.4. Cuvet thạch anh

3.1.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị dụng cụ	- Cốc thủy tinh - Ống đong 25 ml và 100 ml - Pipet	Đầy đủ, khô sạch Trong tình trạng hoạt động tốt Phù hợp với phép thử
2	Chuẩn bị bộ chưng cất	- Bộ chưng cất gồm: + Bình cất + Ống làm lạnh + Bình thu + Bếp điện	Phải được kiểm tra và phải trong tình trạng hoạt động tốt Phù hợp với phép thử
2	Chuẩn bị máy, thiết bị	- Máy so màu dùng tia tử ngoại (kèm cuvet thạch anh)	Phải được kiểm tra và phải trong tình trạng hoạt động tốt

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		- Máy ly tâm	Phù hợp với phép thử

3.1.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Dụng cụ bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ.
- Chú ý an toàn điện khi kiểm tra Máy so màu, máy ly tâm, bếp điện: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích điện.

3.1.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Máy so màu, máy ly tâm, bếp điện không hoạt động khi khởi động	Có thể do hở mối điện của dây điện nguồn (hoặc do nguyên nhân khác)	Kiểm tra các mối điện, có thể thay dây điện (nếu cần)
2	Dụng cụ không đạt yêu cầu	Dụng cụ không khô, sạch, nứt, vỡ	Phải rửa sạch, sấy khô dụng cụ trước khi thử nghiệm Thay dụng cụ khác nếu dụng cụ bị nứt vỡ

3.2. Chuẩn bị hóa chất

3.2.1. Cách pha hóa chất

a. Cách pha dung dịch HCl 4N

Pha loãng 33 ml HCl đậm đặc ($d=1,19 \text{ g/ml}$; $C\%=37$) bằng nước cất và định mức đến 100 ml.

b. Cách pha dung dịch O-fenilendiamin 10(g/l)

Hòa tan 10 g O-fenilendiamin trong dung dịch HCl 4M, chuẩn bị cùng một ngày và bảo quản chỗ tối.

c. Cách pha dung dịch diacetyl gốc, 5(g/l)

Hòa tan 5 g diacetyl tinh khiết trong nước cất, định mức ở bình định mức 1000ml. Bảo quản dung dịch này trong lọ thủy tinh màu nâu và để ở trong tủ lạnh. Thời gian bảo quản là 6 tháng.

d. Dung dịch diacetyl chuẩn, 250(mg/l):

Hút 5 ml dung dịch gốc vào bình định mức 100ml và định mức bằng nước cất tới vạch. Bảo quản dung dịch trong lọ thủy tinh màu nâu, trong tủ lạnh, 6 tháng.

e. Dụng cụ, máy:

- Bình định mức 1000ml, 100ml
- Cốc thủy tinh

- Đũa thủy tinh

- Cân phân tích

3.2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	<i>Chuẩn bị dung dịch HCl 4N</i>		
1.1	Cho nước cất vào bình định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất - Ống đong	Bình định mức khô sạch được cho vào khoảng 50ml nước cất
1.2	Cho HCl đđ vào bình định mức	- Bình định mức 100ml chứa nước cất - HCl đđ	Lấy chính xác 33ml HCl đđ cho vào bình định mức đã chứa nước cất, lắc đều.
1.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
1.4	Cho dung dịch HCl 4N pha loãng vào lọ chứa	- HCl vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	DD HCl 4N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
2	<i>Chuẩn bị dung dịch O-fenilendiamin 10(g/l)</i>		
2.1	Cân hóa chất	- O-fenilendiamin tinh khiết - Cân phân tích - Cốc	Cân chính xác 10g O-fenilendiamin tinh khiết vào cốc Hóa chất không được rơi vãi ra ngoài khi cân.
2.2	Hòa tan hóa chất	- HCl 4N - Đũa thủy tinh	O-fenilendiamin phải được hòa tan hoàn toàn bằng dung dịch HCl 4N khi pha.
2.3	Chuyển sang bình định mức	- Bình định mức 1000ml - HCl 4N	Dung dịch O-fenilendiamin được chuyển sang bình định mức, tráng cốc (2-3 lần) chuyển vào bình định mức

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
2.4	Định mức	- Bình định mức 1000ml - HCl 4N	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
2.5	Cho dung dịch O-fenilendiamin vào lọ chứa	- Dung dịch O-fenilendiamin - Lọ chứa	DD O-fenilendiamin sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, tối màu có dán nhãn (tên hóa chất, ngày pha, người pha). Bảo quản chỗ tối
3	<i>Chuẩn bị dung dịch diacetyl gốc, 5(g/l)</i>		
3.1	Cân hóa chất	- Diacetyl tinh khiết - Cân phân tích - Cốc	Cân chính xác 5g diacetyl vào cốc Hóa chất không được rơi vãi ra ngoài khi cân.
3.2	Hòa tan hóa chất	- Nước cất - Đũa thủy tinh	Diacetyl phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất khi pha.
3.3	Chuyển dung dịch diacetyl sang bình định mức	- Bình định mức 1000ml - Dung dịch diacetyl	Dung dịch diacetyl được chuyển sang bình định mức, tráng cốc (2-3 lần) chuyển vào bình định mức
3.4	Định mức	- Bình định mức 1000ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
3.5	Cho diacetyl gốc 5(g/l) vào lọ chứa	- Dung dịch diacetyl gốc 5(g/l) - Lọ chứa	Dung dịch diacetyl gốc 5(g/l) sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, tối màu có dán nhãn (tên hóa chất, ngày pha, người pha). Bảo quản nhiệt độ 4-5 ⁰ C, trong 6 tháng
4	<i>Chuẩn bị dung dịch diacetyl chuẩn 250 (mg/l)</i>		
4.1	Lấy hóa chất	- DD diacetyl gốc 5(g/l) - Bình định mức 100ml - Pipet	Cho khoảng 50ml nước cất vào bình định mức 100ml. Lấy chính xác 5ml diacetyl gốc 5(g/l) cho thêm vào bình định mức 100ml

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
4.2	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
4.3	Cho dung dịch diacetyl chuẩn 250 (mg/l) vào lọ chứa	- Dung dịch diacetyl chuẩn 250 (mg/l) - Lọ chứa	Dung dịch diacetyl chuẩn 250 (mg/l) sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, tối màu có dán nhãn (tên hóa chất, ngày pha, người pha). Bảo quản nhiệt độ 4-5 ⁰ C, trong 6 tháng
5	Vệ sinh dụng cụ, cân	- Dụng cụ thủy tinh - Cân phân tích	Các dụng cụ thủy tinh phải rửa sạch và sấy khô ở 100 ⁰ C, 1 giờ Cân phải được vệ sinh theo tài liệu hướng dẫn

3.2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Các dụng cụ: bình định mức, cốc, đũa đều bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ khi sử dụng.

- Chú ý an toàn khi pha hóa chất: mang găng tay khi pha hóa chất.

- Cần phải hết sức cẩn thận khi pha dung dịch O-fenilendiamin vì nó độc và có thể gây dị ứng.

- Chú ý đến an toàn điện khi sử dụng cân phân tích: không để dây điện ướt chạm vào phích cắm điện, ổ điện.

3.2.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Nồng độ dung dịch O-fenilendiamin không đúng	Hóa chất không được hòa tan hoàn toàn Định mức chưa đúng Lọ chứa chưa sạch, không màu	Hòa tan hoàn toàn hóa chất Định mức đúng vạch Lọ chứa phải khô, sạch và tối màu
2	Nồng độ dung dịch diacetyl gốc (5g/l), và dung dịch diacetyl chuẩn 250 (mg/l)	Hóa chất không được hòa tan hoàn toàn Định mức chưa đúng Lọ chứa chưa sạch, không màu	Hòa tan hoàn toàn hóa chất Định mức đúng vạch Lọ chứa phải khô, sạch và tối màu

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
		Bảo quản chưa đúng điều kiện nhiệt độ	Bảo quản đúng điều kiện nhiệt độ 4-5 ⁰ C (trong tủ lạnh)

3.3. Chuẩn bị mẫu

3.3.1. Phương pháp chuẩn bị mẫu

Mẫu bia được loại CO₂ và loại nấm men (nếu còn) bằng cách ly tâm mẫu để thu bia tinh khiết.

* *Dụng cụ, thiết bị:*

- Cốc thủy tinh
- Máy ly tâm

3.3.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Loại CO ₂ của bia	- Mẫu bia - Cốc thủy tinh - Đũa thủy tinh	Cho vào cốc khoảng 200ml mẫu bia Dùng đũa thủy tinh khuấy bia cho hết bọt
2	Ly tâm mẫu	- Mẫu bia đã loại CO ₂ - Máy ly tâm - Ống ly tâm - Cốc thủy tinh	Cho mẫu bia đã loại CO ₂ vào các ống ly tâm, đậy nút ống ly tâm cẩn thận. Đặt các ống ly tâm vào máy ly tâm đúng vị trí. Ly tâm để tách nấm men bia của mẫu. Dịch bia sau khi ly tâm phải trong suốt được cho vào cốc thủy tinh khô, sạch.

3.3.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tránh làm đổ vỡ khi sử dụng các dụng cụ thủy tinh.
- Khi sử dụng máy ly tâm phải chú ý đến an toàn điện, không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.
- Khi nghe tiếng kêu lạ hoặc mùi lạ phải dừng máy để kiểm tra.

3.3.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Mẫu chuẩn bị không đạt yêu cầu	Mẫu chưa được loại hết CO ₂	Phải loại hết CO ₂ trong mẫu
2	Máy ly tâm bị nghiêng, khó ly tâm	Cho các ống vào máy ly tâm không đối xứng	Cho các ống vào máy ly tâm phải đối xứng. Nếu thiếu một ống, phải thêm 1 ống nước cất cho vào vị trí thiếu.

3.4. Chung cất mẫu

3.4.1. Phương pháp chung cất mẫu

Lấy 100ml mẫu bằng ống đong và đưa mẫu vào bình cất.

Chung cất mẫu đến khi thu được 25ml dịch cất sao cho thời gian đun nóng không quá 6 phút và thời gian chung cất từ 8-10 phút.

* *Dụng cụ, hóa chất*

- Mẫu đã chuẩn bị
- Bộ chung cất: gồm bình cất, ống làm lạnh, bình thu
- Bếp điện
- Ống đong

3.4.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Cho bia vào bình cất	- Bình cất - Ống đong	Bình cất được cho vào 100ml bia mẫu
2	Lắp bộ chung cất	- Bộ chung cất	Lắp đúng kỹ thuật Kiểm tra các khớp nối
3	Kiểm tra nước làm lạnh	- Nước làm lạnh - Ống làm lạnh	Gắn ống làm lạnh của bộ chung cất với ống làm lạnh đúng yêu cầu Nếu không có nước làm lạnh (hoặc nước làm lạnh yếu không đủ) thì không tiến hành chung cất
4	Tiến hành chung cất	- Bộ chung cất - Bếp điện	Đun sôi dịch bia trong bình cất sao cho thời gian đun không quá 6 phút. Chung cất đến khi dịch cất thu được 25ml

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
			Điều chỉnh nguồn nhiệt sao cho thời gian chung cất 8-10 phút

3.4.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tránh làm rơi, vỡ dụng cụ thủy tinh khi sử dụng.
- Chú ý an toàn điện khi sử dụng bếp điện: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích điện.

3.4.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Dung dịch trong bình cất bị trào trong quá trình cất	Không loại CO ₂ của mẫu trước	Loại CO ₂ của mẫu trước

3.5. Thực hiện phản ứng tạo màu mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn

3.5.1. Phương pháp thực hiện phản ứng tạo màu mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn

a. Phương pháp thực hiện phản ứng tạo màu thử:

Cho vào ống nghiệm 10ml dịch cất mẫu. Thêm 0,5ml dung dịch O-fenilendiamin vào lắc đều hỗn hợp. Để yên trong chỗ tối khoảng 20÷30 phút. Thêm 2ml dung dịch HCl 4N vào hỗn hợp phản ứng.

b. Phương pháp thực hiện phản ứng tạo màu trắng:

Cho vào ống nghiệm 10ml nước cất. Thêm 0,5ml dung dịch O-fenilendiamin vào lắc đều hỗn hợp. Để yên trong chỗ tối khoảng 20÷30 phút. Thêm 2ml dung dịch HCl 4N vào hỗn hợp phản ứng.

c. Phương pháp thực hiện phản ứng tạo màu chuẩn:

Cho vào ống nghiệm 9,9ml nước cất, 0,1ml dung dịch diacetyl chuẩn và lắc đều. Thêm 0,5ml dung dịch O-fenilendiamin vào lắc đều hỗn hợp. Để yên trong chỗ tối khoảng 20-30 phút. Thêm 2ml dung dịch HCl 4N vào hỗn hợp phản ứng.

b. Dụng cụ, hóa chất:

- Ống nghiệm: 3 ống được dán nhãn M, T, C lần lượt được dùng cho mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn
- Dung dịch O-fenilendiamin
- Dung dịch HCl 4N
- Dung dịch diacetyl chuẩn

3.5.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Chuẩn bị các ống nghiệm cho các mẫu: mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn	- Ống nghiệm: 3 ống - Nhãn - Keo dán	Các ống nghiệm phải khô, sạch được dán các nhãn: M, T, C tương ứng dùng cho các mẫu: mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn
2	<i>Cho các dung dịch mẫu (mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn) vào các ống nghiệm</i>		
2.1	Cho dung dịch mẫu thử vào ống nghiệm	- Ống nghiệm đã nhãn M - Dịch cát mẫu bia - Pipet	Dịch cát mẫu được lắc đều và cho chính xác 10ml vào ống nghiệm M
2.2	Cho dung dịch mẫu trắng vào ống nghiệm	- Ống nghiệm đã nhãn T - Nước cất - Pipet	Cho chính xác 10ml nước cất vào ống nghiệm T
2.3	Cho dung dịch mẫu chuẩn vào ống nghiệm	- Ống nghiệm đã nhãn C - Dung dịch diacetyl chuẩn - Nước cất - Pipet	Cho chính xác 9,9ml nước cất và 0,1ml dung dịch diacetyl chuẩn vào ống nghiệm C
3	Thực hiện phản ứng tạo màu cho các mẫu	- Các ống nghiệm M, T, C - Dung dịch O-fenilendiamin - HCl 4N - Pipet	Các ống nghiệm M, T, C được cho vào mỗi ống: 0,5ml dd O-fenilendiamin Mỗi ống nghiệm được lắc đều, để yên trong bóng tối 20-30 phút. Mỗi ống nghiệm được tiếp tục cho vào 2ml HCl 4N và lắc đều. Thu được các dung dịch màu của các dung dịch mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn.

3.5.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Chú ý về an toàn hóa chất: Phải mang găng tay khi lấy hóa chất.

- Cần phải hết sức cẩn thận khi sử dụng với dung dịch O-fenilendiamin vì nó độc và có thể gây dị ứng.

- Tránh làm đổ vỡ khi sử dụng các dụng cụ thủy tinh.

3.5.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Các dung dịch mẫu chưa tạo màu đúng	Thực hiện không đúng các điều kiện phản ứng	Thực hiện đảm bảo các điều kiện phản ứng

3.6. Đo độ hấp thụ

3.6.1. Phương pháp đo độ hấp thụ

Các dung dịch màu tạo được bởi dung dịch mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn được đo độ hấp thụ ở bước sóng 335nm, trên Máy so màu tử ngoại.

* *Dụng cụ, thiết bị, hóa chất:*

- Các ống nghiệm chứa các dung dịch màu
- Máy so màu tử ngoại
- Cuvet thạch anh
- Nước cất

3.6.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Khởi động máy so màu	- Máy so màu tử ngoại	Cuvet không được có trong máy so màu trước khi khởi động. Kết nối máy so màu đúng nguồn điện Bật máy, phải chờ máy ổn định 15 phút
2	Chọn bước sóng, chế độ đo	- Máy so màu	Chọn bước sóng 335nm Chế độ đo là độ hấp thụ
3	Kiểm tra máy so màu với nước cất	- Máy so màu tử ngoại - Cuvet thạch anh - Nước cất	Cho cuvet vào khoang đúng khoang chứa cuvet của máy

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			Kiểm tra độ truyền quang (T) của nước cất, chỉnh máy để T=100% Kiểm tra độ hấp thụ (A) của nước cất, chỉnh máy để A=0.000
4	Cho dung dịch màu của các dung dịch mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn lần lượt vào cuvet	- 3 ống nghiệm chứa dung dịch màu (của các dung dịch mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn) - Máy so màu - Cuvet	Phải tráng cuvet bằng dung dịch cần đo Cho các dung dịch màu (của các dung dịch mẫu thử, mẫu trắng, mẫu chuẩn) vào gần đầy cuvet Dịch trong cuvet không được có bọt khí Cuvet phải được lau khô và đặt vào đúng vị trí của máy so màu
5	Đo độ hấp thụ của các dung dịch màu	- Máy so màu - Cuvet	Lần lượt đo độ hấp thụ của mẫu thử, mẫu trắng và mẫu chuẩn Đo 3 lần để lấy kết quả trung bình
6	Ghi kết quả đo độ hấp thụ	- Máy so màu - Sổ ghi chép	Kết quả đo độ hấp thụ được tính trung bình và phải được ghi chính xác Độ hấp thụ của mẫu thử là giá trị A_{335} Độ hấp thụ của mẫu trắng là giá trị A_b Độ hấp thụ của mẫu chuẩn là giá trị A_{st}

3.6.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Chú ý về an toàn hóa chất: Phải mang găng tay khi cho dung dịch màu ở ống nghiệm vào cuvet.

- Cần thận tránh làm vỡ, trầy xước cuvet.

- Khi vận hành máy so màu phải chú ý đến an toàn điện, không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.

3.6.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Máy so màu bị lỗi khi đo	Cuvet còn trong máy so màu khi khởi động	Phải kiểm tra khoang chứa cuvet trước khi khởi động
2	Độ hấp thụ thay đổi đáng kể giữa các lần đo	Dùng các cuvet khác nhau	Dùng một cuvet
3	Độ hấp thụ giảm dần	Cuvet có bọt khí	Dùng pipet cho mẫu vào cuvet

3.7. Tính kết quả, ghi kết quả, báo cáo thử nghiệm

3.7.1. Phương pháp tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm

a. Phương pháp tính kết quả

- Hàm lượng các chất diacetyl tính bằng (mg/l) theo công thức:

$$X = \frac{A_{335} - A_b}{A_{st} - A_b} \cdot 0,625$$

Lưu ý: Mẫu số ($A_{st} - A_b$) phải xấp xỉ 0,230

- Hàm lượng các chất diacetyl của mẫu

Hàm lượng các chất diacetyl của mẫu được tính là trung bình cộng của 2 lần thử nghiệm.

b. Phương pháp ghi kết quả

Ghi kết quả vào phiếu kết quả và số lưu theo mẫu.

c. Phương pháp viết báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm được viết theo mẫu.

3.7.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Tính kết quả hàm lượng diacetyl các lần thử nghiệm	Máy tính cá nhân	Áp dụng đúng công thức Tính chính xác kết quả

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
2	Hàm lượng acid dễ bay hơi của mẫu	Máy tính cá nhân	Trung bình cộng của các lần thử nghiệm
3	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Kết quả thử nghiệm được ghi chính xác, trung thực
4	Báo cáo thử nghiệm	Mẫu Báo cáo	Báo cáo phải được ghi đầy đủ về: - Loại mẫu thử - Ngày thử nghiệm - Người thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả chuẩn độ - Kết quả hàm lượng diacetyl - Phân tích các nguyên nhân gây sai số trong quá trình xác định và cách khắc phục.

3.7.3. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Mẫu số ($A_{st} - A_b$) không xấp xỉ 0,230	Không biết nguyên nhân	Chuẩn bị mẫu và dung dịch mới làm lại từ đầu
2	Kết quả không đảm bảo độ tin cậy	Chỉ làm 1 lần thử nghiệm	Phải làm ít nhất 2 lần thử nghiệm song song để lấy kết quả trung bình

4. Thực hành xác định hàm lượng diacetyl của mẫu bia

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
1	Chuẩn bị dụng cụ, máy, thiết bị	- Cốc thủy tinh, pipet, ống nghiệm, ống đong - Bộ chung cất - Máy ly tâm - Máy so màu	Khô, sạch và trong tình trạng hoạt động tốt Đầy đủ	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Chú ý về an toàn điện khi kiểm tra máy, thiết bị
2	Chuẩn bị hóa chất	- HCl 4M - O-fenilendiamin - Diacetyl gốc và chuẩn - Cân phân tích	Các dung dịch phải đúng nồng độ	Không để hóa chất dính vào tay, phải đeo găng tay khi pha hóa chất
3	Chuẩn bị mẫu	- Cốc thủy tinh - Máy ly tâm - Đũa thủy tinh	Mẫu phải chuẩn bị theo yêu cầu của phương pháp	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh
4	Chung cất mẫu	- Bộ chung cất - Bếp điện	Thực hiện theo đúng trình tự an toàn, chính xác	Chú ý về an toàn điện khi sử dụng bếp điện
5	Thực hiện phản ứng tạo màu	- HCl 4M - O-fenilendiamin - Diacetyl chuẩn	Thực hiện phản ứng theo đúng trình tự an toàn, chính xác	Phải đeo găng tay khi sử dụng hóa chất

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
6	Đo độ hấp thụ	- Máy so màu - Cuvét	Độ hấp thụ phải tương ứng với nồng độ của các dung dịch màu	Vận hành máy so màu theo tài liệu kỹ thuật
7	Tính, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm	- Phiếu ghi kết quả - Sổ lưu - Mẫu báo cáo	Áp dụng đúng công thức và tính kết quả chính xác Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu chính xác Báo cáo phải đầy đủ theo yêu cầu	
8	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ, máy, hóa chất	- Cốc thủy tinh, pipet, ống nghiệm, ống đong - Máy so màu - Máy ly tâm - Các hóa chất đã dùng	Vệ sinh theo đúng yêu cầu kỹ thuật Sắp xếp theo đúng quy định	Lưu ý tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Vệ sinh các máy theo tài liệu kỹ thuật

BÀI 8: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ALDEHYDE

Mục tiêu:

- Trình bày được khái niệm và ý nghĩa của aldehyde trong việc đánh giá chất lượng của bia, rượu;
- Trình bày được quy trình xác định aldehyde;
- Sử dụng thành thạo các dụng cụ, thiết bị để xác định aldehyde;
- Thực hiện thành thạo các thao tác trong quy trình xác định aldehyde theo đúng trình tự, chính xác, đảm bảo an toàn;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ;
- Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng kiểm nghiệm;
- Có tinh thần hợp tác với đồng nghiệp.

1. Khái niệm về hàm lượng aldehyde

Aldehyde là một trong những độc tố của rượu. Aldehyde là nguyên nhân chính gây nên vị sốc của rượu, làm cho rượu trở nên khó uống và có hại đến sức khỏe người tiêu dùng, làm cho hệ tuần hoàn và hệ tiêu hóa hoạt động mạnh, huyết áp cao và gây nhức đầu.

Vì vậy, hàm lượng aldehyde là một trong những chỉ tiêu không thể thiếu trong phân tích rượu.

2. Nguyên tắc xác định hàm lượng aldehyde

Dùng phương pháp chuẩn độ Iod

Bản chất của phương pháp này là aldehyde kết hợp với bisunfit tạo thành hợp chất cộng bền, từ đó xác định như sau:

Cho aldehyde của rượu kết hợp với lượng thừa bisunfit, phá hủy lượng thừa bisunfit bằng dung dịch I_2 . Sau đó giải phóng bisunfit và chuẩn độ lượng bisunfit này bằng chất chuẩn I_2 với chỉ thị hồ tinh bột.

3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng aldehyde

3.1. Chuẩn bị dụng cụ

3.1.1. Dụng cụ

Để xác định hàm lượng aldehyde, dùng các dụng cụ sau:

- Cốc thủy tinh
- Bình cầu: dung tích 750 ml hoặc 1000 ml
- Buret: 10 ml và 25 ml, pipet

3.1.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Kiểm tra số lượng, chủng loại	- Cốc thủy tinh	Đầy đủ

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		- Bình cầu - Pipet - Buret	Đúng chủng loại
2	Kiểm tra yêu cầu đối với dụng cụ	- Cốc thủy tinh - Bình cầu - Pipet - Buret	Khô sạch Trong tình trạng hoạt động tốt Phù hợp với phép thử

3.1.3. Các chú ý về an toàn lao động

Dụng cụ bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ.

3.1.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Dụng cụ chưa khô sạch	Do chưa rửa và sấy khô	Phải rửa và sấy khô dụng cụ
3	Dụng cụ chưa đạt yêu cầu	Dụng cụ bị nứt, mẻ	Thay mới dụng cụ

3.2. Chuẩn bị hóa chất

3.2.1. Cách pha hóa chất

a. Cách pha dung dịch HCl loãng

Pha loãng 250 ml HCl đậm đặc bằng nước cất trong bình định mức 1000 ml đã chứa sẵn 500ml nước cất, định mức đến vạch.

b. Cách pha dung dịch kali metabisulfit ($K_2S_2O_5$)

Hòa tan 15 g $K_2S_2O_5$ trong nước, bổ sung 70 ml dung dịch HCl đã trong bình định mức 1000ml và thêm nước cất đến vạch.

c. Cách pha dung dịch photphat-EDTA

Hòa tan 200 g $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ và 4,5 g Na_2H_2EDTA trong nước cất và định mức trong bình đến 1000 ml.

d. Cách pha dung dịch hồ tinh bột (0,2g/100ml)

Cân 0,2g hồ tinh bột, hòa tan trong 30 ml nước cất, thêm nước sôi đến 100ml. Đun sôi, để nguội.

e. Cách pha dung dịch natri borat

Hòa tan 100g H_3BO_3 với 170g NaOH và pha loãng bằng nước cất, định mức trong bình 1000ml

f. Cách pha dung dịch I₂ 0,1N

Hòa tan 12,7g I₂ trong dung dịch KI (20g KI trong 50ml nước cất), chuyển vào bình định mức 1000ml, thêm nước cất đến vạch, lắc đều. Chuẩn lại nồng độ của dung dịch I₂ vừa pha bằng Na₂S₂O₃ 0,1N

g. Cách pha dung dịch I₂ 0,1N

Lấy 50 ml dung dịch I₂ 0,1N cho vào bình định mức 100ml, thêm nước cất đến vạch lắc đều.

c. Dụng cụ, máy:

- Bình định mức 1000ml, 100ml
- Cốc thủy tinh
- Đũa thủy tinh
- Cân phân tích

3.2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị dung dịch HCl loãng		
1.1	Cho nước cất vào bình định mức	- Bình định mức 1000ml - Nước cất - Ống đong (hay cốc đong)	Bình định mức khô sạch được cho vào khoảng 500ml nước cất
1.2	Cho HCl đđ vào bình định mức	- Bình định mức 1000ml chứa nước cất - HCl đđ	Lấy chính xác 500ml HCl đđ cho vào bình định mức đã chứa nước cất, lắc đều.
1.3	Định mức	- Bình định mức 1000ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
1.4	Cho dung dịch HCl pha loãng vào lọ chứa	- HCl vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	DD HCl sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
2	Chuẩn bị dung dịch kali metabisulfit (K ₂ S ₂ O ₅)		
2.1	Cân hóa chất	- K ₂ S ₂ O ₅ tinh khiết - Cân phân tích - Cốc	Cân chính xác 15g K ₂ S ₂ O ₅ vào cốc Hóa chất K ₂ S ₂ O ₅ không được rơi vãi ra ngoài khi cân.

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
2.2	Hòa tan hóa chất	- Nước cất - Đũa thủy tinh	$K_2S_2O_5$ phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất khi pha.
2.3	Chuyển sang bình định mức và thêm HCl	- Bình định mức 1000ml - HCl đậm đặc	Dung dịch $K_2S_2O_5$ được chuyển sang bình định mức, tráng cốc (2-3 lần) chuyển vào bình định mức Thêm chính xác 70ml HCl để, cho vào cẩn thận.
2.4	Định mức	- Bình định mức 1000ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
2.5	Cho dung dịch $K_2S_2O_5$ vào lọ chứa	- Dung dịch $K_2S_2O_5$ - Lọ chứa	DD $K_2S_2O_5$ sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, tối màu có dán nhãn (tên hóa chất, ngày pha, người pha)
3	<i>Chuẩn bị dung dịch photphat-EDTA</i>		
3.1	Cân hóa chất	- $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ tinh khiết - Na_2H_2EDTA tinh khiết - Cân phân tích - Cốc	Cân chính xác 200g $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ và 4,5g Na_2H_2EDTA vào cốc Hóa chất không được rơi vãi ra ngoài khi cân.
3.2	Hòa tan hóa chất	- Nước cất - Đũa thủy tinh	$Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ và Na_2H_2EDTA phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất khi pha.
3.3	Chuyển dung dịch $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ và Na_2H_2EDTA sang bình định mức	- Bình định mức 1000ml - Dung dịch $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ và Na_2H_2EDTA	Dung dịch $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ và Na_2H_2EDTA được chuyển sang bình định mức, tráng cốc (2-3 lần) chuyển vào bình định mức
3.4	Định mức	- Bình định mức 1000ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
3.5	Cho dung dịch photphat-EDTA vào lọ chứa	- Dung dịch photphat-EDTA - Lọ chứa	DD photphat-EDTA sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, tối màu có dán nhãn (tên hóa chất, ngày pha, người pha)
4	<i>Chuẩn bị dung dịch hồ tinh bột (0,2g/100ml)</i>		
4.1	Cân hóa chất	- Hồ tinh bột - Cân phân tích - Cốc	Cân chính xác 0,2g hồ tinh bột vào cốc Hóa chất hồ tinh bột không được rơi vãi ra ngoài khi cân.
4.2	Hòa tan hóa chất	- Nước cất - Đũa thủy tinh	Hồ tinh bột phải được hòa tan bằng 30ml nước cất khi pha.
4.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
4.4	Đun sôi	- Bếp điện - Cốc đun	Dung dịch hồ tinh bột được đun sôi. Để nguội
4.4	Cho vào lọ chứa	- Hồ tinh bột (0,2g/100ml) - Lọ chứa	Dung dịch hồ tinh bột (0,2g/100ml) sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chỉ thị, ngày pha, người pha) Sử dụng trong ngày.
5	<i>Chuẩn bị dung dịch natri borat</i>		
5.1	Cân hóa chất	- H ₃ BO ₃ tinh khiết - NaOH tinh khiết - Cân phân tích - Cốc	Cân chính xác 100g H ₃ BO ₃ với 170g NaOH vào cốc Hóa chất không được rơi vãi ra ngoài khi cân.
5.2	Hòa tan hóa chất	- Nước cất - Đũa thủy tinh	H ₃ BO ₃ và NaOH phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất khi pha.
5.3	Chuyển dung dịch	- Bình định mức 1000ml	Dung dịch H ₃ BO ₃ và NaOH được chuyển sang

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
	H ₃ BO ₃ và NaOH sang bình định mức	- Dung dịch H ₃ BO ₃ và NaOH	bình định mức, tráng cốc (2-3 lần) chuyển vào bình định mức
5.4	Định mức	- Bình định mức 1000ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
5.5	Cho dung dịch natri borat vào lọ chứa	- Dung dịch natri borat - Lọ chứa	DD natri borat sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, tối màu có dán nhãn (tên hóa chất, ngày pha, người pha)
6	<i>Chuẩn bị dung dịch I₂ 0,1N</i>		
6.1	Pha dung dịch KI	- KI tinh khiết - Cân phân tích - Cốc, đĩa thủy tinh - Nước cất	Cân chính xác 20g KI vào cốc, được hòa tan hoàn toàn bằng 50ml nước cất
6.2	Hòa tan I ₂ vào dung dịch KI	- I ₂ tinh khiết - Nước cất - Đũa thủy tinh	Cân chính xác 12,7g I ₂ được hòa tan hoàn toàn vào dung dịch KI.
6.3	Định mức	- Bình định mức 1000ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
6.4	Chuẩn lại nồng độ I ₂ 0,1N	- Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1N - Hồ tinh bột	Nồng độ của dung dịch I ₂ 0,1N vừa pha được chuẩn lại bằng Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1N với chỉ thị hồ tinh bột
6.5	Cho dung dịch I ₂ 0,1N vào lọ chứa	- Dung dịch K ₂ S ₂ O ₅ - Lọ chứa	DD I ₂ 0,1N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, tối màu có dán nhãn (tên hóa chất, ngày pha, người pha)
7	Vệ sinh dụng cụ, cân	- Dụng cụ thủy tinh - Cân phân tích	Các dụng cụ thủy tinh phải rửa sạch và sấy khô ở 105 ⁰ C, 1 giờ Cân phải được vệ sinh theo tài liệu hướng dẫn.

3.2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Các dụng cụ: bình định mức, cốc, đĩa đều bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ khi sử dụng.

- Chú ý an toàn khi pha hóa chất: Mang găng tay khi pha hóa chất.

- Cần phải hết sức cẩn thận khi sử dụng với HCl đậm đặc.

- Chú ý đến an toàn điện khi sử dụng cân phân tích: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào phích cắm điện, ổ điện.

3.2.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Nồng độ chất chuẩn I ₂ 0,1N không đúng	Hóa chất I ₂ không được hòa tan trong dung dịch KI Định mức chưa đúng Lọ chứa chất chuẩn I ₂ 0,1N chưa sạch, không màu	Hòa tan hoàn toàn hóa chất I ₂ trong dung dịch KI Định mức đúng vạch Lọ chứa chất chuẩn I ₂ 0,1N phải khô, sạch và tối màu
2	Dung dịch hồ tinh bột không hòa tan	Không đun sôi dung dịch hồ tinh bột	Đun sôi dung dịch hồ tinh bột
3	Dụng cụ thủy tinh không sạch theo yêu cầu	Vệ sinh dụng cụ thủy tinh không theo quy trình	Vệ sinh dụng cụ thủy tinh theo quy trình

3.3. Chuẩn bị mẫu

3.3.1. Phương pháp chuẩn bị mẫu

Tùy theo hàm lượng aldehyde có trong mẫu rượu, có các cách chuẩn bị khác nhau:

- Mẫu rượu có hàm lượng aldehyde ≤ 30 mg/lít (đã quy về 100⁰ rượu): Lấy 50ml mẫu cho vào bình cầu dung tích 750ml đã chứa 300ml nước đã đun sôi (hoặc nước đã loại khí).

- Mẫu rượu có hàm lượng aldehyde > 30 mg/lít (đã quy về 100⁰ rượu): Lấy 25ml mẫu và 25ml nước cất cho vào bình cầu dung tích 750ml đã chứa 300ml nước đã đun sôi (hoặc nước đã loại khí).

* Dụng cụ, thiết bị:

- Cốc thủy tinh

- Pipet

- Bình cầu dung tích 750ml

3.3.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	<i>Chuẩn bị mẫu rượu có hàm lượng aldehyde $\leq 30\text{mg/lit}$ (đã quy về 100^0 rượu)</i>		
1.1	Cho nước vào bình cầu	- Bình cầu - Nước cất đã đun sôi	Bình cầu được cho vào 300ml nước cất đã đun sôi
1.2	Cho mẫu vào bình cầu	- Bình cầu chứa nước cất - Mẫu rượu - Pipet	Cho chính xác 50ml mẫu rượu vào bình cầu
2	<i>Chuẩn bị mẫu rượu có hàm lượng aldehyde $> 30\text{mg/lit}$ (đã quy về 100^0 rượu)</i>		
2.1	Cho nước vào bình cầu	- Bình cầu - Nước cất đã đun sôi	Bình cầu được cho vào 300ml nước cất đã đun sôi
2.2	Cho mẫu vào bình cầu	- Bình cầu chứa nước cất, pipet - Mẫu rượu - Nước cất	Cho chính xác 25ml mẫu rượu vào bình cầu, thêm 25 ml nước cất

3.3.3. Các chú ý về an toàn lao động

Tránh làm rơi, vỡ dụng cụ thủy tinh khi sử dụng.

3.3.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Lấy lượng mẫu chưa phù hợp với mẫu rượu	Không dự đoán được hàm lượng aldehyde của mẫu	Có thể làm thử để tính hàm lượng aldehyde của mẫu

3.4. Thực hiện phản ứng cộng hợp

3.4.1. Phương pháp thực hiện phản ứng cộng hợp

Cho vào bình cầu lượng dư (10 ml) dung dịch $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$. Đậy nắp bình, xoay bình để trộn và để yên 15 phút. Thêm 10 ml dung dịch phosphat-EDTA (pH = 7,0 - 7,2). Đậy nắp bình, xoay bình để trộn và để yên thêm 15 phút.

* *Dụng cụ, hóa chất*

- Mẫu đã chuẩn bị

- Bình cầu (chứa mẫu)
- Pipet
- Dung dịch $K_2S_2O_5$
- Dung dịch phosphat-EDTA
- Dung dịch HCl hoặc NaOH (nếu cần)

3.4.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Cho dung dịch $K_2S_2O_5$ vào bình cầu	- Bình cầu chứa mẫu - Dung dịch $K_2S_2O_5$ - Pipet	Bình cầu chứa mẫu được cho chính xác 10ml dung dịch $K_2S_2O_5$ Bình được đậy nắp, xoay bình để trộn và để yên 15 phút
2	Cho dung dịch phosphat-EDTA vào bình cầu	- Bình cầu chứa mẫu - Dung dịch phosphat-EDTA - Pipet	Bình cầu chứa mẫu được cho chính xác 10ml dung dịch phosphat-EDTA Dung dịch trong bình cầu phải có pH = 7-7,2 Bình được đậy nắp, xoay bình để trộn và để yên 15 phút.

3.4.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tránh làm rơi, vỡ dụng cụ thủy tinh khi sử dụng.
- Cần phải cẩn thận khi sử dụng hóa chất. Phải mang găng tay khi sử dụng hóa chất.

3.4.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Phản ứng xảy ra không hoàn toàn	Thực hiện không đúng các điều kiện phản ứng	Thực hiện đảm bảo các điều kiện phản ứng

3.5. Thực hiện phản ứng phá hủy lượng bisulfit dư

3.5.1. Phương pháp thực hiện phản ứng phá hủy lượng bisulfit dư

Thêm 10 ml HCl loãng và khoảng 10 ml hồ tinh bột 0,2 (g/100ml). Xoay bình để trộn đều.

Thêm lượng dung dịch I₂ 0,1 N chỉ vừa đủ để phá hủy lượng bisulfit dư và đưa dung dịch đến màu xanh nhạt.

* *Dụng cụ, hóa chất:*

- Bình cầu chứa mẫu
- Pipet, ống nhỏ giọt
- Dung dịch I₂ 0,1 N
- Hồ tinh bột 0,2 (g/100ml)

3.5.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Cho dung dịch HCl vào bình cầu	- Bình cầu chứa mẫu - Dung dịch HCl loãng - Pipet	Bình cầu được cho thêm vào 10 ml HCl loãng Dung dịch trong bình cầu có pH = 2
2	Cho dung dịch hồ tinh bột vào bình cầu	- Bình cầu chứa mẫu - Dung dịch hồ tinh bột 0,2 (g/100ml) - Pipet	Bình cầu được cho thêm vào 10 ml dung dịch hồ tinh bột 0,2 (g/100ml) Xoay bình để trộn đều
3	Thực hiện phản ứng phá hủy lượng bisulfit dư	- Bình cầu chứa mẫu - Dung dịch I ₂ 0,1N - Pipet	Bình cầu được cho vào từng giọt dung dịch I ₂ 0,1N đến khi dung dịch có màu xanh nhạt

3.5.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Chú ý về an toàn hóa chất: phải mang găng tay khi lấy hóa chất.
- Tránh làm đổ vỡ khi sử dụng các dụng cụ thủy tinh.

3.5.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Phá hủy chưa hết lượng bisulfit dư	Thực hiện không đúng các điều kiện phản ứng	Thực hiện đảm bảo các điều kiện phản ứng

3.6. Giải phóng bisunfit và chuẩn độ

3.6.1. Phương pháp chuẩn độ

Thêm 10 ml dung dịch natri borat vào bình cầu trên và chuẩn độ nhanh lượng bisulfit giải phóng bằng dung dịch I₂ 0,05 M đến điểm kết thúc có màu xanh nhạt như trên, xoay nhẹ bình trong khi chuẩn độ.

* *Dụng cụ, hóa chất:*

- Bình cầu (chứa mẫu)
- Pipet, ống nhỏ giọt
- Buret
- Dung dịch natri borat (pH=8,8-9,5)
- Dung dịch I₂ 0,05N

3.6.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Chuẩn bị buret chứa dung dịch I ₂	- Buret - I ₂ 0,1 N	Tráng buret bằng I ₂ 0,1N Cho I ₂ 0,1N vào đáy buret Đuổi bọt khí ra khỏi buret Chỉnh đến vạch không
2	Cho dung dịch natri borat vào bình cầu	- Bình cầu chứa mẫu - Dung dịch natri borat - Pipet	Bình cầu trên được tiếp tục cho thêm chính xác 10 ml dung dịch natri borat dung dịch natri borat
3	Tiến hành chuẩn độ	- Bình cầu (chứa mẫu) - Buret (chứa I ₂ 0,1N)	Chuẩn độ nhanh dung dịch trong bình cầu bằng dung dịch chuẩn I ₂ 0,1N, đến màu xanh nhạt. Ngừng định phân đúng điểm tương đương
4	Đọc và ghi thể tích I ₂ 0,1N tiêu tốn trên buret	- Buret (chứa I ₂ 0,1N) - Sổ ghi	Đọc và ghi chính xác thể tích I ₂ 0,1N tiêu tốn trên buret

3.6.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Chú ý về an toàn hóa chất: phải mang găng tay khi lấy hóa chất.
- Tránh làm đổ vỡ khi sử dụng các dụng cụ thủy tinh.

3.6.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Ngừng định phân không đúng thời điểm (có thể trước hoặc sau điểm tương đương)	Không xác định đúng màu chuyển của dung dịch tại điểm tương đương	Phải xác định đúng màu chuyển tại điểm tương đương
2	Đọc thể tích I ₂ 0,1N tiêu tốn trên buret không chính xác	Không đặt mắt ngang tầm. Không đọc ngang mặt thoáng dung dịch	Phải đặt mắt ngang tầm. Đọc ngang mặt thoáng dung dịch

3.7. Tính kết quả, ghi kết quả, báo cáo thử nghiệm

3.7.1. Phương pháp tính kết quả, ghi kết quả, báo cáo thử nghiệm

a. Phương pháp tính kết quả

Hàm lượng aldehyde, X , tính bằng mg acetaldehyde (CH₃CHO)/l etanol 100° theo công thức:

$$X = \frac{44 \times V_1 \times N_1 \times 1000 \times 100}{2 \times V \times c}$$

Trong đó:

N_1 : là nồng độ của dung dịch I₂, (N)

V_1 : là thể tích dung dịch I₂ chuẩn độ (ml)

V : là thể tích mẫu thử (ml)

1000 : là hệ số chuyển ra lít;

$\frac{100}{c}$: là hệ số chuyển độ rượu từ c °(phần trăm thể tích) về 100°.

Hàm lượng aldehyde của mẫu được tính là trung bình cộng của các lần thử nghiệm (ít nhất 2 lần).

b. Phương pháp ghi kết quả

Ghi kết quả vào phiếu kết quả và số lưu theo mẫu.

c. Phương pháp viết báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm được viết theo mẫu.

3.7.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Tính kết quả hàm lượng aldehyde của các lần thử nghiệm	Máy tính cá nhân	Áp dụng đúng công thức Tính chính xác kết quả
2	Tính hàm lượng aldehyde của mẫu	Máy tính cá nhân	Trung bình cộng của các lần thử nghiệm
2	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Kết quả thử nghiệm được ghi chính xác, trung thực
3	Báo cáo thử nghiệm	Mẫu Báo cáo	Báo cáo phải được ghi đầy đủ và chính xác về: - Loại mẫu thử - Ngày thử nghiệm - Người thử nghiệm - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả chuẩn độ - Kết quả hàm lượng aldehyde - Phân tích các nguyên nhân gây sai số trong quá trình xác định và cách khắc phục.

3.7.3. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Kết quả không đảm bảo độ tin cậy	Chỉ làm 1 lần thử nghiệm	Phải làm ít nhất 2 lần thử nghiệm song song để lấy kết quả trung bình

4. Thực hành xác định hàm lượng aldehyde của mẫu bia, rượu

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
1	Chuẩn bị dụng cụ	- Cốc thủy tinh, pipet, buret - Bình cầu	Khô, sạch và trong tình trạng hoạt động tốt Đầy đủ	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh
2	Chuẩn bị hóa chất	- Dung dịch $K_2S_2O_5$ - Dung dịch phosphat-EDTA - Dung dịch natri borat - I_2 0,1N; 0,05N - Cân phân tích	Các dung dịch phải đúng nồng độ	Không để hóa chất dính vào tay, phải đeo găng tay khi pha hóa chất Vận hành theo Tài liệu hướng dẫn
3	Chuẩn bị mẫu	- Cốc thủy tinh - Bình cầu - Pipet	Mẫu phải chuẩn bị theo yêu cầu của các dạng mẫu	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh
4	Thực hiện phản ứng cộng hợp	- Dung dịch $K_2S_2O_5$ - Dung dịch phosphat-EDTA - Pipet	Thực hiện phản ứng theo đúng trình tự an toàn, chính xác	Phải đeo găng tay khi sử dụng hóa chất
5	Thực hiện phản ứng phá hủy lượng bisulfite dư	- Dung dịch I_2 0,1N - Hồ tinh bột 0,2 (g/100ml)	Thực hiện phản ứng theo đúng trình tự an toàn, chính xác	Phải đeo găng tay khi sử dụng hóa chất
6	Giải phóng bisulfite và chuẩn độ	- Dung dịch natri borat - I_2 0,05N	Cho đúng lượng hóa chất Xác định đúng điểm tương đương	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Phải đeo găng tay khi sử dụng hóa chất
7	Tính, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm	- Phiếu ghi kết quả - Sổ lưu - Mẫu báo cáo	Áp dụng đúng công thức và tính kết quả chính xác	

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
			Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu chính xác Báo cáo phải đầy đủ theo yêu cầu	
8	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ, máy, hóa chất	- Cốc thủy tinh, phễu - Buret - Cân phân tích - Các hóa chất đã dùng	Vệ sinh theo đúng yêu cầu kỹ thuật Sắp xếp theo đúng quy định	Lưu ý tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Vệ sinh các máy theo tài liệu kỹ thuật

BÀI 9: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG METHANOL

Mục tiêu:

- Nêu được khái niệm và ý nghĩa của methanol trong việc đánh giá chất lượng của bia, rượu;
- Trình bày được quy trình xác định methanol;
- Sử dụng thành thạo các dụng cụ, thiết bị để xác định methanol;
- Thực hiện thành thạo các thao tác trong quy trình xác định methanol theo đúng trình tự, chính xác, đảm bảo an toàn;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ;
- Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng kiểm nghiệm;
- Có tinh thần hợp tác với đồng nghiệp.

1. Khái niệm về hàm lượng methanol

Methanol là chất lỏng rất linh động và không màu, hòa tan trong nước theo bất cứ tỷ lệ nào. Nhiệt độ sôi $64,7^{\circ}\text{C}$. Methanol là chất độc đối với cơ thể. Nếu uống vào từ 8 đến 10g thì có thể bị ngộ độc, mắt bị rối loạn và có thể bị mù lòa. Nếu uống nhiều sẽ gây tử vong. Người gửi lâu phải methanol cũng bị ngộ độc.

Methanol hình thành một lượng rất nhỏ trong quá trình lên men, làm rượu từ những sản phẩm thực vật như nước ép trái cây, ngũ cốc... Rượu sản xuất theo phương pháp công nghiệp bảo đảm an toàn vì hệ thống chưng cất trong các nhà máy sản xuất rượu công nghiệp có tháp khử methanol.

Rượu tự làm thường không được dùng công nghệ này và hầu như không áp dụng biện pháp kỹ thuật nào để tách methanol. Ngoài ra, các cơ sở sản xuất rượu thủ công dùng nguyên liệu có lẫn bã (cellulose) nên trong quá trình lên men, sẽ phân hủy cho ra methanol. Methanol cũng có thể gặp với rượu pha cồn công nghiệp.

Tuy nhiên, không giống rượu ethanol, methanol nguyên chất có độc tính cao và không thích hợp để uống. Theo tiêu chuẩn hiện nay, hàm lượng methanol trong rượu thô không được quá 0,13%. Đối với rượu tinh chế không được quá 0,05%.

2. Nguyên tắc xác định hàm lượng methanol

Methanol được oxi hóa thành Formaldehyt, Formaldehyt sau đó được cho phản ứng với axit chromotropic tạo thành phức màu tím được xác định tại bước sóng 570nm trên máy so màu quang phổ.

3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng methanol

3.1. Chuẩn bị dụng cụ, máy, thiết bị và hóa chất

3.1.1. Dụng cụ, thiết bị, hóa chất

Các dụng cụ cần chuẩn bị:

- Một số dụng cụ thủy tinh thông thường trong phòng thí nghiệm, pipet, bình tam giác, ống đong 250 – 500ml...
- Hệ thống cất hơi nước với bình cất dung tích 500ml.

- Ống nghiệm có nắp 25ml.
- Cồn ké
- Bếp cách thủy
- Cân phân tích
- Quang phổ kế dùng tia tử ngoại
- Cuvét thạch anh, 10 mm



Hình 9.1. Bếp cách thủy



Hình 9.2. Quang phổ kế tử ngoại



Hình 9.3. Cuvét thạch anh

Các hóa chất cần chuẩn bị:

- Dung dịch acid chromotropic 0,05%: hòa tan 0,05g axit chromotropic vào 35ml nước cất, làm lạnh đến 0°C, cho từ từ từng giọt 75ml axit sunfulric đậm đặc.
- Dung dịch Methanol chuẩn 0,05%V/V trong ethanol 5%: dùng pipet hút chính xác 0,05ml methanol cho vào bình định mức 100ml, định mức bằng dung dịch ethanol 5%.
- Dung dịch acid phosphoric 50% (v/v).

- Dung dịch Kali permanganate 5% (m/v).

- Dung dịch natri disulfite 2% (m/v).

3.1.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Chuẩn bị dụng cụ	- Cốc thủy tinh - Ống đong 250 ml và 500 ml - Pipet, Cồn kế	Đầy đủ, khô sạch Trong tình trạng hoạt động tốt Phù hợp với phép thử
2	Chuẩn bị bộ chung cất	- Bộ chung cất gồm: + Bình cất + Ống làm lạnh + Bình thu + Bể cách thủy	- Phải được kiểm tra và phải trong tình trạng hoạt động tốt - Vệ sinh và tráng lại bằng nước cất sạch sẽ.
3	Chuẩn bị máy, thiết bị	- Quang phổ kế dùng tia tử ngoại (kèm cuvet thạch anh) - Cân phân tích	Phải được kiểm tra và phải trong tình trạng hoạt động tốt Phù hợp với phép thử
4	Kiểm tra hóa chất	Acid chromotropic, Methanol chuẩn, acid phosphoric, Kali permanganate, natri disulfite	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi
5	Pha hóa chất acid chromotropic 0,05%, acid phosphoric 50%, Kali permanganate 5%, natri disulfite 2%	Acid chromotropic, acid phosphoric, Kali permanganate, natri disulfite, Bình định mức, cốc, đĩa thủy tinh, nước cất	Pha đúng nồng độ yêu cầu
6	Pha dung dịch methanol chuẩn 0,05%	Dung dịch Methanol chuẩn	Pha đúng nồng độ yêu cầu
7	Bảo quản hóa chất	Bình thủy tinh có nút	Dán nhãn đúng tên hóa chất, nồng độ, ngày pha, người pha

3.1.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Dụng cụ bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ.
- Phải chú ý về an toàn điện khi kiểm tra bếp bếp cách thủy, cân phân tích, máy so màu: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.
- Tuân thủ các quy định an toàn, có bảo hộ lao động như găng tay và khẩu trang khi tiếp xúc với hóa chất.
- Đọc kỹ hướng dẫn sử dụng khi thao tác với cân phân tích bếp đun bình cầu.

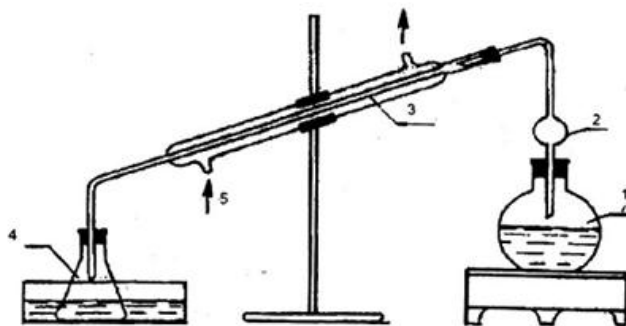
3.1.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Các thiết bị không hoạt động	Hở mạch điện	Kiểm tra các nguồn điện, dây điện nối với các thiết bị
2	Bể vỡ dụng cụ thủy tinh	Đề lẫn lộn các loại dụng cụ với nhau	Sắp xếp các dụng cụ theo từng loại riêng biệt
3	Nồng độ chất chuẩn methanol chuẩn 0,05% kém chính xác	Sai số trong quá trình cân, hòa tan, định mức	Thao tác cẩn thận và chính xác

2. Chuẩn bị mẫu, chứng cất

3.2.1. Phương pháp chuẩn bị mẫu

Dùng bình định mức lấy 250ml rượu, rót cẩn thận vào bình cầu của bộ cất rượu. Lấy khoảng 20ml nước cất, tráng rửa bình định mức vài lần rồi chuyển vào hệ thống cất rượu. Lắp hệ thống cất, hứng dịch cất vào bình định mức vừa tráng nói trên, trong bình này chứa sẵn 50ml nước cất. Sau khi cất được khoảng 3/4 bình định mức, nhiệt độ trong bình cầu khoảng 100°C thì ngưng cất, thêm nước cất đến vạch và giữ yên ở 20°C trong 30 phút.



Hình 9.4. Sơ đồ hệ thống chưng cất rượu

- Chú thích : 1. Bình chưng cất, dung tích từ 300 ml đến 500 ml
 2. Bầu bảo hiểm - 3. ống sinh hàn - 4. Bình hứng 100 cm² đặt trong bể ổn nhiệt
 - 5. Nước làm lạnh

3.2.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Cho rượu vào bình cầu của hệ thống chung cất	Rượu Bình cầu	Thể tích rượu: 250ml
2	Lắp hệ thống chung cất	Bình định mức, bình cầu, ống sinh hàn, bình đựng nước đá, bếp đun bình cầu	Lắp theo hình 9.5. Đảm bảo hệ thống kín Nước làm lạnh hoạt động liên tục trong ống sinh hàn - Dùng bình định mức chứa sẵn 50ml nước cất để hứng dịch cất
3	Tiến hành chung cất	Hệ thống chung cất	- Gia nhiệt cho bình cầu trong bếp cách thủy - Cất đến khi được khoảng 3/4 bình định mức, nhiệt độ trong bình cầu khoảng 100 ⁰ C
4	Thêm nước cất đến vạch	Bình định mức	Định mức đúng vạch 100ml
5	Làm lạnh bình định mức về 20 ⁰ C	Bình định mức, bể nước đá	Giữ yên ở 20 ⁰ C trong 30 phút

3.2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Khi lắp bộ chung cất cần cần thao tác nhẹ nhàng, bôi trơn các khớp nối, đảm bảo hệ thống kín.
- Đảm bảo nước làm lạnh trong ống sinh hàn hoạt động liên tục.
- Tuân thủ quy trình nâng nhiệt cho bình cầu để đảm bảo an toàn.
- Luôn theo dõi hoạt động của bếp cách thủy để xử lý sự cố xảy ra kịp thời.

3.2.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Hệ thống chung cất bị quá nóng và dễ vỡ gây nguy hiểm	Nước làm lạnh hoạt động không liên tục	Thường xuyên kiểm tra hoạt động của nước làm lạnh

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
2	Thể tích dung dịch cất được quá lớn	Cho nước cất vào bình hứng ban đầu quá nhiều	Giảm lượng nước cất ban đầu trong bình hứng
3	Thất thoát lượng rượu	Không tráng rửa ống sinh hàn khi kết thúc quá trình chưng cất	Tráng rửa đầu cuối ống sinh hàn bằng nước cất khi kết thúc chưng cất.
4	Mức nước trong bếp cách thủy bị cạn	Nước bị hao hụt do bay hơi trong thời gian dài	Thêm nước vào bếp cách thủy nếu thấy hao hụt

3. Điều chỉnh độ rượu về 5% thể tích

3.3.1. Nguyên tắc thực hiện

Phương pháp điều chỉnh độ rượu về 5% thể tích

- Rót rượu ở 20⁰C vào ống đong khô và sạch, rót cẩn thận theo thành ống đong để tránh tạo bọt khí quá nhiều. Thả từ từ cồn kế vào ống đong sao cho cồn kế không chìm quá sâu so với mức đọc. Để cồn kế ổn định và đọc độ rượu trên cồn kế, không để có bọt khí bám vào cồn kế làm sai lệch kết quả.

- Trường hợp rượu không ở nhiệt độ 20⁰C thì phải đọc nhiệt độ của rượu và độ rượu cùng lúc. Sau đó tra bảng hiệu chỉnh để có độ rượu ở 20⁰C.

- Dựa vào độ rượu vừa xác định được, dùng nước cất pha loãng mẫu rượu cho đến rượu 5% thể tích.

3.3.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Chuẩn bị ống đong chứa rượu	Ống đong	- Rượu được giữ ở 20 ⁰ C - Không có bọt khí trong ống đong
2	Thả cồn kế vào đo độ rượu	Cồn kế Ống đong chứa rượu 20 ⁰ C	- Thả từ từ - Không có bọt khí bám vào cồn kế
3	Đọc độ rượu trên cồn kế	Cồn kế Ống đong chứa rượu 20 ⁰ C	Đọc chính xác kết quả độ rượu
4	Điều chỉnh độ rượu về 5% thể tích	Nước cất	Dựa vào độ rượu vừa xác định được, dùng nước cất pha loãng

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			mẫu rượu cho đến rượu 5% thể tích.

3.3.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tránh làm rơi, vỡ dụng cụ thủy tinh, cồn kể khi sử dụng.
- Thao tác đo độ rượu nhẹ nhàng, cẩn thận.

3.3.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>Số TT</i>	<i>Hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Kết quả bị sai số	- Dịch cất dùng để đo tỷ trọng không được ổn định nhiệt độ ở 20°C - Tạo bọt khí trong bình khi rót dịch cất vào	- Luôn giữ nhiệt độ của dịch cất ở 20°C bằng bể ổn nhiệt, thao tác lau khô thật nhanh để làm giảm sự tăng nhiệt của bình. - Rót nhẹ dịch cất theo thành bình để tránh bọt khí.

3.4. Xây dựng đường chuẩn

3.4.1. Nguyên tắc thực hiện

- Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn:

Chuẩn bị 6 ống nghiệm và lần lượt cho thêm các hóa chất, thuốc thử như trình bày trong bảng 9.1.

Dùng pipet hút vào 6 ống nghiệm lần lượt 0,0ml: 0,05ml: 0,10ml: 0,15ml: 0,20ml: 0,30ml dung dịch chuẩn methanol 0,05%, thêm tiếp ethanol 5% vào các ống nghiệm cho đủ 0,5ml. Dãy dung dịch chuẩn có hàm lượng methanol tương ứng 0: 0,005 : 0,010 : 0,015 : 0,020 : 0,030 (%V/V).

Cho vào mỗi ống nghiệm 1 giọt acid phosphoric 50%, 2 giọt kali permanganate 5% lắc đều (dung dịch trong ống nghiệm chuyển thành màu tím) và để yên trong 20 phút.

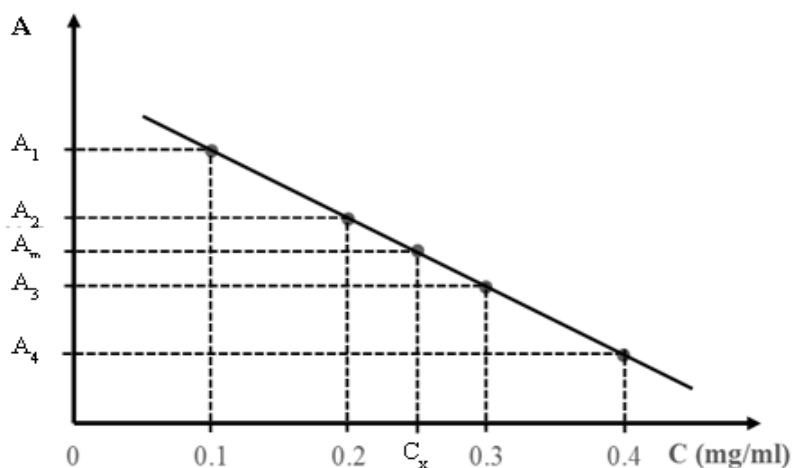
Làm mất màu kali permanganate bằng natri disulfite 2%: cho natri disulfite 2% vào mỗi ống nghiệm cho đến khi mất màu tím (khoảng 2 giọt), tiếp tục cho vào mỗi ống nghiệm 5ml dung dịch acid chromotropic 0,05%, lắc đều lượng chứa trong ống nghiệm và để yên trong bể cách thủy 20 phút tại 70°C.

Bảng 9.1: Lượng các hóa chất cần dùng để xây dựng đường chuẩn methanol

Bình số	Dung dịch					
	1	2	3	4	5	6
Dung dịch chuẩn methanol 0,05%	0	0,05	0,1	0,15	0,2	0,3

Bình số \ Dung dịch	1	2	3	4	5	6
Ethanol 5%, ml	0,5	0,45	0,4	0,35	0,3	0,2
Acid phosphoric 50%, giọt	1	1	1	1	1	1
Kali permanganate 5%, giọt	2	2	2	2	2	2
Natri disulfit 2%, giọt	2	2	2	2	2	2
Acid chromotropic 0,05%, ml	5	5	5	5	5	5
Hàm lượng methanol, % (v/v)	0	0,005	0,01	0,015	0,02	0,03

- Đo mật độ quang và dựng đường chuẩn:



Hình 9.5. Đường chuẩn biểu thị sự phụ thuộc độ hấp phụ vào nồng độ

Tiến hành đo mật độ quang của dãy dung dịch chuẩn trên máy đo màu ở bước sóng 570nm, dựa vào kết quả đo được dựng đồ thị chuẩn với một trục biểu thị hàm lượng methanol tính bằng %V/V, còn trục kia là mật độ quang tương ứng.

3.4.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị dãy dung dịch methanol chuẩn trong 6 ống nghiệm	Ống nghiệm, giá để ống nghiệm, dung dịch methanol chuẩn 0,05%	- Đánh số thứ tự các bình định mức từ 1-6. - Cho lần lượt dung dịch methanol theo thể tích tăng dần vào các ống nghiệm từ 1-6: 0 – 0,05 – 0,1 – 0,15 – 0,2 – 0,3 (ml)
2	Thêm ethanol 5%	Các ống nghiệm	Thêm ethanol 5% vào mỗi ống cho đủ 0,5 ml

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			- Hút thể tích chính xác.
3	Thêm lần lượt hóa chất vào các ống nghiệm	Acid phosphoric 50%, Kali permanganate 5%	- Cho vào mỗi ống: Acid phosphoric 50%: 1 giọt; Kali permanganate 5%: 2 giọt - Lắc đều, để yên 20 phút - Dung dịch trong ống nghiệm chuyển thành màu tím
4	Làm mất màu tím	Natri disulfit 2%	- Cho vào mỗi ống: Natri disulfit 2%: 2 giọt; - Mất màu tím
5	Thêm tiếp acid chromotropic 0,05%	Acid chromotropic 0,05%	- Cho vào mỗi ống: acid chromotropic 0,05%: 5 ml;
6	Lắc đều, để yên 20 phút	Các ống nghiệm, bếp cách thủy	- Các dung dịch chuẩn đồng nhất - Để yên trong bếp cách thủy 20 phút tại 70 ⁰ C
7	Khởi động máy so màu	Quang phổ kế tử ngoại	Cuvet không được có trong máy so màu trước khi khởi động. Kết nối máy so màu đúng nguồn điện Bật máy, phải chờ máy ổn định 15 phút
8	Chọn bước sóng, chế độ đo	Máy so màu	Chọn bước sóng 570nm Chế độ đo là độ hấp thụ (A)
9	Kiểm tra máy so màu với nước cất	- Quang phổ kế tử ngoại - Cuvet thạch anh - Nước cất	Cho cuvet vào khoang đúng khoang chứa cuvet của máy Kiểm tra độ truyền quang (T) của nước cất, chỉnh máy để T=100% Kiểm tra độ hấp thụ (A) của nước cất, chỉnh máy để A=0.000

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
10	Đo mật độ quang của dãy dung dịch Methanol chuẩn	Dãy dung dịch methanol chuẩn từ 1-6; Máy so màu; cuvet 5cm; nước cất; khăn lau mềm sạch	- Cài đặt bước sóng 570nm - Cho dung dịch cần đo vào khoảng 2/3 cuvet - Đọc giá trị mật độ quang khi đã ổn định - Đo lặp lại 3 lần để lấy kết quả trung bình
11	Lập đường chuẩn	Máy vi tính; sổ ghi chép.	Đường chuẩn phải tuyến tính

3.4.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Khi sử dụng máy so màu phải theo đúng hướng dẫn như:
 - + Kiểm tra thiết bị trước khi sử dụng.
 - + Cài đặt các thông số kỹ thuật đúng theo yêu cầu.
 - + Thao tác phải nhẹ nhàng, chính xác.
- Luôn theo dõi bếp cách thủy khi đang hoạt động

3.4.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Giá trị mật độ quang không ổn định	Máy chưa ổn định	Máy so màu phải được khởi động ổn định 15 phút trước khi tiến hành đo mật độ quang
2	Giá trị mật độ quang bị sai số, dẫn đến đường chuẩn không tuyến tính	- Pha dung dịch chuẩn chưa chính xác - Thao tác hút các dung dịch không chuẩn xác - Không tráng lại cuvet bằng dung dịch cần đo sau khi tráng cuvet với nước cất	- Pha lại dung dịch chuẩn cho chính xác về nồng độ - Đảm bảo thao tác hút các hóa chất chuẩn xác - Tráng lại cuvet bằng dung dịch cần đo trước khi đo mật độ quang

3.5. Thực hiện phản ứng tạo màu

3.5.1. Phương pháp thực hiện phản ứng tạo màu

Dùng pipet hút chính xác 0,5ml mẫu đã điều chỉnh độ rượu về 5% vào ống nghiệm, thêm 1 giọt axit phosphoric 50%, 2 giọt kali permanganate 5% lắc đều (dung dịch trong ống nghiệm chuyển thành màu tím) và để yên trong 20 phút.

Thêm natri disulfit 2% cho đến khi mất màu tím, cho tiếp 5ml dung dịch axit chromotropic 0,05%, lắc đều lượng chứa trong ống nghiệm và để yên trong bếp cách thủy 20 phút tại 70°C.

Tiến hành đo mật độ quang của mẫu trên máy đo màu ở bước sóng 570nm.

3.5.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị ống nghiệm chứa mẫu	Ống nghiệm, giá để ống nghiệm, dung dịch mẫu	Lượng mẫu đã điều chỉnh độ rượu cho vào ống nghiệm mẫu: 0,5ml
2	Thêm lần lượt hóa chất vào ống nghiệm mẫu	Acid phosphoric 50%, Kali permanganate 5%	- Cho vào ống mẫu: Acid phosphoric 50%: 1 giọt; Kali permanganate 5%: 2 giọt - Lắc đều, để yên 20 phút - Dung dịch trong ống nghiệm chuyển thành màu tím
3	Làm mất màu tím	Natri disulfit 2%	- Cho vào mỗi ống: Natri disulfit 2%: 2 giọt; - Mất màu tím
4	Thêm tiếp acid chromotropic 0,05%	Acid chromotropic 0,05%	- Cho vào ống mẫu: acid chromotropic 0,05%: 5 ml;
5	Lắc đều, để yên 20 phút	Ống nghiệm mẫu, bếp cách thủy	- Dung dịch mẫu đồng nhất - Để yên trong bếp cách thủy 20 phút tại 70°C
6	Đo mật độ quang của mẫu	Ống mẫu, máy so màu, cuvet 5cm, nước cất, khăn lau mềm sạch	- Cho dung dịch cần đo vào khoảng 2/3 cuvet - Đọc giá trị mật độ quang khi đã ổn định - Đo lặp lại 3 lần để lấy kết quả trung bình
7	Ghi kết quả đo độ hấp thụ	- Máy so màu - Sổ ghi chép	Kết quả đo độ hấp thụ được tính trung bình và phải được ghi chính xác

3.5.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Khi sử dụng máy so màu phải theo đúng hướng dẫn như:
 - + Kiểm tra thiết bị trước khi sử dụng.
 - + Cài đặt các thông số kỹ thuật đúng theo yêu cầu.
 - + Thao tác phải nhẹ nhàng, chính xác.
- Cần thận tránh làm vỡ, trầy xước cuvet.
- Luôn theo dõi bếp cách thủy khi đang hoạt động

3.5.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Giá trị mật độ quang không ổn định	Máy chưa ổn định	Máy so màu phải được khởi động ổn định 15 phút trước khi tiến hành đo mật độ quang
2	Độ hấp thụ thay đổi đáng kể giữa các lần đo	Dùng các cuvet khác nhau	Dùng một cuvet
3	Độ hấp thụ giảm dần	Cuvet có bọt khí	Dùng pipet cho mẫu vào cuvet

3.6. Tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm

3.6.1. Công thức tính kết quả

Hàm lượng Methanol tính theo công thức: $X = C.20$ (%)

Trong đó:

- X: hàm lượng methanol, tính bằng % v/v ethanol 100°
- C: hàm lượng methanol của mẫu thử có độ rượu 5% (v/v), xác định từ đường chuẩn tính bằng % (v/v)
- 20: chuyển về ethanol 100°

3.6.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Dựa vào phương trình đường chuẩn và hiệu số kết quả đo mật độ quang của mẫu thử	Máy vi tính, sổ ghi chép	Tính đúng hàm lượng methanol tìm được theo đường chuẩn

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
2	Tính kết quả hàm lượng methanol	Máy tính cá nhân	Áp dụng đúng công thức Tính chính xác kết quả
3	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Ghi chính xác kết quả
4	Báo cáo thử nghiệm	Mẫu Báo cáo	Báo cáo phải được ghi đầy đủ về: - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả mật độ quang của mẫu thử và các mẫu chuẩn - Đồ thị đường chuẩn - Kết quả hàm lượng methanol - Phân tích các nguyên nhân gây sai số trong quá trình xác định và cách khắc phục.

3.6.3. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

Số TT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Kết quả xác định hàm lượng Methanol trong rượu không chính xác	Áp dụng chưa đúng công thức tính toán	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán

4. Thực hành xác định hàm lượng methanol của mẫu bia, rượu

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
1	Chuẩn bị dụng cụ, máy, thiết bị	- Cốc thủy tinh, pipet, ống nghiệm, ống đong - Bộ chung cất - Bếp cách thủy - Quang phổ kế	Khô, sạch và trong tình trạng hoạt động tốt Đầy đủ	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Chú ý về an toàn điện khi kiểm tra máy, thiết bị
2	Chuẩn bị và Pha hóa chất acid chromotropic 0,05%, acid phosphoric 50%, Kali permanganate 5%, natri disulfit 2%	Acid chromotropic, Methanol chuẩn, acid phosphoric, Kali permanganate, natri disulfit	Các dung dịch phải đúng nồng độ	Không để hóa chất dính vào tay, phải đeo găng tay khi pha hóa chất Vận hành cân theo Tài liệu hướng dẫn
3	Pha dung dịch methanol chuẩn 0,05%	Dung dịch Methanol chuẩn	Pha đúng nồng độ yêu cầu	
4	Chuẩn bị mẫu, chung cất	Bình định mức, bình cầu, ống sinh hàn, bình đựng nước đá, bếp đun bình cầu	Đảm bảo hệ thống chung cất kín - Gia nhiệt cho bình cầu trong bếp cách thủy - Cất đến khi được khoảng 3/4 bình định mức, nhiệt độ trong bình cầu khoảng 100°C	Khi lắp bộ chung cất cần cần thao tác nhẹ nhàng, bôi trơn các khớp nối, đảm bảo hệ thống kín Luôn theo dõi hoạt động của bếp cách thủy để xử lý sự cố xảy ra kịp thời.
5	Làm lạnh bình định mức về 20°C	Bình định mức, bể nước đá	Giữ yên ở 20°C trong 30 phút	
6	Điều chỉnh độ rượu về 5% thể tích	Cồn kế	- Rượu được giữ ở 20°C	

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
		Ống đong chứa rượu 20 ⁰ C	- Không có bọt khí trong ống đong - Đọc chính xác kết quả độ rượu - Pha loãng mẫu rượu cho đến rượu 5% thể tích	
7	Xây dựng đường chuẩn	Ống nghiệm, giá đỡ ống nghiệm, dung dịch methanol chuẩn 0,05% Acid phosphoric 50%, Kali permanganate 5% Natri disulfit 2% Acid chromotropic 0,05% Quang phổ kế tử ngoại Cuvet thạch anh - Nước cất	Thực hiện phản ứng theo đúng trình tự an toàn, chính xác Khởi động máy so màu 15 phút trước khi đo; Chọn bước sóng 570nm - Đọc giá trị mật độ quang khi đã ổn định - Đường chuẩn phải tuyến tính	Phải đeo găng tay khi sử dụng hóa chất Khi sử dụng máy so màu phải theo đúng hướng dẫn - Luôn theo dõi bếp cách thủy khi đang hoạt động
8	Thực hiện phản ứng tạo màu	Ống nghiệm mẫu Acid phosphoric 50%, Kali permanganate 5% Natri disulfit 2% acid chromotropic 0,05% Quang phổ kế tử ngoại Cuvet thạch anh - Nước cất	Lượng mẫu đã điều chỉnh độ rượu cho vào ống nghiệm mẫu: 0,5ml - Thực hiện phản ứng theo đúng trình tự an toàn, chính xác - Đọc giá trị mật độ quang khi đã ổn định Đo lặp lại 3 lần để lấy kết quả trung bình	Lưu ý an toàn điện, vận hành máy so màu theo tài liệu kỹ thuật - Cần thận tránh làm vỡ, trầy xước cuvet
9	Tính, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm	- Phiếu ghi kết quả - Sổ lưu - Mẫu báo cáo	Áp dụng đúng công thức và tính kết quả chính xác	

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
			Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu chính xác Báo cáo phải đầy đủ theo yêu cầu	
10	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ, máy, hóa chất	- Cốc thủy tinh, pipet, ống nghiệm, ống đong - Quang phổ kế - Bếp cách thủy	Vệ sinh theo đúng yêu cầu kỹ thuật Sắp xếp theo đúng quy định	Lưu ý tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Vệ sinh các máy theo tài liệu kỹ thuật

BÀI 10: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG RƯỢU BẠC CAO

Mục tiêu:

- Nêu được khái niệm và ý nghĩa của hàm lượng rượu bậc cao trong việc đánh giá chất lượng của bia, rượu;
- Trình bày được quy trình xác định chỉ số hàm lượng rượu bậc cao;
- Sử dụng thành thạo các dụng cụ, thiết bị để xác định hàm lượng rượu bậc cao;
- Thực hiện thành thạo các thao tác trong quy trình xác định hàm lượng rượu bậc cao theo đúng trình tự, chính xác, đảm bảo an toàn;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ;
- Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng kiểm nghiệm;
- Có tinh thần hợp tác với đồng nghiệp.

1. Khái niệm về hàm lượng rượu bậc cao

Trong quá trình lên men rượu, ngoài sản phẩm chủ yếu là etanol, còn tạo ra nhiều sản phẩm phụ khác, trong đó có rượu bậc cao. Trong thành phần của chúng chủ yếu là rượu amylic và rượu butylic, các rượu này thường ở dạng iso.

Rượu bậc cao hay còn gọi là dầu fusel, nó ảnh hưởng xấu đến mùi vị của sản phẩm, gây mùi khó chịu và vị khét cho sản phẩm rượu. Rượu bậc cao là chất độc gây kim hãm sự trao đổi chất, gây đau đầu và ảnh hưởng đến hệ thần kinh của người tiêu dùng.

Vì vậy, hàm lượng rượu bậc cao là một trong những chỉ tiêu không thể thiếu trong phân tích rượu.

2. Nguyên tắc xác định hàm lượng rượu bậc cao

Dùng phương pháp so màu bằng mắt.

Trong môi trường H_2SO_4 , rượu etylic sẽ phản ứng với aldehyd salicylic (OHC_6H_4CHO) tạo hợp chất màu vàng, nhưng nếu trong rượu có chứa các rượu bậc cao thì màu của hỗn hợp sẽ chuyển thành đỏ - da cam.

Cường độ màu phụ thuộc vào hàm lượng rượu bậc cao chứa trong rượu, ngoài ra màu của hỗn hợp còn phụ thuộc vào hàm lượng aldehyde có trong mẫu rượu ($>2mg/l$).

3. Quy trình thực hiện xác định hàm lượng rượu bậc cao

3.1. Chuẩn bị dụng cụ, máy, thiết bị

3.1.1. Dụng cụ, máy, thiết bị

Để xác định hàm lượng rượu bậc cao, dùng các dụng cụ sau:

- Ống nghiệm 25ml: 6 cái, pipet, ống đong
- Cân phân tích.



Hình 10.1. Ống nghiệm có nút



Hình 10.2. Pipet có đầu bóp

3.1.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị dụng cụ	- Cốc thủy tinh - Pipet - Ống nghiệm	Khô sạch Trong tình trạng hoạt động tốt Phù hợp với phép thử
2	Chuẩn bị cân	- Cân phân tích	Phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt

3.1.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Dụng cụ bằng thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ.
- Chú ý đến an toàn điện khi kiểm tra cân phân tích: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.

3.1.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hiện tượng hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Dụng cụ chưa khô sạch	Do chưa rửa và sấy khô	Phải rửa và sấy khô dụng cụ
2	Dụng cụ không đạt yêu cầu	Bị nứt vỡ	Thay dụng cụ khác
3	Cân bị lỗi hoặc không hiện màn hình khi khởi động	Có thể do cân chưa thăng bằng hoặc do hở mối điện	Kiểm tra độ thăng bằng của cân và kiểm tra các ổ cắm điện hay dây điện nguồn, có thể thay dây điện nguồn (nếu cần)

3.2. Chuẩn bị hóa chất

3.2.1. Cách pha hóa chất

a. Cách pha cồn 50⁰

Lấy 50ml cồn tinh khiết, pha thêm nước cất cho đủ 100ml.

b. Cách pha dung dịch aldehyd salicylic 1%

Lấy 1ml aldehyd salicylic cho vào bình định mức đã chứa 50ml cồn 50⁰, định mức đến vạch.

c. Acid H₂SO₄ đậm đặc

d. Rượu isobutylic, isoamylic

e. Dụng cụ, máy:

- Bình định mức 100ml.
- Cốc thủy tinh
- Đũa thủy tinh

3.2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị cồn 50 ⁰		
1.1	Cho cồn tinh khiết vào bình định mức	- Bình định mức 100ml - Cồn tinh khiết - Ống đong	Bình định mức khô sạch được cho vào khoảng 50ml cồn tinh khiết
1.2	Định mức	- Bình định mức 100ml - Cồn tinh khiết	Định mức phải đúng vạch. Lắc đều
1.3	Cho dung dịch cồn 50 ⁰	- Cồn 50 ⁰ vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch cồn 50 ⁰ sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
2	Chuẩn bị dung dịch aldehyd salicylic 1%		
2.1	Lấy hóa chất	- Aldehyd salicylic - Cồn 50 ⁰ - Pipet - Bình định mức 100ml	Lấy chính xác 1ml aldehyd salicylic cho vào bình định mức đã chứa sẵn khoảng 50ml cồn 50 ⁰
2.	Định mức	- Bình định mức 100ml - Cồn 50 ⁰	Định mức bằng cồn 50 ⁰ phải đúng vạch. Lắc đều

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
2.3	Cho dung dịch aldehyd salicylic 1% vào lọ chứa	- Dung dịch aldehyd salicylic 1% - Lọ chứa	Dung dịch aldehyd salicylic 1% sau khi pha được cho vào lọ khô sạch, màu nâu có dán nhãn (tên hóa chất, ngày pha, người pha).
3	Chuẩn bị H ₂ SO ₄ đậm đặc	- H ₂ SO ₄ đậm đặc - Lọ chứa	Phải đảm bảo yêu cầu H ₂ SO ₄ đậm đặc được cho vào lọ chứa dán nhãn
4	Chuẩn bị isobutylic, isoamylic	- Isobutylic - Isoamylic - Lọ chứa	Phải đảm bảo theo yêu cầu Được cho vào lọ chứa dán nhãn
5	Vệ sinh dụng cụ, cân	- Dụng cụ thủy tinh - Cân phân tích	Các dụng cụ thủy tinh phải rửa sạch và sấy khô ở 100 ⁰ C, 1 giờ

3.2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Các dụng cụ thủy tinh nên cẩn thận tránh rớt, vỡ khi sử dụng.
- Chú ý an toàn khi pha hóa chất: mang găng tay khi pha hóa chất.
- Chú ý an toàn điện khi sử dụng cân phân tích: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào phích cắm điện, ổ điện.

3.2.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Nồng độ dung dịch aldehyd salicylic 1% không đúng	Hóa chất không được lấy chính xác Định mức chưa đúng Lọ chứa chưa sạch, không màu	Hóa chất được lấy chính xác Định mức đúng vạch Lọ chứa phải khô, sạch và tối màu

3.3. Chuẩn bị mẫu

3.3.1. Phương pháp chuẩn bị mẫu

Mẫu rượu được lắc đều, cho vào cốc khoảng 50ml.

Mẫu rượu đã biết được hàm lượng aldehyde.

Dụng cụ: cốc thủy tinh

3.3.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Lấy mẫu rượu đã xác định hàm lượng aldehyde	Mẫu rượu	Mẫu rượu đã có thông tin hàm lượng aldehyde
2	Lắc đều mẫu rượu	Mẫu rượu	Mẫu rượu thử nghiệm được lắc đều
3	Cho mẫu rượu vào cốc	- Mẫu rượu - Cốc thủy tinh	Cho vào cốc khoảng 50ml mẫu rượu, lắc đều.

3.3.3. Các chú ý về an toàn lao động

Tránh làm đổ vỡ khi sử dụng các dụng cụ thủy tinh.

3.3.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Chuẩn bị mẫu khi chưa biết hàm lượng aldehyde	Chưa xác định hàm lượng aldehyde của mẫu	Xác định hàm lượng aldehyde của mẫu trước để biết kết quả

3.4. Pha các dung dịch mẫu chuẩn

3.4.1. Phương pháp pha các dung dịch mẫu chuẩn

Pha các mẫu dung dịch rượu bậc cao (isoamylic và isobutylic) có nồng độ khác nhau: 0; 5; 10; 15; 20 mg/l tương ứng bảng 8.1 sau:

Bảng 8.1. Lượng rượu isoamylic và isobutylic cho vào các bình tương ứng

<i>Thông số</i> \ <i>Bình</i>	<i>Bình số 1</i>	<i>Bình số 2</i>	<i>Bình số 3</i>	<i>Bình số 4</i>	<i>Bình số 5</i>
Lượng rượu isoamylic (g)	0	0,2	0,4	0,6	0,8
Lượng rượu isobutylic (g)	0	0,3	0,6	0,9	1,2
Thể tích bình định mức (ml)	100	100	100	100	100

Các mẫu chuẩn này được bổ sung aldehyde acetic có nồng độ tương ứng như trong rượu mẫu thử. Các dung dịch này được pha loãng bằng cồn 50⁰ đến nồng độ tương ứng.

* *Dụng cụ, máy, hóa chất*

- Mẫu đã chuẩn bị
- Bình định mức 100ml
- Rượu isoamylic và isobutylic
- Cân phân tích

3.4.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Cho rượu isoamylic và isobutylic vào các bình định mức	<ul style="list-style-type: none"> - Bình định mức 100ml - Cân phân tích - Isoamylic -Isobutylic - Cồn 50⁰ 	Các bình định mức 100ml (chứa sẵn mỗi bình 50 ml cồn 50 ⁰) được cho vào isoamylic và isobutylic với lượng tương ứng (bảng 8.1).
2	Cho aldehyde acetic vào mỗi bình	<ul style="list-style-type: none"> - Các bình định mức (chứa rượu bậc cao) - Aldehyde acetic 	Cho vào mỗi bình lượng aldehyde acetic tương ứng với hàm lượng aldehyde có trong mẫu thử (ví dụ: hàm lượng aldehyde có trong mẫu thử là 30mg/l thì cho vào mỗi bình là 3g).
3	Định mức	<ul style="list-style-type: none"> - Các bình định mức (trên) - Cồn 50⁰ 	Định mức đến vạch 100ml bằng cồn 50 ⁰ Các bình sẽ có các nồng độ của rượu bậc cao tương ứng: 0; 5; 10; 15; 20 (g/l).
4	Pha loãng đến nồng độ yêu cầu	<ul style="list-style-type: none"> - Các bình định mức (chứa dung dịch chuẩn trên) - Bình định mức 1000ml (mới) - Pipet - Cồn 50⁰ 	Các bình định mức 1000ml được cho vào mỗi bình 500ml cồn 50 ⁰ và 1ml dung dịch tương ứng của các bình trên. Định mức các bình bằng cồn 50 ⁰ . Các bình mới này sẽ có các dung dịch rượu bậc cao có các nồng độ 0; 5; 10; 15; 20 (mg/l).

3.4.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Tránh làm rơi, vỡ dụng cụ thủy tinh khi sử dụng.
- Chú ý an toàn điện khi sử dụng cân phân tích: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích điện.

3.4.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Dung dịch chưa đúng nồng độ	Không tuân theo quy trình pha hóa chất	Tuân thủ theo quy trình pha hóa chất

3.5. Thực hiện phản ứng tạo màu mẫu thử, các mẫu chuẩn

3.5.1. Phương pháp thực hiện phản ứng tạo màu mẫu thử, các mẫu chuẩn

a. Phương pháp thực hiện phản ứng tạo màu thử:

Cho vào ống nghiệm 5ml rượu mẫu thử. Thêm 0,2ml dung dịch aldehyd salicylic 1%, 10ml H₂SO₄ đậm đặc, đậy nút, lắc đều. Để yên khoảng 30 phút.

b. Phương pháp thực hiện phản ứng tạo màu của các dung dịch chuẩn:

Cho vào 5 ống nghiệm: mỗi ống 5ml dung dịch chuẩn tương ứng với các nồng độ của 5 bình dung dịch chuẩn.

Thêm tiếp vào mỗi ống: 0,2ml dung dịch aldehyd salicylic 1%, 10ml H₂SO₄ đậm đặc, đậy nút, lắc đều. Để yên khoảng 30 phút.

3.5.2. Trình tự thao tác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Tạo màu cho rượu mẫu thử	- Ống nghiệm - Dung dịch aldehyd salicylic 1% - H ₂ SO ₄ đậm đặc - Pipet	Ống nghiệm được dán các nhãn M dùng cho mẫu thử. Cho vào ống M: 5ml rượu mẫu thử, 0,2ml aldehyd salicylic 1%, 10ml H ₂ SO ₄ đậm đặc, đậy nút, lắc đều. Để yên khoảng 30 phút. Dung dịch trong ống nghiệm sẽ có màu
2	Tạo màu cho các dung dịch mẫu chuẩn	- Ống nghiệm: 5 ống - Dung dịch aldehyd salicylic 1% - H ₂ SO ₄ đậm đặc - Pipet	5 ống nghiệm được dán nhãn từ số 1-5: các ống này dùng cho các mẫu chuẩn Cho vào mỗi ống nghiệm: 5ml dung dịch mẫu chuẩn (có nồng độ tương ứng 0; 5; 10; 15; 20; 25 mg/l) 0,2ml aldehyd salicylic 1%, 10ml H ₂ SO ₄ đậm đặc, đậy nút, lắc đều. Để yên khoảng 30 phút.

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			Các ống nghiệm sẽ có màu tăng dần theo nồng độ của rượu bậc cao

3.5.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Chú ý về an toàn hóa chất: Phải mang găng tay khi lấy hóa chất.
- Cần phải hết sức cẩn thận khi sử dụng với H₂SO₄ đậm đặc, khi cho vào ống phải cho từ thành ống.
- Tránh làm đổ vỡ khi sử dụng các dụng cụ thủy tinh.

3.5.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Các dung dịch mẫu chưa tạo màu đúng	Thực hiện không đúng các điều kiện phản ứng	Thực hiện đảm bảo các điều kiện phản ứng
2	Mẫu các mẫu chuẩn không tương ứng với nồng độ	Lấy thể tích các dung dịch chuẩn không chính xác	Lấy thể tích các dung dịch chuẩn chính xác

3.6. So màu, tính kết quả, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm

3.6.1. Phương pháp so màu, tính kết quả, ghi kết quả, báo cáo thử nghiệm

a. Phương pháp so màu:

So màu bằng mắt, so màu của ống mẫu thử M với màu của các ống mẫu dung dịch chuẩn. Ống M trùng với mẫu nào (số 1-5) thì hàm lượng rượu bậc cao của mẫu thử là hàm lượng rượu bậc cao ở mẫu số đó.

Nếu màu của ống mẫu thử nằm giữa màu của 2 ống liền kề thì hàm lượng rượu bậc cao của mẫu sẽ là giá trị trung bình cộng của 2 ống đó.

b. Phương pháp tính kết quả:

- Hàm lượng rượu bậc cao tính theo cồn tuyệt đối (mg/l) theo công thức:

$$X = \frac{a \times 100}{C}$$

Trong đó:

a: Hàm lượng rượu bậc cao của mẫu (mg/l)

C: Nồng độ cồn của mẫu thí nghiệm (°)

- Hàm lượng rượu bậc cao của mẫu:

Hàm lượng rượu bậc cao của mẫu là trung bình cộng của 2 lần thử nghiệm.

c. Phương pháp ghi kết quả

Ghi kết quả vào phiếu kết quả và số lưu theo mẫu.

d. Phương pháp viết báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm được viết theo mẫu.

3.6.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	So màu	- Ống nghiệm M - 5 Ống nghiệm mẫu chuẩn (số 1-5)	So màu chính xác ống M với các ống mẫu chuẩn (1-5) Xác định hàm lượng rượu bậc cao của mẫu chính xác
2	Tính kết quả hàm lượng rượu bậc cao của các lần thử nghiệm	Máy tính cá nhân	Áp dụng đúng công thức Tính chính xác kết quả
3	Hàm lượng rượu bậc cao của mẫu	Máy tính cá nhân	Trung bình cộng của các lần thử nghiệm
2	Ghi kết quả vào phiếu và số lưu	- Phiếu kết quả - Số lưu	Kết quả thử nghiệm được ghi chính xác, trung thực
3	Báo cáo thử nghiệm	Mẫu Báo cáo	Báo cáo phải được ghi đầy đủ và chính xác về: - Loại mẫu thử - Ngày thử nghiệm - Người thử nghiệm - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, hóa chất thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả chuẩn độ - Kết quả hàm lượng rượu bậc cao

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			- Phân tích các nguyên nhân gây sai số trong quá trình xác định và cách khắc phục.

3.6.3. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hiện tượng hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	So màu chưa chính xác	Bị nhiễu bởi các màu sắc khác	Phải đặt ống nghiệm trước nền trắng
2	Kết quả không đảm bảo độ tin cậy	Chỉ làm 1 lần thử nghiệm	Phải làm ít nhất 2 lần thử nghiệm song song để lấy kết quả trung bình

4. Thực hành xác định hàm lượng rượu bậc cao của mẫu bia, rượu

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
1	Chuẩn bị dụng cụ, máy	- Cốc thủy tinh, pipet, ống nghiệm, ống đong - Cân phân tích	Khô, sạch và trong tình trạng hoạt động tốt Đầy đủ	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Chú ý về an toàn điện khi kiểm tra cân
2	Chuẩn bị hóa chất	- Cồn 50 ⁰ - H ₂ SO ₄ đđ - Iso amylic - Iso butylic - Cân phân tích	Các dung dịch phải đúng nồng độ	Không để hóa chất dính vào tay, phải đeo găng tay khi pha hóa chất Vận hành cân theo Tài liệu hướng dẫn
3	Chuẩn bị mẫu	- Cốc thủy tinh	Mẫu phải chuẩn bị theo yêu cầu của phương pháp	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh
4	Pha các dung dịch chuẩn	- Ống nghiệm, pipet - Cồn 50 ⁰ - Isoamylic, isobutylic	Thực hiện theo đúng trình tự an toàn, chính xác	Tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh Phải đeo găng tay khi sử dụng hóa chất

<i>STT</i>	<i>Tên các bước công việc</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>	<i>Các chú ý về an toàn lao động</i>
5	Thực hiện phản ứng tạo màu	<ul style="list-style-type: none"> - Ống nghiệm, pipet - Cồn 50⁰, H₂SO₄ đđ - Mẫu thử, các dung dịch mẫu chuẩn 	Thực hiện phản ứng theo đúng trình tự an toàn, chính xác	Phải đeo găng tay khi sử dụng hóa chất
6	So màu, tính, ghi kết quả và viết báo cáo thử nghiệm	<ul style="list-style-type: none"> - Phiếu ghi kết quả - Sổ lưu - Mẫu báo cáo 	<p>So màu chính xác</p> <p>Áp dụng đúng công thức và tính kết quả chính xác</p> <p>Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu chính xác</p> <p>Báo cáo phải đầy đủ theo yêu cầu</p>	
7	Vệ sinh, sắp xếp dụng cụ, máy, hóa chất	<ul style="list-style-type: none"> - Cốc thủy tinh, pipet, ống nghiệm, - Cân phân tích - Các hóa chất đã dùng 	<p>Vệ sinh theo đúng yêu cầu kỹ thuật</p> <p>Sắp xếp theo đúng quy định</p>	<p>Lưu ý tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh</p> <p>Vệ sinh các cân theo tài liệu kỹ thuật</p>

HƯỚNG DẪN GIẢNG DẠY MÔ ĐUN

I. Vị trí, tính chất, ý nghĩa và vai trò của mô đun:

- Vị trí: Kiểm nghiệm chất lượng bia, rượu, nước giải khát là mô đun chuyên môn của nghề, được bố trí sau các môn học/ mô đun cơ sở, môn học Kỹ thuật phòng kiểm nghiệm, môn học Phương pháp phân tích lương thực thực phẩm.

- Tính chất: Đây là mô đun tích hợp giữa lý thuyết và thực hành. Do đó, cần được tổ chức giảng dạy tại phòng học có đầy đủ điều kiện, phương tiện giảng dạy và dụng cụ, thiết bị, máy móc cần thiết cho việc dạy và học.

- Ý nghĩa và vai trò của mô đun: Mô đun trang bị cho người học các kiến thức và kỹ năng về lấy mẫu, xác định các chỉ tiêu chất lượng đặc trưng của bia, rượu, nước giải khát.

II. Mục tiêu của mô đun:

- Về kiến thức:

- + Mô tả được cách lấy mẫu của bia, rượu, nước giải khát;
- + Liệt kê được các chỉ tiêu chất lượng của bia, rượu, nước giải khát;
- + Nêu được khái niệm, nguyên tắc xác định chỉ tiêu chất lượng của bia, rượu, nước giải khát;
- + Trình bày được các phương pháp xác định chỉ tiêu chất lượng của bia, rượu, nước giải khát.

- Về kỹ năng:

- + Lựa chọn đúng và sử dụng thành thạo dụng cụ, thiết bị, hóa chất để xác định các chỉ tiêu chất lượng của bia, rượu, nước giải khát;
- + Thực hiện thành thạo các bước xác định các chỉ tiêu chất lượng của bia, rượu, nước giải khát theo đúng trình tự, chính xác, đảm bảo an toàn;
- + Phân tích được các nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục trong quá trình xác định các chỉ tiêu.

- Về năng lực tự chủ và trách nhiệm:

- + Tuân thủ theo các bước thực hiện công việc và nội quy phòng thí nghiệm;
- + Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, trung thực trong phân tích các chỉ tiêu chất lượng.
- + Nghiêm túc, sẵn sàng hợp tác và chia sẻ với các thành viên trong nhóm/tập thể lớp;
- + Có ý thức tiết kiệm hoá chất, bảo vệ tài sản trong phòng thí nghiệm.

III. Tài liệu tham khảo

[1]. Trần Thị Thanh Mẫn (chủ biên), Hồ Thị Tuyết Mai, Hoàng Minh Thực Quyên, Trần Thị Minh Hương (2010), *Giáo trình Phân tích thực phẩm*, Giáo trình nội bộ, Trường Cao đẳng Lương thực thực phẩm.

[2]. Bùi Thị Nhu Thuận, Phạm Văn Sô (1978), *Kiểm nghiệm Lương thực Thực phẩm*, Bộ Lương thực Thực phẩm.

[3]. Các TCVN về tiêu chuẩn kỹ thuật của bia, rượu, nước giải khát hiện hành.