

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

GIÁO TRÌNH

**MÔ ĐUN: PHÂN TÍCH LƯỢNG THỰC THỰC PHẨM BẰNG PHƯƠNG
PHÁP HÓA LÝ**

NGHỀ: KIỂM NGHIỆM CHẤT LƯỢNG LƯƠNG THỰC, THỰC PHẨM
TRÌNH ĐỘ: TRUNG CẤP

*(Ban hành theo Quyết định số 657/QĐ-TCĐLTTP-ĐT ngày 23 tháng 07 năm
2019 của Hiệu trưởng trường Cao đẳng Lương thực – Thực phẩm)*

Đà Nẵng, năm 2019

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

Sản phẩm trước khi đưa ra thị trường tiêu thụ, cần đánh giá chính xác chất lượng của nó so với tiêu chuẩn quy định. Bên cạnh việc đánh giá cảm quan, sản phẩm phải được đánh giá chất lượng dinh dưỡng thông qua phân tích hóa học về hàm lượng các chất cấu thành nên sản phẩm.

Phân tích chỉ tiêu lý-hóa lương thực thực phẩm nhằm kiểm tra chính xác thành phần chất lượng của sản phẩm, giúp các cơ sở điều khiển sản xuất theo hướng đã định, phát hiện thiếu sót về sử dụng nguyên liệu, qui trình, thao tác, tìm ra nguyên nhân không đảm bảo chất lượng để điều chỉnh kịp thời. Mục đích nhằm nâng cao chất lượng sản phẩm và an toàn cho người tiêu dùng.

Nội dung tài liệu 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 “Phân tích lương thực thực phẩm bằng phương pháp hóa lý” 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 1 tháng 8 năm 2019

Tham gia biên soạn:

1. Chủ biên: Ngô Thị Song
2. Trần Thị Minh Hương

MỤC LỤC

NỘI DUNG	TRANG
LỜI GIỚI THIỆU	1
BÀI 1: XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM	5
1. Nguyên tắc xác định độ ẩm.....	5
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	5
3. Các bước tiến hành	7
4. Tính kết quả	13
BÀI 2: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO TOÀN PHẦN	15
1. Nguyên tắc xác định hàm lượng tro toàn phần	15
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	15
3. Chuẩn bị hóa chất	17
4. Các bước tiến hành	18
5. Tính kết quả	22
6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục.....	22
BÀI 3: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO KHÔNG TAN TRONG HCl	24
1. Nguyên tắc xác định hàm lượng tro không tan trong HCl.....	24
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	24
3. Chuẩn bị hóa chất	25
4. Các bước tiến hành	28
5. Tính kết quả, ghi kết quả vào phiếu.....	34
6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục.....	35
BÀI 4: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LIPID	37
1. Nguyên tắc xác định hàm lượng lipid.....	37
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	37
3. Chuẩn bị hóa chất	40
4. Các bước tiến hành	41
5. Tính kết quả	49
6. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục	50
BÀI 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐƯỜNG KHỬ.....	52
1. Xác định hàm lượng đường khử theo phương pháp Bertrand	52
1.1 Nguyên tắc xác định hàm lượng đường khử theo phương pháp Bertrand	52
1.2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc.....	53
1.3. Chuẩn bị hóa chất.....	54
1.4. Các bước tiến hành.....	58

1.5. Tính kết quả.....	64
1.6. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục	65
2. Xác định hàm lượng đường khử theo phương pháp Methylene xanh	66
2.1 Nguyên tắc xác định hàm lượng đường khử theo phương pháp Methylene xanh	66
2.2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc.....	66
2.3. Chuẩn bị hóa chất.....	67
2.4. Các bước tiến hành.....	67
2.5. Tính kết quả.....	67
2.6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục	68
BÀI 6: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐƯỜNG CHUNG	69
1. Nguyên tắc xác định hàm lượng đường chung	69
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	69
3. Chuẩn bị hóa chất	70
4. Các bước tiến hành	76
5. Tính kết quả	85
6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục.....	86
BÀI 7: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TINH BỘT.....	88
1. Nguyên tắc xác định hàm lượng tinh bột.....	88
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	88
3. Chuẩn bị hóa chất	89
4. Các bước tiến hành	95
5. Tính kết quả	104
6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục.....	104
BÀI 8: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XƠ THÔ	106
1. Nguyên tắc xác định hàm lượng xơ thô.....	106
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	106
3. Chuẩn bị hóa chất	108
4. Các bước tiến hành	112
5. Tính kết quả, ghi kết quả vào phiếu.....	118
6. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục	119
BÀI 9: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PROTEIN	121
1. Nguyên tắc xác định hàm lượng protein.....	121
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	121
3. Chuẩn bị hóa chất	123
4. Các bước tiến hành	128
5. Tính kết quả	134

6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục.....	135
BÀI 10: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG UREA	136
1. Nguyên tắc xác định hàm lượng Urea	136
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	136
3. Chuẩn bị hóa chất	138
4. Các bước tiến hành	141
5. Tính kết quả	153
6. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục	154
BÀI 11: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG HÀN THE.....	158
1. Nguyên tắc xác định hàm lượng hàn the.....	158
2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc	158
3. Chuẩn bị hóa chất	160
4. Các bước tiến hành	162
5. Tính kết quả	176
6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục.....	177
HƯỚNG DẪN GIẢNG DẠY MÔ ĐUN	179

GIÁO TRÌNH MÔ ĐUN PHÂN TÍCH LƯỢNG THỰC THỰC PHẨM BẰNG PHƯƠNG PHÁP HÓA LÝ

Mã mô-đun: 160111

BÀI 1: XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, quy trình tiến hành xác định độ ẩm;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định độ ẩm theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định độ ẩm

Xác định độ ẩm của sữa bột

Phần mẫu thử được sấy khô 5 h trong tủ sấy ở 87°C, không khí khô được đi qua khắp phần mẫu thử. Xác định hao hụt khối lượng phần mẫu thử (liên quan đến hàm lượng nước "không liên kết hóa học").

Chú thích: Độ ẩm được biểu thị theo phần trăm khối lượng.

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

1.1. Các dụng cụ, máy và thiết bị xác định độ ẩm của sữa bột

Để xác định độ ẩm của sữa bột, dùng các dụng cụ, máy sau:

Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 1 mg, có thể đọc được đến 0,1 mg.

Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở 87 °C ± 1 °C khắp buồng làm việc, có thông gió cưỡng bức, kiểm soát được sự ổn định nhiệt độ, có các bộ phận sau đây (xem hình 3.2).

Khối kim loại, có các rãnh đường kính 4,3 mm để giữ các cột trong tủ sấy.

Ống đồng, dài 1500 mm, đường kính trong 2 mm, được nối với khối kim loại trong tủ sấy.

Bộ ổn định áp suất, có bộ khống chế có thể chuyển 33 ml/min không khí khô vào mỗi cột trong tủ sấy.

Ống, bằng polycarbonat, dài 350 mm, đường kính 40 mm, được nhồi bằng silica gel có chỉ thị độ ẩm.

Silica gel phải được sấy khô ở 150 °C nhiều hơn 12 h trước khi sử dụng. Dùng khí nén khô, chỉ thị độ ẩm không được thay đổi màu.

Tủ hút ẩm, chứa silica gel mới được sấy khô có chỉ thị độ ẩm.

Cột, bằng polypropylen cứng (Phenomenex 1213 - 10211) dài 90 mm, đường kính trong 20 mm, có hai bộ lọc polyetylen (Phenomenex 1212 - 1023), một đầu vuốt nhỏ để lắp vừa vào khối kim loại .

Nắp đáy bằng chất liệu tổng hợp, bằng polyetylen mềm (Emergo 20273 B198 và 20371 U1).

Vật chứa, thích hợp để giữ các cột.

Vật chứa, thích hợp để giữ các nắp đáy bằng chất liệu tổng hợp.

Đũa, bằng polyvinyl clorua (PVC), dài 120 mm, đường kính 18 mm, thích hợp cho việc đặt các bộ lọc polyetylen vào cột.

Bộ kẹp, thích hợp để lấy bộ lọc polyetylen ra khỏi cột.

Máy đo màng xà phòng, thích hợp cho việc đo tốc độ 33 ml/min.

Khí nén khô, có áp suất tối thiểu 200 kPa, độ ẩm $\leq 0,01$ mg H₂O trên lít ở áp suất không khí, không chứa chất hữu cơ. Chỉ sử dụng các ống kim loại để nối nguồn khí nén vào dụng cụ trong tủ sấy.

Dụng cụ, bằng thủy tinh, có nắp đáy kín khí.



Hình 11. Sữa bột

1.2 Trình tự thao tác

TT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị dụng cụ	- Đũa thủy tinh - Cốc thủy tinh	Khô ráo, sạch sẽ, không có vết nứt, sử dụng tốt Có đặc tính phù hợp với phép thử

2	Chuẩn bị máy, thiết bị	<ul style="list-style-type: none"> - Cân phân tích - Tủ sấy - Khô kim loại - Ống đồng - Bộ ổn định áp suất - Ống tủ hút âm - Cột nắp đậy bằng chất liệu tổng hợp - Vật chứa - Đũa - Bộ kẹp - Máy đo màng xà phòng - Khí nén khô 	Thiết bị phải được kiểm tra, trong tình trạng hoạt động tốt và đạt yêu cầu
---	------------------------	---	--

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

1.4. Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục (nếu có)

TT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Dụng cụ bị vỡ trong quá trình chuẩn bị	Do tác dụng cơ học khi để chung dụng cụ thủy tinh với các dụng cụ bằng sứ, kim loại	Thao tác nhẹ nhàng, cẩn thận, tỉ mỉ Không để lẫn lộn các dụng cụ thủy tinh với các dụng cụ bằng sứ và kim loại khác
2	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
3	Tủ hút âm, tủ sấy không hoạt động khi khởi động	Do hở các mối điện	Kiểm tra dây điện, ổ cắm điện và thay dây điện nếu cần

3. Các bước tiến hành

3.1. Chuẩn bị mẫu

a. Phương pháp chuẩn bị mẫu

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng mẫu đại diện và không bị thay đổi hoặc hư hỏng trong quá trình bảo quản hoặc vận chuyển.

Chuyển toàn bộ mẫu thử vào dụng cụ bằng thủy tinh, có nắp đậy kín khí, khô, đậy kín, có dung tích lớn khoảng gấp đôi thể tích mẫu. Trộn kỹ bằng cách xoay và lắc mạnh vật chứa mẫu.

Sau khi mẫu đã được trộn kỹ như trên, nếu mẫu vẫn không đồng nhất thì sử dụng phương án lấy mẫu thống kê.

b. Dụng cụ, thiết bị

- Cân phân tích
- Dụng cụ, bằng thủy tinh, có nắp đậy kín khí

c. Nguyên vật liệu

- Mẫu thử

Trình tự thao tác

<i>TT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Cân mẫu	<ul style="list-style-type: none">- Cân phân tích- Mẫu thử sữa bột- Đũa thủy tinh- Dụng cụ, bằng thủy tinh, có nắp đậy kín khí	Khối lượng mẫu: 5 g- Độ chính xác 0,001g Không rơi vãi, dính trên thành dụng cụ Vận hành cân theo đúng hướng dẫn Đọc giá trị cân khi cân ổn định
2	Trộn mẫu	<ul style="list-style-type: none">- Vật chứa mẫu	Trộn kỹ bằng cách xoay và lắc mạnh vật chứa mẫu

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>TT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Cân phân tích bị lỗi: màn hình không hiện “0.0000 g” 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

3.2. Chuẩn bị cột

Phương pháp chuẩn bị cột

Đề bộ điều chỉnh áp suất ổn định ở khoảng 100 kPa. Đo dòng không khí tại mỗi rãnh, sử dụng máy đo màng xà phòng. Tính tốc độ dòng trung bình cho mỗi rãnh. Nếu cần, chỉnh áp suất để thu được tốc độ dòng không khí trung bình là 33 ml/min ở mỗi rãnh.

Tháo cả hai nắp đậy bằng chất liệu tổng hợp ra khỏi cột. Đặt các nắp này vào vật chứa và bảo quản ở nhiệt độ phòng.

Đặt cột có các bộ lọc đúng vị trí, vào khối kim loại trong tủ sấy đặt ở 87 °C ít nhất 1 h. Khi đặt cột vào vị trí, sử dụng áp suất nhẹ để làm cho kín khí.

Lấy cột ra khỏi tủ sấy và đậy bằng nắp chất liệu tổng hợp. Đặt cột đã đậy vào vật chứa với các cột khác đã chuẩn bị. Đặt vật chứa và các cột vào tủ hút ẩm. Đóng tủ hút ẩm và để trong khoảng 60 min ± 5 min cho nguội hẳn.

Trình tự thao tác

<i>TT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Cài đặt bộ điều chỉnh áp suất	- Bộ điều chỉnh áp suất	Đề bộ điều chỉnh áp suất ổn định ở khoảng 100 kPa
2	Đo dòng không khí tại mỗi rãnh	- Máy đo màng xà phòng	Đo chính xác, tỉ mỉ
3	Tính tốc độ dòng trung bình cho mỗi rãnh	- Máy đo màng xà phòng	Chỉnh áp suất để thu được tốc độ dòng không khí trung bình là 33 ml/min ở mỗi rãnh
4	Tháo cả hai nắp đậy bằng chất liệu tổng hợp ra khỏi cột	- Cột	Thao tác cẩn thận, tỉ mỉ
5	Đặt các nắp đậy vào vật chứa	- Vật chứa (thích hợp để giữ các nắp đậy bằng chất liệu tổng hợp)	Thao tác cẩn thận, tỉ mỉ
6	Bảo quản các nắp đậy	- Vật chứa	Bảo quản ở nhiệt độ phòng
7	Lắp đặt cột có các bộ lọc vào trong tủ sấy	- Cột - Tủ sấy	Đặt cột có các bộ lọc đúng vị trí như ở hình 3.2, vào khối kim loại trong tủ sấy Khi đặt cột vào vị trí, sử dụng áp suất nhẹ để làm cho kín khí
8	Sấy cột	- Tủ sấy	Sấy ở 87 °C ít nhất 1 h
9	Lấy cột ra khỏi tủ sấy	- Tủ sấy	Lấy cột ra khỏi tủ sấy và đậy

<i>TT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		- Cột - Nắp chất liệu tổng hợp	bằng nắp chất liệu tổng hợp
10	Đặt cột đã đậy vào vật chứa	- Vật chứa, thích hợp để giữ các cột - Cột	Đặt cột đã đậy vào vật chứa (Vật chứa, thích hợp để giữ các cột) với các cột khác đã chuẩn bị
11	Đặt vật chứa và các cột vào tủ hút ẩm	- Tủ hút ẩm	Đóng tủ hút ẩm và để trong khoảng 60 min \pm 5 min cho nguội hẳn

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>TT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Tủ sấy, máy đo màng xà phòng không hoạt động khi sử dụng	Do hở các mối điện	Kiểm tra dây điện, ổ cắm điện và thay dây điện nếu cần

3.4. Chuẩn bị phần mẫu thử

Phương pháp chuẩn bị phần mẫu thử

a. Nguyên lý xác định độ ẩm của sữa bột bằng phương pháp chuẩn

Phần mẫu thử được sấy khô 5 h trong tủ sấy ở 87 °C, không khí khô được đi qua khắp phần mẫu thử. Xác định hao hụt khối lượng phần mẫu thử (liên quan đến hàm lượng nước "không liên kết hóa học").

b. Dụng cụ, thiết bị, nguyên vật liệu

- Cân phân tích
- Cột
- Kẹp
- Tủ hút ẩm
- Vật chứa mẫu
- Nắp đậy
- Mẫu sữa bột

Trình tự thao tác

<i>TT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Lấy cột đậy kín ra	Tủ hút ẩm	Mỗi lần lấy một cột đậy kín ra

<i>TT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
	khởi vật chứa từ tủ hút ẩm	Cột	khởi vật chứa trong khi vẫn để nguyên vật chứa trong tủ hút ẩm. Sau khi lấy cột ra, đóng ngay tủ
2	Cân trị khối lượng của cột, bộ lọc và nắp đáy	Cân phân tích	Cân cột đáy kín chính xác đến 1 mg, ghi khối lượng đến bốn chữ số thập phân. Ghi khối lượng m_0
3	Tháo nắp và bộ lọc ra khỏi cột	Phòng cân Kẹp Cân phân tích	Dùng kẹp lấy bộ lọc phía trên ra khỏi cột. Giữ nắp đáy và bộ lọc nơi khô trong phòng cân
4	Cho mẫu thử vào cột	- Cột - mẫu thử	Cho 5,0 g mẫu thử đã chuẩn bị vào cột. Dùng đũa đặt bộ lọc phía trên trở lại vị trí ở trong cột. Lau sạch hết sữa bột phía trên bộ lọc bằng khăn giấy sạch. Đậy cột bằng hai nắp đáy
5	Cân khối lượng khối lượng của phần mẫu thử, cột, bộ lọc và nắp đáy trước khi sấy	- Cân phân tích	Cân chính xác đến 1 mg ghi lại khối lượng đến bốn chữ số thập phân Ghi khối lượng m_1
6	Cho cột trở lại vật chứa và đậy nắp lại	- Tủ hút ẩm	Mở tủ hút ẩm, cho cột trở lại vật chứa và đậy nắp lại

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>TT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Lượng mẫu không chính xác	Cân hay hút mẫu không chính xác	Vận hành cân phải tuân theo hướng dẫn của tài liệu kỹ thuật
2	Cân phân tích bị lỗi: màn hình không hiện “0.0000 g” 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	Tủ hút ẩm hoạt động	Các chất hút ẩm trong	Sấy lại các chất hút ẩm để tái sử

<i>TT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
	kém hiệu quả	bình hút ẩm kém	dùng hoặc thay thế chât hút ẩm mới

3.5. Sấy mẫu

Phương pháp sấy mẫu

Dựa vào khả năng tách rời hơi nước và các chất dễ bay hơi khỏi mẫu trong cùng một áp suất và nhiệt độ. Dùng sức nóng làm bay hơi nước trong sản phẩm. Cân sản phẩm trước và sau khi sấy, từ đó tính được độ ẩm của sản phẩm.

Dụng cụ, thiết bị, nguyên vật liệu

- Cân phân tích
- Cột
- Kẹp
- Tủ hút ẩm
- Vật chứa mẫu
- Nắp đậy
- Tủ sấy
- Khối kim loại
- Mẫu sữa bột

Trình tự thao tác

<i>TT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Lấy cột chứa mẫu ra khỏi vật chứa từ tủ hút ẩm	- Tủ hút ẩm	Mở tủ hút ẩm. Lấy một cột đậy kín với phần mẫu thử đã chuẩn bị ra khỏi vật chứa
2	Tháo cả hai nắp đậy ra khỏi mỗi cột	- Cột có nắp đậy	Tháo cả hai nắp đậy ra khỏi mỗi cột. Đặt các nắp đậy vào vật chứa và để ở nhiệt độ phòng
3	Đặt cột cùng với lượng mẫu chứa bên trong vào khối kim loại đã được đặt trong tủ sấy	- Khối kim loại - Tủ sấy	Đóng ngay tủ sấy
4	Sấy mẫu	- Tủ sấy	Sấy khô cột trong tủ sấy đặt ở 87 °C trong 5 h

<i>TT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
5	Cho mẫu vào tủ hút ẩm	- Tủ hút ẩm	Sau khi sấy, lấy cột ra khỏi khối kim loại. Đóng cả hai nắp cột. Mở tủ hút ẩm và đặt các cột đã sấy khô cùng với lượng chứa bên trong vào lại vật chứa). Đóng ngay tủ hút ẩm sau khi đặt cột cuối cùng vào vật chứa. Để yên cho nguội hẳn trong 60 min ± 5 min
6	Cân khối lượng của phần mẫu thử, cột, bộ lọc và nắp đậy sau khi sấy tính bằng gam	- Cân phân tích	Cân chính xác đến 1 mg ghi lại khối lượng đến bốn chữ số thập phân Ghi khối lượng m2

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>TT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Kết quả cân không đúng	Vận hành cân chưa tuân theo hướng dẫn của tài liệu kỹ thuật	Vận hành cân phải tuân theo hướng dẫn của tài liệu kỹ thuật
2	Bình hút ẩm hoạt động kém hiệu quả	Cách chất hút ẩm trong bình hút ẩm kém	Sấy lại các chất hút ẩm để tái sử dụng hoặc thay thế chất hút ẩm mới

4. Tính kết quả

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

Công thức tính kết quả độ ẩm của mẫu, w:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_o} \times 100\%$$

Trong đó:

m_o là giá trị khối lượng của cột, bộ lọc và nắp đậy, tính bằng gam;

m_1 là giá trị khối lượng của phần mẫu thử, cột, bộ lọc và nắp đậy trước khi sấy, tính

bằng gam;

m_2 là giá trị khối lượng của phần mẫu thử, cột, bộ lọc và nắp đậy sau khi sấy, tính bằng gam;

Trình tự thao tác

TT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Tính kết quả độ ẩm của sữa bột	- Sổ ghi chép - Máy tính cá nhân - Công thức	Đúng công thức Tính chính xác kết quả Kết quả tính theo %, được làm tròn đến 2 số lẻ thập phân thứ nhất.
2	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Cập nhật, đầy đủ Chính xác
3	Báo cáo thử nghiệm	- Mẫu báo cáo thử nghiệm	Báo cáo phải được ghi đầy đủ về: - Phương pháp thử nghiệm - Dụng cụ, thiết bị, thử nghiệm - Phương pháp chuẩn bị mẫu - Cách tiến hành - Kết quả độ ẩm của mẫu - Phân tích các nguyên nhân gây sai số trong quá trình xác định và cách khắc phục

5. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục

TT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Nhầm kết quả	Ghi nhầm kết quả	Ghi chép kết quả cẩn thận
2	Tính kết quả sai	Xác định các thông số tính kết quả sai Áp dụng/Tính nhầm công thức	Xác định chính xác, đầy đủ các thông số cần thiết Kiểm tra lại công thức, kết quả tính và đối chiếu với tài liệu kỹ thuật

BÀI 2: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO TOÀN PHẦN

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, quy trình tiến hành xác định hàm lượng tro toàn phần;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng tro toàn phần theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định hàm lượng tro toàn phần

Xác định hàm lượng tro toàn phần bằng phương pháp nung đến khối lượng không đổi: Dựa vào khả năng tách được các chất hữu cơ dễ cháy ra khỏi các chất không cháy trong mẫu phân tích ở nhiệt độ cao. Nung cháy hoàn toàn các hợp chất hữu cơ trong sản phẩm ở nhiệt độ cao. Phần còn lại là tro, đem cân sẽ tính hàm lượng tro có trong sản phẩm.

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

2.1. Dụng cụ, thiết bị

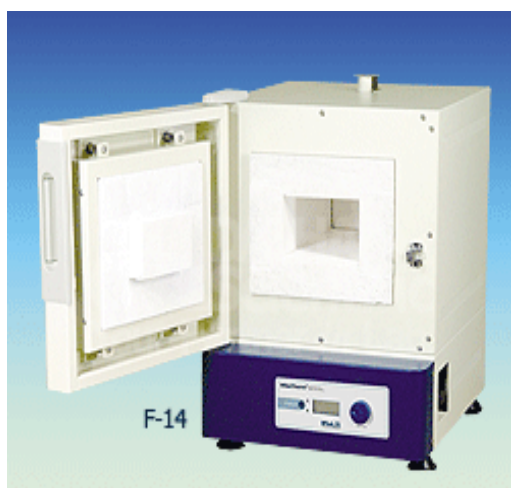
- Giới thiệu về chén nung:

+ Chén để đựng mẫu nung, chịu được nhiệt độ cao (600 – 1000°C), có thể làm từ vật liệu sứ, platinum, thạch anh..., có nhiều hình dạng khác nhau và không làm ảnh hưởng đến mẫu vật ở các điều kiện thử nghiệm.



Hình 2.1. Chén nung platinum và chén nung thạch anh

- Giới thiệu về lò nung: có hệ thống thông gió thích hợp được cung cấp bằng hệ thống kiểm soát nhiệt độ, có lớp vỏ chịu nhiệt để không bị hỏng ở nhiệt độ tro hóa, và có thể duy trì ở nhiệt độ cao từ 600 – 1000°C. Có nhiều loại lò nung: lò nung vuông, lò nung đứng, lò nung ống, lò nung dây điện trở, lò nung chân không...



Hình 2.2. Lò nung vuông và lò nung điện trở

- Một số thiết bị và dụng cụ khác:

+ Bình hút ẩm: dùng để làm nguội nhanh chén nung trước khi cân mà không hút thêm ẩm, có khay sứ đục lỗ dày và có chứa chất hút ẩm còn tác dụng như: CaCl_2 khan, Silicagen hoặc H_2SO_4 đậm đặc, khan.



Hình 2.3. Các loại bình hút ẩm

- + Cân phân tích có độ chính xác 0,001g
- + Kẹp an toàn để lấy vật còn nóng ra khỏi lò nung
- + Bếp điện

2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Kiểm tra chén nung	Chén nung	Sạch, khô và không có vết nứt
2	Chuẩn bị bình hút ẩm	Bình hút ẩm	Các chất hút ẩm trong

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			tình trạng hoạt động tốt Bình hút âm không có vết nứt.
3	Chuẩn bị cân phân tích	- Cân phân tích - Tài liệu kỹ thuật hướng dẫn	Cân phân tích phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt
4	Chuẩn bị lò nung, bếp điện	- Lò nung - Bếp điện - Tài liệu kỹ thuật hướng dẫn	Lò nung và bếp điện phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt

2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Cần thận khi kiểm tra chén nung, tránh làm rơi, bể vỡ.

- Phải chú ý về an toàn điện khi kiểm tra cân phân tích, bếp điện, lò nung: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.

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	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
2	Lò nung, bếp điện, cân phân tích: không hoạt động khi khởi động	Do hở các mối điện	Kiểm tra dây điện, ổ cắm điện và thay dây điện nếu cần

3. Chuẩn bị hóa chất

3.1. Hóa chất

Hóa chất cần sử dụng trong phương pháp xác định hàm lượng tro toàn phần là acid HNO₃ đậm đặc.

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	Kiểm tra hóa chất	HNO ₃ đậm đặc	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn Đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng

3.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Mang găng tay khi kiểm tra hóa chất.
- Cần thận khi tiếp xúc với acid đậm đặc, tránh làm rơi vãi hóa chất ra ngoài

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	Hóa chất hết hạn sử dụng	Do hóa chất để quá lâu ngày	Phải kiểm tra kỹ các thông tin trên nhãn hóa chất Thay thế bằng hóa chất mới khi phát hiện quá hạn sử dụng.

4. Các bước tiến hành

4.1. Nung chén nung

4.1.1. Nguyên tắc thực hiện

Chén nung trước khi sử dụng để sấy mẫu cần được nung đến khối lượng không đổi. Lấy kết quả cân khối lượng chén để ghi vào báo cáo thử nghiệm.

4.1.2. 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	Nung chén	Chén nung, lò nung	Nhiệt độ nung: 600°C Thời gian nung: 5ph
2	Cho chén nung vào bình hút ẩm	Bình hút ẩm	Thời gian: 30 phút Hé mở nắp bình
3	Cân chén nung	Cân phân tích	Độ chính xác 0,001g

4.1.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Không đặt chén còn ướt vào lò nung.
- Khi lấy chén nung còn nóng từ lò nung phải dùng kẹp an toàn, găng tay và kính bảo hộ để lấy.
- Khi đặt vật còn nóng vào bình hút ẩm phải hé mở nắp bình
- Chén nung trong bình hút ẩm phải nguội đến nhiệt độ phòng trước khi cho vào cân
- Thao tác sử dụng lò nung và cân phải đúng theo hướng dẫn
- Trước khi cân, hé mở nắp chén nung để làm cân bằng áp suất và đập lại ngay.

4.1.4. 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	Chén nung bẩn	Chén nung chưa được làm sạch trước khi nung	Làm sạch chén nung trước khi nung
2	Chén nung chưa đạt khối lượng không đổi sau khi nung 5ph ở nhiệt độ 600°C	Chén nung còn ướt khi cho vào lò nung	Sau khi làm sạch cần để ráo hoặc sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 130°C, thời gian 90ph
3	Khối lượng chén nung bị sai số	Trong quá trình làm nguội trong bình hút ẩm, chén nung hút thêm ẩm do các chất hút ẩm không hoạt động tốt, làm tăng khối lượng của chén nung.	Đem sấy khô các chất hút ẩm. Hoặc thay các chất hút ẩm mới.

4.2 Chuẩn bị mẫu

4.2.1. Phương pháp chuẩn bị mẫu

Tùy thuộc vào trạng thái và tính chất của mẫu mà có cách xử lý thích hợp:

- Đối với những sản phẩm có chứa hạt nguyên: phải nghiền mẫu
- Nếu là sản phẩm lỏng: phải cô đặc đến khô
- Với những sản phẩm dễ bốc cháy (chứa nhiều đường, mỡ...): phải đốt cháy thành than đen trước khi cho vào lò nung

Dụng cụ, thiết bị:

- Dao, cối chày sứ
- Cân phân tích
- Máy nghiền
- Bếp điện



Hình 2.4. Bếp điện



Hình 2.5. Máy nghiền

4.2.2. 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>
------------	-------------------------	----------------------------------	-------------------------

<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 mẫu	Dao, cối chày, máy nghiền, bếp điện	Mẫu có tính đồng nhất, dạng khô
2	Cân mẫu	Cân phân tích	Khối lượng mẫu: 1-3g Độ chính xác 0,001g
3	Cân chén và mẫu	Cân phân tích	Độ chính xác 0,001g

4.2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Chén nung phải được làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm trước khi cho mẫu vào cân.

- Thao tác sử dụng cân phải đúng theo hướng dẫn.

4.2.4. 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	Chén nung có nhiệt độ không cân bằng với nhiệt độ của cân, khối lượng cân không chính xác	Chén nung chưa được làm nguội về nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm	Làm nguội chén nung về nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm
2	Mẫu đồng nhất chưa đạt yêu cầu	Xử lý mẫu chưa đạt	Xử lý lại mẫu

4.3. Nung mẫu đến khối lượng không đổi

4.3.1. Nguyên tắc thực hiện

Nguyên lý xác định độ tro bằng phương pháp nung đến khối lượng không đổi là dựa vào khả năng tách được các chất hữu cơ dễ cháy ra khỏi các chất không cháy trong mẫu phân tích ở nhiệt độ cao. Nung cháy hoàn toàn các hợp chất hữu cơ trong sản phẩm ở nhiệt độ cao. Phần còn lại là tro, đem cân sẽ tính hàm lượng tro có trong sản phẩm.

4.3.2. 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	Nung mẫu thử lần 1	Lò nung	- Nhiệt độ nung: 600°C, tăng nhiệt độ lò nung từ từ - Thời gian nung: 3-6h - Tro trong chén nung có màu trắng
2	Cho chén nung chứa mẫu vào bình hút ẩm	Bình hút ẩm	- Thời gian: 30 phút - Hé mở nắp bình

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
3	Cân mẫu	Cân phân tích	- Độ chính xác 0,001g - Thời gian cân: trong 2 phút kể từ khi lấy ra khỏi bình hút ẩm
4	Nung mẫu thử lần 2	Lò nung	- Nhiệt độ nung: 600°C - Thời gian nung: 30 phút
5	Cho chén nung chứa mẫu vào bình hút ẩm	Bình hút ẩm	- Thời gian: 30 phút - Hé mở nắp bình
6	Cân mẫu lần 2	Cân phân tích	Độ chính xác 0,001g
7	Lặp lại các thao tác 4, 5, 6	Lò nung, bình hút ẩm, cân phân tích	Chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp không quá 0,001g - Ghi kết quả lần cân cuối

4.3.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Khi để chén nung còn nóng vào bình hút ẩm, phải hé mở nắp bình (hoặc mở khóa phía trên nắp bình) tránh không khí trong bình bị nóng, nở ra đẩy bật nắp bình, để chén nung nguội bớt mới đậy kín nắp bình (hoặc đóng khóa).

- Khi xác định hàm lượng tro đối với các sản phẩm dễ bốc cháy (đường, mỡ...) thì phải đốt trước cho đến khi thành than đen không bốc cháy nữa mới cho vào lò nung.

- Khi sử dụng lò nung 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.

4.3.4. 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	Tro chưa trắng	Quá trình đốt cháy chưa hoàn toàn loại bỏ các chất hữu cơ	Cho thêm vài giọt dung dịch HNO ₃ đậm đặc và đem đun cho chất lỏng trong chén bay hết, rồi nung lại đến khi tro trắng
2	Mẫu cháy thành ngọn lửa trong lò nung	Chưa xử lý mẫu chứa nhiều đường, mỡ... là những chất dễ bị bốc cháy	Phải đốt trước cho đến khi thành than đen không bốc cháy nữa mới cho vào lò

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
			nung
3	Thời gian nung kéo dài quá lâu	Lượng mẫu cân quá nhiều	Cân lại mẫu cho phù hợp với từng loại thực phẩm
4	Mẫu cháy cục bộ thành ngọn lửa ngay từ ban đầu	Chưa tro hóa sơ bộ ở nhiệt độ thấp hơn	Nâng nhiệt độ từ từ đến khi đạt nhiệt độ yêu cầu
5	Tro hút ẩm trở lại	Tro để ở môi trường bên ngoài quá lâu hoặc làm nguội bị chậm	Đặt tro trong bình hút ẩm để làm nguội
6	Khối lượng tro bị sai số	Trong quá trình làm nguội trong bình hút ẩm, chén nung và tro hút thêm ẩm do các chất hút ẩm không hoạt động tốt, làm tăng khối lượng của chén nung.	Đem sấy khô các chất hút ẩm. Hoặc thay các chất hút ẩm mới.

5. Tính kết quả

5.1. Công thức tính kết quả

Hàm lượng tro tính bằng (%) theo công thức:

$$X = \frac{(g_2 - g)}{(g_1 - g)} \cdot 100$$

Trong đó:

- g: Khối lượng chén không (g)
- g₁: Khối lượng chén và mẫu thử (g)
- g₂: Khối lượng chén và tro (g)

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	Tính kết quả	Máy tính	- Tính đúng công thức - Kết quả tính theo %, được làm tròn đến số lẻ thập phân thứ nhất.
2	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Ghi chính xác kết quả

6. Nguyên nhân gây sai số 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 hàm lượng tro	Áp dụng chưa đúng	Kiểm tra công thức và

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
	không chính xác	công thức tính toán	kết quả tính toán, đối chiếu tài liệu kỹ thuật
2	Chén nung bẩn	Chén nung chưa được làm sạch trước khi nung	Làm sạch chén nung trước khi nung
3	Chén nung chưa đạt khối lượng không đổi sau khi nung 5ph ở nhiệt độ 600°C	Chén nung còn ướt khi cho vào lò nung	Sau khi làm sạch cần để ráo hoặc sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 130°C, thời gian 90ph
4	Khối lượng chén nung bị sai số	Trong quá trình làm nguội trong bình hút ẩm, chén nung hút thêm ẩm do các chất hút ẩm không hoạt động tốt, làm tăng khối lượng của chén nung.	Đem sấy khô các chất hút ẩm. Hoặc thay các chất hút ẩm mới.
5	Chén nung có nhiệt độ không cân bằng với nhiệt độ của cân, khối lượng cân không chính xác	Chén nung chưa được làm nguội về nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm	Làm nguội chén nung về nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm
6	Mẫu đồng nhất chưa đạt yêu cầu	Xử lý mẫu chưa đạt	Xử lý lại mẫu

BÀI 3: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO KHÔNG TAN TRONG HCl

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, quy trình tiến hành xác định hàm lượng tro không tan trong HCl;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng tro không tan trong HCl theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định hàm lượng tro không tan trong HCl

Xác định hàm lượng tro không tan trong HCl bằng phương pháp nung đến khối lượng không đổi:

Lấy lượng tro toàn phần cho vào dung dịch HCl, sau đó lọc, phần tro không tan được nằm lại trên giấy lọc, đem rửa sạch, nung và cân. Từ đó tính được hàm lượng tạp chất.

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

2.1. Dụng cụ, thiết bị

Các dụng cụ, thiết bị cần chuẩn bị:

- Chén để đựng mẫu nung, chịu được nhiệt độ cao (600 – 1000°C), có thể làm từ vật liệu sứ, platinum, thạch anh..., có nhiều hình dạng khác nhau và không làm ảnh hưởng đến mẫu vật ở các điều kiện thử nghiệm.

- Lò nung: có hệ thống thông gió thích hợp được cung cấp bằng hệ thống kiểm soát nhiệt độ, có lớp vỏ chịu nhiệt để không bị hỏng ở nhiệt độ tro hóa, và có thể duy trì ở nhiệt độ cao từ 600 – 1000°C. Có nhiều loại lò nung: lò nung vuông, lò nung đứng, lò nung ống, lò nung dây điện trở, lò nung chân không...

- Bình hút ẩm: dùng để làm nguội nhanh chén nung trước khi cân mà không hút thêm ẩm, có khay sứ đục lỗ dày và có chứa chất hút ẩm còn tác dụng như: CaCl₂ khan, Silicagen hoặc H₂SO₄ đậm đặc, khan.

- Cân phân tích có độ chính xác 0,001g
- Bếp cách thủy
- Kẹp an toàn để lấy vật còn nóng ra khỏi lò nung
- Bếp điện

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	Kiểm tra chén nung	- Chén nung	Sạch, khô và không có vết nứt
2	Chuẩn bị bình hút ẩm	- Bình hút ẩm	Các chất hút ẩm trong tình trạng hoạt động tốt Bình hút ẩm không có vết nứt.
3	Chuẩn bị cân phân tích	- Cân phân tích - Tài liệu kỹ thuật hướng dẫn	Cân phân tích phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt
4	Chuẩn bị lò nung, bếp điện	- Lò nung - Bếp điện - Tài liệu kỹ thuật hướng dẫn	Lò nung và bếp điện phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt

2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Cần thận khi kiểm tra chén nung, tránh làm rơi, bể vỡ.

- Phải chú ý về an toàn điện khi kiểm tra cân phân tích, bếp điện, lò nung: không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.

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	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
2	Lò nung, bếp điện, cân phân tích: không hoạt động khi khởi động	Do hở các mối điện	Kiểm tra dây điện, ổ cắm điện và thay dây điện nếu cần

3. Chuẩn bị hóa chất

3.1. Hóa chất

a. Hóa chất cần sử dụng trong phương pháp xác định hàm lượng tro toàn phần:

- Dung dịch HNO₃ đậm đặc

- Dung dịch HCl 10%: Hút 27ml dung dịch acid HCl đậm đặc có d=1,19 g/mol cho vào bình định mức 100ml. Định mức đến vạch.

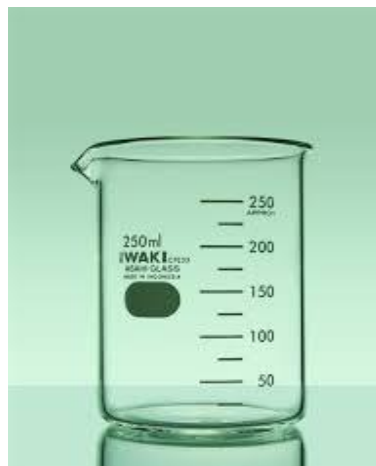
- Dung dịch AgNO_3 0,1N: Cân 1,7 g AgNO_3 từ lọ hóa chất AgNO_3 tinh khiết, hòa tan hoàn toàn bằng nước cất trong cốc, chuyển sang bình định mức 100ml. Tráng cốc bằng nước cất (2-3) lần cho vào bình định mức. Định mức đến vạch.

b. Dụng cụ, máy:

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



Hình 3.1. Bình định mức



Hình 3.2. Cốc thủy tinh



Hình 3.3. Đũa thủy tinh



Hình 3.4. Cân phân tích

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	Kiểm tra hóa chất	- HNO_3 đậm đặc - HCl đậm đặc 37% - AgNO_3	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng
2	Chuẩn bị dung dịch HCl 10%		

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
2.1	Lấy hóa chất	- HCl đậm đặc 37% - Nước cất - Pipet - Bình định mức 1000ml	Bình định mức được cho vào 50ml nước cất Hóa chất HCl không được đổ ra ngoài khi lấy. Thể tích HCl 37% được lấy chính xác 27ml cho vào bình định mức
2.2	Định mức	- Nước cất - Bình định mức 100ml	Định mức phải đúng vạch
2.3	Cho HCl 37% vào lọ chứa	- Dung dịch HCl 37%	Dung dịch HCl 37% sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
3	Chuẩn bị dung dịch AgNO ₃ 1%		
3.1	Cân hóa chất	- Hóa chất AgNO ₃ tinh khiết - Cốc - Cân phân tích	Hóa chất AgNO ₃ được cân chính xác 1,7g (độ chính xác 10 ⁻⁴ g) Hóa chất AgNO ₃ không được đổ ra ngoài khi pha
3.2	Hòa tan hóa chất	- Nước cất - Đũa thủy tinh	AgNO ₃ phải được hòa tan hoàn toàn khi pha
3.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch
3.4	Cho dung dịch AgNO ₃ 0,1N vào lọ chứa	- Dung dịch AgNO ₃ 0,1N - Lọ chứa	Dung dịch AgNO ₃ 1% sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có màu có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
4	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

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

3.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Mang găng tay khi kiểm tra hóa chất.
- Cần thận khi tiếp xúc với acid đậm đặc, tránh làm rơi vãi hóa chất ra ngoài.
- Tránh làm dính hóa chất AgNO_3 vào tay, quần áo vì AgNO_3 có tính oxy hóa mạnh sẽ tạo thành màu nâu đen thẫm trên da và quần áo.

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	Hóa chất hết hạn sử dụng	Do hóa chất để quá lâu ngày	Phải kiểm tra kỹ các thông tin trên nhãn hóa chất Thay thế bằng hóa chất mới khi phát hiện quá hạn sử dụng.
2	Nồng độ AgNO_3 0,1N bị thay đổi nồng độ.	Lọ chứa AgNO_3 0,1N không màu.	Lọ chứa AgNO_3 0,1N có màu.
3	Nồng độ HCl 10% không đúng	- Hút hóa chất không chính xác - Định mức chưa đúng - Hóa chất HCl đậm đặc bị nhiễm tạp chất - Lọ chứa HCl 10% chưa sạch	- Sử dụng pipet đúng cách - Định mức chính xác đến vạch - Dùng pipet khô sạch để hút hóa chất - Lọ chứa chất chuẩn HCl 10% phải khô, sạch

4. Các bước tiến hành

4.1. Nung chén nung

Nguyên tắc thực hiện

Chén nung trước khi sử dụng để sấy mẫu cần được nung đến khối lượng không đổi. Lấy kết quả cân khối lượng chén để ghi vào báo cáo thử nghiệm.

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>
------------	-------------------------	----------------------------------	-------------------------

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Nung chén	Chén nung, lò nung	Nhiệt độ nung: 600°C Thời gian nung: 5ph
2	Cho chén nung vào bình hút ẩm	Bình hút ẩm	Thời gian: 30 phút Hé mở nắp bình
3	Cân chén nung	Cân phân tích	Độ chính xác 0,001g

Các chú ý về an toàn lao động

- Không đặt chén còn ướt vào lò nung.
- Khi lấy chén nung còn nóng từ lò nung phải dùng kẹp an toàn, găng tay và kính bảo hộ để lấy.
- Khi đặt vật còn nóng vào bình hút ẩm phải hé mở nắp bình
- Chén nung trong bình hút ẩm phải nguội đến nhiệt độ phòng trước khi cho vào cân.
- Thao tác sử dụng lò nung và cân phải đúng theo hướng dẫn
- Trước khi cân, hé mở nắp chén để cân bằng áp suất và đập lại ngay.

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	Chén nung bẩn	Chén nung chưa được làm sạch trước khi nung	Làm sạch chén nung trước khi nung
2	Chén nung chưa đạt khối lượng không đổi sau khi nung 5ph ở nhiệt độ 600°C	Chén nung còn ướt khi cho vào lò nung	Sau khi làm sạch cần để ráo hoặc sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 130°C, thời gian 90ph
3	Khối lượng chén nung bị sai số	Trong quá trình làm nguội trong bình hút ẩm, chén nung hút thêm ẩm do các chất hút ẩm không hoạt động tốt, làm tăng khối lượng của chén nung.	Đem sấy khô các chất hút ẩm. Hoặc thay các chất hút ẩm mới.

4.2. Chuẩn bị mẫu

Phương pháp chuẩn bị mẫu

- Tùy thuộc vào trạng thái và tính chất của mẫu mà có cách xử lý thích hợp:
- + Đối với những sản phẩm có chứa hạt nguyên: phải nghiền mẫu
 - + Nếu là sản phẩm lỏng: phải cô đặc đến khô

+ Với những sản phẩm dễ bốc cháy (chứa nhiều đường, mỡ...): phải đốt cháy thành than đen trước khi cho vào lò nung

Dụng cụ, thiết bị:

- Dao, cối chày sứ
- Cân phân tích
- Máy nghiền
- Bếp điện



Hình 3.5. Bếp điện



Hình 3.6. Máy nghiền

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 mẫu	Dao, cối chày, máy nghiền, bếp điện	Mẫu có tính đồng nhất, dạng khô
2	Cân mẫu	Cân phân tích	Khối lượng mẫu: 1-3g Độ chính xác 0,001g
3	Cân chén và mẫu	Cân phân tích	Độ chính xác 0,001g

Các chú ý về an toàn lao động

- Chén nung phải được làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm trước khi cho mẫu vào cân.

- Thao tác sử dụng cân phải đúng theo hướng dẫn.

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	Chén nung có nhiệt độ không cân bằng với nhiệt độ của cân, khối lượng cân không chính xác	Chén nung chưa được làm nguội về nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm	Làm nguội chén nung về nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm
2	Mẫu đồng nhất chưa đạt yêu cầu	Xử lý mẫu chưa đạt	Xử lý lại mẫu

4.3. Nung mẫu đến khi tro trắng

Nguyên tắc thực hiện

Nguyên lý nung mẫu đến khi tro trắng: Dựa vào khả năng tách được các chất hữu cơ dễ cháy ra khỏi các chất không cháy trong mẫu phân tích ở nhiệt độ cao. Nung cháy hoàn toàn các hợp chất hữu cơ trong sản phẩm ở nhiệt độ cao. Phần còn lại sau quá trình nung này là tro trắng.

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	Nung mẫu thử	Lò nung Chén nung	- Nhiệt độ nung: 600°C, tăng nhiệt độ lò nung từ từ - Thời gian nung: 3-6h - Tro trong chén nung có màu trắng
2	Cho chén nung chứa mẫu vào bình hút ẩm	Bình hút ẩm	- Thời gian: 30 phút - Hé mở nắp bình

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi để chén nung còn nóng vào bình hút ẩm, phải hé mở nắp bình (hoặc mở khóa phía trên nắp bình) tránh không khí trong bình bị nóng, nở ra đẩy bật nắp bình, để chén nung nguội bớt mới đậy kín nắp bình (hoặc đóng khóa).

- Khi xác định hàm lượng tro đối với các sản phẩm dễ bốc cháy (đường, mỡ...) thì phải đốt trước cho đến khi thành than đen không bốc cháy nữa mới cho vào lò nung.

- Khi sử dụng lò nung 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.

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	Tro chưa trắng	Quá trình đốt cháy chưa hoàn toàn loại bỏ các chất hữu cơ	Cho thêm vài giọt dung dịch HNO ₃ đậm đặc và đem đun cho chất lỏng trong chén bay hết, rồi nung lại đến khi tro trắng
2	Mẫu cháy thành ngọn	Chưa xử lý mẫu chứa	Phải đốt trước cho đến khi

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
	lửa trong lò nung	nhiều đường, mỡ... là những chất dễ bị bốc cháy	thành than đen không bốc cháy nữa mới cho vào lò nung
3	Thời gian nung kéo dài quá lâu	Lượng mẫu cân quá nhiều	Cân lại mẫu cho phù hợp với từng loại thực phẩm
4	Mẫu cháy cục bộ thành ngọn lửa ngay từ ban đầu	Chưa tro hóa sơ bộ ở nhiệt độ thấp hơn	Nâng nhiệt độ từ từ đến khi đạt nhiệt độ yêu cầu
5	Tro hút ẩm trở lại	Tro để ở môi trường bên ngoài quá lâu hoặc làm nguội bị chậm	Đặt tro trong bình hút ẩm để làm nguội

4.4. Xử lý với HCl

Nguyên tắc thực hiện

Lấy lượng tro toàn phần cho vào dung dịch HCl, sau đó lọc, phần tro không tan được nằm lại trên giấy lọc, đem rửa sạch, nung và cân. Từ đó tính được hàm lượng tạp chất.

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 chén tro	Chén nung Dung dịch HCl 4N	- Tro có màu trắng - Thể tích dung dịch HCl 4N: 25ml
2	Đun nóng trên nồi cách thủy	Bếp cách thủy	- Thời gian: 10 - 15 phút - Tro được hòa tan hoàn toàn
3	Lọc qua giấy lọc không tro	Giấy lọc không tro	Các tạp chất không bị hòa tan được giữ trên giấy lọc
4	Rửa chén và giấy lọc chứa cặn bằng nước cất đun sôi	Nước cất đun sôi	Cặn đã sạch HCl

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 bếp cách thủy 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.

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	Tro chưa được hòa tan hoàn toàn	Cho HCl vào tro, đun cách thủy nhưng không khuấy	Khuấy đều dung dịch khi đun trên bếp cách thủy
2	Cặn trên giấy lọc vẫn còn lẫn HCl	Rửa chưa sạch hết HCl	Kiểm tra quá trình rửa: lấy 3 giọt nước sau khi rửa giấy lọc cho vào ống nghiệm, thêm 2 giọt dung dịch HNO ₃ đậm đặc và 1 giọt dung dịch AgNO ₃ 0,1N, dung dịch trong ống nghiệm không được tạo tủa trắng (AgCl).

4.5. Nung tro đến khối lượng không đổi

Nguyên tắc thực hiện

Áp dụng nguyên lý nung mẫu đến khối lượng không đổi: Dựa vào khả năng tách được các chất hữu cơ dễ cháy ra khỏi các chất không cháy trong cặn ở nhiệt độ cao. Nung cháy hoàn toàn các hợp chất hữu cơ trong cặn ở nhiệt độ cao. Phần còn lại là tro, đem cân sẽ tính hàm lượng tro không tan trong HCl.

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 toàn bộ giấy lọc vào chén nung	Chén nung	Sử dụng lại chén nung trên đã được nung ít nhất 30 phút ở nhiệt độ 600°C và được làm nguội trong bình hút ẩm
2	Nung chén chứa cặn	Chén nung, Lò nung	- Nhiệt độ nung: 600°C - Thời gian nung: 30 phút
3	Cho chén nung vào bình hút ẩm	Bình hút ẩm	- Thời gian: 30 phút - Hé mở nắp bình
4	Cân	Cân phân tích	- Độ chính xác 0,001g - Thời gian cân: trong 2

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			phút kể từ khi lấy ra khỏi bình hút ẩm
5	Nung đến khối lượng không đổi	Lò nung, bình hút ẩm, cân phân tích	Chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp không quá 0,001g

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi để chén nung còn nóng vào bình hút ẩm, phải hé mở nắp bình (hoặc mở khóa phía trên nắp bình) tránh không khí trong bình bị nóng, nở ra đẩy bật nắp bình, để chén nung nguội bớt mới đậy kín nắp bình (hoặc đóng khóa).

- Khi sử dụng lò nung 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.

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	Dùng sai chén nung dẫn đến kết quả không chính xác	Sử dụng không đúng chén nung	Chỉ sử dụng 1 chén nung trong suốt quá trình xác định
2	Chỉ nung giấy lọc chứa cặn 1 lần dẫn đến kết quả bị sai số	Chỉ nung giấy lọc chứa cặn 1 lần	Phải nung đến khối lượng không đổi

5. Tính kết quả, ghi kết quả vào phiếu

5.1. Công thức tính kết quả

Hàm lượng tạp chất tính bằng (%) theo công thức:

$$X = \frac{(m_2 - m)}{(m_1 - m)} \cdot 100$$

Trong đó:

m: khối lượng của chén nung (g)

m₁: khối lượng của chén và mẫu trước khi nung (g)

m₂: khối lượng của chén và tạp chất sau khi nung (g)

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	Tính kết quả	- Máy tính	- Tính đúng công thức - Kết quả tính theo %, được làm tròn đến số lẻ thập phân thứ nhất.
2	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Ghi chính xác kết quả

6. Nguyên nhân gây sai số 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 hàm lượng tro không chính xác	Áp dụng chưa đúng công thức tính toán	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán, đối chiếu tài liệu kỹ thuật
2	Hóa chất hết hạn sử dụng	Do hóa chất để quá lâu ngày	Phải kiểm tra kỹ các thông tin trên nhãn hóa chất Thay thế bằng hóa chất mới khi phát hiện quá hạn sử dụng.
3	Nồng độ AgNO_3 0,1N bị thay đổi nồng độ.	Lọ chứa AgNO_3 0,1N không màu.	Lọ chứa AgNO_3 0,1N có màu.
4	Nồng độ HCl 10% không đúng	- Hút hóa chất không chính xác - Định mức chưa đúng - Hóa chất HCl đậm đặc bị nhiễm tạp chất - Lọ chứa HCl 10% chưa sạch	- Sử dụng pipet đúng cách - Định mức chính xác đến vạch - Dùng pipet khô sạch để hút hóa chất - Lọ chứa chất chuẩn HCl 10% phải khô, sạch
5	Chén nung bẩn	Chén nung chưa được làm sạch trước khi nung	Làm sạch chén nung trước khi nung
6	Chén nung chưa đạt khối lượng không đổi sau khi nung 5ph ở nhiệt độ 600°C	Chén nung còn ướt khi cho vào lò nung	Sau khi làm sạch cần để ráo hoặc sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 130°C , thời gian 90ph
7	Khối lượng chén nung bị sai số	Trong quá trình làm nguội trong bình hút ẩm, chén nung hút thêm ẩm do các	Đem sấy khô các chất hút ẩm. Hoặc thay các chất hút ẩm

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
		chất hút ẩm không hoạt động tốt, làm tăng khối lượng của chén nung.	mới.

BÀI 4: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LIPID

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, quy trình tiến hành xác định hàm lượng lipid;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng lipid theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định hàm lượng lipid

Dùng dung môi hữu cơ nóng để hòa tan tất cả chất béo tự do trong sản phẩm. Sau khi làm bay hơi hết dung môi, cân chất béo còn lại và tính ra được hàm lượng chất béo có trong 100g sản phẩm.

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

2.1. Dụng cụ thiết bị

- Các dụng cụ cần chuẩn bị:

Cối chà sứ, cốc thủy tinh, mặt kính đồng hồ, bình hút âm, giấy lọc, ống giấy xóp, kẹp an toàn.



Hình 4.1. Ống giấy xóp

- Các thiết bị cần chuẩn bị:

- + Cân phân tích
- + Bếp cách thủy

- + Máy nghiền
- + Tủ sấy
- + Bếp đun bình cầu: Gia nhiệt cho dung môi được chứa trong bình cầu



Hình 4.2. Bếp đun bình cầu

- + Thiết bị Soxhlet: Gồm có 3 phần chính tách rời được nối lại với nhau:
 - * Bình cầu: chứa dung môi
 - * Ống chiết: chứa mẫu phân tích
 - * Ống sinh hàn: Làm ngưng tụ hơi dung môi



Hình 4.3. Các bộ phận của bộ chiết Soxhlet: Bình cầu, ống chiết, ống sinh hàn (từ trái sang)

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	Chuẩn bị và kiểm tra các dụng cụ	Cối chà sứ, cốc thủy tinh, mặt kính đồng hồ, bình hút	- Sạch sẽ, không có vết nứt, sử dụng tốt

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		Ấm, giấy lọc, ống giấy xốp, kẹp an toàn	
2	Chuẩn bị cân phân tích	- Cân phân tích - Tài liệu kỹ thuật hướng dẫn	Cân phân tích phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt
3	Chuẩn bị và kiểm tra các thiết bị	- Bếp cách thủy - Máy nghiền - Tủ sấy - Bếp đun bình cầu - Thiết bị Soxhlet	- Sạch sẽ, hoạt động tốt - Bình cầu được sấy khô
4	Chuẩn bị cốc thủy tinh để đựng lipid		
4.1	Sấy cốc thủy tinh đến khối lượng không đổi	Tủ sấy, cốc thủy tinh	Nhiệt độ sấy: 105°C Thời gian sấy: 1h
4.2	Làm nguội trong bình hút ẩm	Bình hút ẩm	Thời gian: 30 phút
4.3	Cân cốc thủy tinh	- Cân phân tích, cốc thủy tinh - Sổ ghi chép	- Độ chính xác 0,001g - Ghi kết quả khối lượng của cốc vào sổ ghi chép.

2.3. 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 tủ sấy, cân phân tích, máy nghiền.
- Khi sử dụng tủ sấy và cân phân tích 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.
 - + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.

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>
------------	-------------------------------	--------------------	-----------------------

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Bể vỡ dụng cụ	Để 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
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	Máy nghiền, bếp cách thủy, tủ sấy: không hoạt động khi khởi động	Do hở các mối điện	Kiểm tra dây điện, ổ cắm điện và thay dây điện nếu cần
4	Cốc thủy tinh bị hút ẩm trở lại sau khi cân	- Không đặt cốc trong bình hút ẩm - Các chất hút ẩm trong bình hút ẩm bị mất tác dụng	- Đặt cốc trong bình hút ẩm trong thời gian chờ chiết lipid - Đem sấy khô các chất hút ẩm để tái sử dụng, hoặc thay thế bằng các chất hút ẩm mới.

3. Chuẩn bị hóa chất

3.1. Hóa chất

Dung môi để trích ly chất béo, cần thỏa mãn các yêu cầu sau:

-Dung môi phải hòa tan hoàn toàn chất béo

-Nhiệt độ sôi của dung môi phải thấp hơn nhiều so với chất béo, có thể bay hơi ở nhiệt độ thường.

Thường sử dụng dung môi Diethyl ether, ether dầu hỏa, CCl₄...

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	Kiểm tra hóa chất	Diethyl ether	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng

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.

- Diethyl ether dễ bay hơi ở nhiệt độ thường nên phải đậy kín nút chai.

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	Hóa chất bị hư hỏng	Dùng lọ thủy tinh trong suốt để đựng hóa chất, dung môi để bị phân hủy dưới tác dụng của ánh sáng.	Bảo quản dung môi trong lọ thủy tinh màu và để trong tối.

4. Các bước tiến hành

4.1. Chuẩn bị mẫu

Phương pháp chuẩn bị mẫu

Phương pháp Soxhlet dùng để chiết chất béo được áp dụng cho những mẫu thực phẩm dạng rắn, không áp dụng cho mẫu thực phẩm dạng lỏng. Chính vì vậy để tăng cường hiệu quả của quá trình chiết, đối với những mẫu rắn có kích thước lớn thường được nghiền nhỏ trước khi phân tích.

Mẫu phải có kích thước và khối lượng phù hợp với từng loại thực phẩm.

Dụng cụ, thiết bị:

- Cối chày sứ
- Máy nghiền
- Cân phân tích
- Giấy lọc hoặc ống xốp



Hình 4.4. Cân phân tích



Hình 4.5. Máy nghiền

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>
------------	-------------------------	----------------------------------	-------------------------

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Nghiền mẫu	Cối chày sứ, máy nghiền	Kích thước sản phẩm nhỏ đồng đều
2	Cân mẫu	Cân phân tích	Khối lượng mẫu: 5-10g Độ chính xác 0,001g
3	Gói vào giấy lọc, hoặc cho vào ống giấy xóp	Giấy lọc, ống giấy xóp	Chiều cao của gói mẫu thấp hơn chiều cao của đỉnh ống xi phông

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng cân phân tích 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.

- Khi sử dụng máy nghiền, bếp cách thủy phải chú ý đến an toàn điện, không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.

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	Gây sai số phân tích	Cân mẫu trước khi nghiền	Nghiền mẫu trước khi cân
2	Chất béo thấm vào giấy lọc bị oxy hóa	Nghiền mẫu quá mịn	Xử lý lại mẫu đúng quy trình

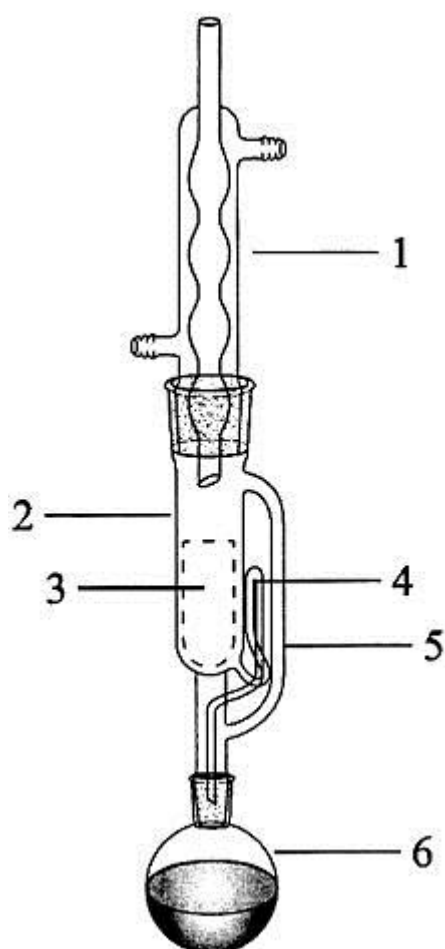
4.2. Chuẩn bị chiết

Nguyên tắc thực hiện

Lắp các bộ phận của hệ thống chiết Soxhlet theo hình 4.6.

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Có hệ thống giá đỡ và kẹp càng của để nâng đỡ vững chắc hệ thống chiết Soxhlet.
- Bôi trơn các khớp nối bằng vaseline để dễ tháo lắp
- Chỉ cho thể tích dung môi vào nhỏ hơn hoặc bằng 2/3 thể tích của bình cầu.



Chú thích:

1. Ống sinh hàn
2. Ống chiết
3. Ống giấy đựng mẫu
4. Ống xi phông
5. Ống dẫn hơi dung môi
6. Bình cầu

Hình 4.6. Bộ chiết Soxhlet

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 môi vào bình cầu	Bình cầu 500ml, dung môi	Thể tích dung môi nhỏ hơn 2/3 thể tích bình cầu
2	Cho gói mẫu vào ống chiết	Ống chiết, gói mẫu	Cho gói mẫu lọt xuống đáy của ống chiết
3	Lắp hệ thống Soxhlet	Bếp điện, bình cầu, ống chiết, ống sinh hàn	Thiết bị Soxhlet lắp đúng quy định, đảm bảo kín giữa các khớp nối
4	Cho nước làm lạnh chạy vào ống sinh hàn	Ống sinh hàn	Đảm bảo nước làm lạnh vào và ra liên tục

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	Các khớp nối khó lắp và tháo	Bề mặt thủy tinh chỗ khớp nối có độ ma sát cao	Bôi trơn các khớp nối bằng vaseline để dễ tháo lắp
2	Dung môi bay hơi ra ngoài môi trường	Hệ thống Soxhlet chưa được lắp kín	Lắp kín hệ thống với vaseline, nhắc kỹ các chỗ hở bằng bông gòn

4.3. Chiết lipid

Nguyên tắc thực hiện

Dùng dung môi hữu cơ nóng để hòa tan tất cả chất béo tự do trong sản phẩm. Sau khi làm bay hơi hết dung môi, cân chất béo còn lại và tính ra được hàm lượng chất béo có trong 100g sản phẩm.

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	Gia nhiệt cho bình cầu đựng dung môi bằng bếp đun bình cầu	Bếp điện, hệ thống Soxhlet	Dung môi không sôi quá mạnh
2	Điều chỉnh nguồn nhiệt	Bếp điện, hệ thống Soxhlet	Trong 1 giờ có 6-8 lần dung môi tràn về bình cầu mang theo chất béo
3	Duy trì quá trình chiết trong 10-12 giờ	Bếp điện, hệ thống Soxhlet	- Dung môi không sôi quá mạnh - Trong 1 giờ có 6-8 lần dung môi tràn về bình cầu mang theo chất béo

Các chú ý về an toàn lao động

- Đảm bảo nước làm lạnh trong ống sinh hàn chảy vào và ra liên tục.
- Khi sử dụng bếp điện và hệ thống chiết Soxhlet 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.
 - + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Chất béo trong bình cầu trào ngược lên ống chiết	Cho dung môi vào trong bình cầu với thể tích nhiều hơn 2/3 thể tích bình cầu	Chỉ cho thể tích dung môi vào nhỏ hơn hoặc bằng 2/3 thể tích của bình cầu
2	Dung môi bị hao hụt về thể tích so với ban đầu	Hệ thống chiết Soxhlet không kín hoàn toàn nên dung môi bay ra ngoài môi trường	Khi thấy dung môi hao hụt phải thêm dung môi vào bình cầu
3	Quá trình chiết kéo dài quá lâu	Dung môi sôi quá mạnh dẫn đến quá trình bay hơi và ngưng tụ nhanh, nên rút ngắn thời gian ngâm chiết của gói mẫu trong dung môi	Điều chỉnh nguồn nhiệt hợp lý sao cho trong 1 giờ có 6-8 lần dung môi tràn về bình cầu mang theo chất béo
4	Hệ thống chiết quá nóng	Nước làm lạnh không chạy liên tục nên không làm ngưng tụ kịp thời hơi dung môi	Thường xuyên kiểm tra nguồn nước vào và ra của hệ thống làm lạnh
5	Quá trình chiết không hoàn toàn	Chiều cao gói mẫu cao hơn chiều cao của đỉnh ống xi phông, nên gói mẫu không ngập hoàn toàn trong dung môi trong suốt quá trình chiết	Đề gói mẫu hoặc ống giấy xốp ngập trong dung môi
6	Chất béo bị oxi hóa	Chất béo trong gói mẫu tiếp xúc với không khí	Khi cần nghỉ máy giữa chừng phải để gói mẫu ngập trong dung môi

4.4. Thử lipid

Nguyên tắc thực hiện

Dựa vào tính chất của lipid: lipid thường tạo vết loang trên giấy lọc hoặc trên mặt kính đồng hồ

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Nhỏ vài giọt dung	Mặt kính đồng hồ, giấy lọc	Sau khi bay hơi hết, trên

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
	dịch trong ống chiết lên mặt kính đồng hồ hoặc trên tờ giấy lọc		mặt kính hoặc trên tờ giấy lọc không được có vết loang

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Thao tác lấy dung dịch trong ống chiết ra để thử nhẹ nhàng và nhanh chóng.

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	Trên mặt kính đồng hồ hoặc trên tờ giấy lọc có vết loang	Lipid chưa được chiết hoàn toàn	Tiếp tục quá trình chiết đến khi nào thỏa mãn yêu cầu của quá trình chiết

4.5. Thu hồi dung môi

Nguyên tắc thực hiện

Dựa vào tính chất của dung môi sử dụng: dung môi có nhiệt độ sôi thấp hơn rất nhiều so với nhiệt độ sôi của chất béo. Nên dễ dàng tách dung môi ra khỏi chất béo.

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 gói mẫu hoặc ống giấy ra khỏi ống chiết	Hệ thống chiết Soxhlet, gói mẫu	Thực hiện sau khi dung môi chảy xuống hết bình cầu.
2	Tiếp tục gia nhiệt cho bình cầu để thu hồi lại dung môi có trong ống chiết	Hệ thống chiết Soxhlet, dung môi	Điều chỉnh nguồn nhiệt sao cho dung môi bay hơi không quá nhanh
3	Tắt bếp điện	Hệ thống chiết Soxhlet, bếp điện	- Kết hợp với hạ nhiệt độ toàn bộ hệ thống - Đảm bảo tách được một phần dung môi nằm trong ống chiết

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng bếp điện và hệ thống chiết Soxhlet 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Quá trình thu hồi dung môi không thành công	Trong quá trình thu hồi dung môi, dung môi lại chảy tràn về bình cầu	Canh chỉnh chính xác mực dung môi trong ống chiết bằng cách hạ nhiệt độ của hệ thống Soxhlet và tắt bếp.

4.6. Bay hơi dung môi

Nguyên tắc thực hiện

Dựa vào tính chất của dung môi sử dụng: dung môi có khả năng bay hơi ở nhiệt độ thường.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Lấy bình cầu ra khỏi thiết bị chiết Soxhlet	Hệ thống chiết Soxhlet	Thao tác nhẹ nhàng
2	Chuyển toàn bộ lipid và dung môi trong bình cầu vào cốc thủy tinh khô sạch, đã biết trước khối lượng	Bình cầu, cốc thủy tinh	Tráng bình cầu bằng dung môi để đảm bảo chuyển hết lipid trong bình cầu vào cốc thủy tinh
3	Để dung môi bay hơi ở nhiệt độ thường	Cốc thủy tinh	Bay hơi hết dung môi

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Làm nguội hệ thống chiết Soxhlet trước khi lấy bình cầu ra khỏi.
- Tránh làm đổ lipid và dung môi ra ngoài.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Bể vỡ dụng cụ	Để bình cầu đứng trên	Đặt bình cầu vào giá đỡ

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
		mặt phẳng	hoặc để nằm trên mặt phẳng

4.6. Sấy và cân lipid

Nguyên tắc thực hiện

a. Phương pháp thực hiện:

Để tách dung môi hoàn toàn ra khỏi lipid, cần phải sấy cốc thủy tinh chứa lipid đến khối lượng không đổi. Sau đó cân để biết khối lượng của lipid có trong mẫu phân tích.

b. Dụng cụ, thiết bị:

- Cốc thủy tinh
- Tủ sấy
- Bình hút ẩm
- Cân phân tích
- Kẹp an toàn



Hình 4.7. Bình hút ẩm



Hình 4.8. Cốc thủy tinh



Hình 4.9. Tủ sấy



Hình 4.10. Cân phân tích

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>
------------	-------------------------	----------------------------------	-------------------------

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Sấy cốc đựng lipid	Tủ sấy	Nhiệt độ sấy: 105°C Thời gian sấy: 2h
2	Cho cốc vào bình hút ẩm	Bình hút ẩm	Thời gian: 30 phút Hé mở nắp bình
3	Cân cốc chứa lipid sau khi sấy	Cân phân tích	Độ chính xác 0,001g Thời gian cân: trong 2 phút kể từ khi lấy ra khỏi bình hút ẩm
4	Sấy cốc lần 2	Tủ sấy	Nhiệt độ sấy: 105°C Thời gian sấy: 30 phút
5	Cho cốc vào bình hút ẩm	Bình hút ẩm	Thời gian: 30 phút Hé mở nắp bình
6	Cân lần 2	Cân phân tích	Độ chính xác 0,001g
7	Lặp lại các thao tác 4,5,6	Tủ sấy, bình hút ẩm, cân phân tích	Chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp không quá 0,001g

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng tủ sấy và cân phân tích 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Khi cho vật còn nóng vào bình hút ẩm phải hé mở nắp bình

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	Sấy lipid chưa đạt đến khối lượng không đổi	Chỉ sấy cốc chứa lipid 1 lần	Tiến hành sấy đến khối lượng không đổi đúng quy trình

5. Tính kết quả

Công thức tính kết quả

Hàm lượng chất béo tính bằng (%) theo công thức:

$$X = \frac{(m_1 - m_o).100}{G}$$

Trong đó:

m_o : khối lượng của bình cầu không (g)

m_1 : khối lượng của bình cầu chứa chất béo sau khi sấy (g)

G: khối lượng mẫu (g)

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	Máy tính	- Tính đúng công thức - Kết quả tính theo %, được làm tròn đến số lẻ thập phân thứ nhất.
2	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Ghi chính xác kết quả

6. 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 hàm lượng lipid không chính xác	Áp dụng chưa đúng công thức tính toán	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán, đối chiếu tài liệu kỹ thuật
	Gây sai số phân tích	Cân mẫu trước khi nghiền	Nghiên mẫu trước khi cân
	Chất béo thấm vào giấy lọc bị oxy hóa	Nghiên mẫu quá mịn	Xử lý lại mẫu đúng quy trình
	Chất béo trong bình cầu trào ngược lên ống chiết	Cho dung môi vào trong bình cầu với thể tích nhiều hơn 2/3 thể tích bình cầu	Chỉ cho thể tích dung môi vào nhỏ hơn hoặc bằng 2/3 thể tích của bình cầu
	Dung môi bị hao hụt về thể tích so với ban đầu	Hệ thống chiết Soxhlet không kín hoàn toàn nên dung môi bay ra ngoài môi trường	Khi thấy dung môi hao hụt phải thêm dung môi vào bình cầu

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
	Quá trình chiết kéo dài quá lâu	Dung môi sôi quá mạnh dẫn đến quá trình bay hơi và ngưng tụ nhanh, nên rút ngắn thời gian ngâm chiết của gói mẫu trong dung môi	Điều chỉnh nguồn nhiệt hợp lý sao cho trong 1 giờ có 6-8 lần dung môi tràn về bình cầu mang theo chất béo
	Hệ thống chiết quá nóng	Nước làm lạnh không chạy liên tục nên không làm ngưng tụ kịp thời hơi dung môi	Thường xuyên kiểm tra nguồn nước vào và ra của hệ thống làm lạnh
	Quá trình chiết không hoàn toàn	Chiều cao gói mẫu cao hơn chiều cao của đỉnh ống xi phong, nên gói mẫu không ngập hoàn toàn trong dung môi trong suốt quá trình chiết	Đề gói mẫu hoặc ống giấy xếp ngập trong dung môi
	Chất béo bị oxi hóa	Chất béo trong gói mẫu tiếp xúc với không khí	Khi cần nghi máy giữa chừng phải đề gói mẫu ngập trong dung môi
	Các khớp nối khó lắp và tháo	Bề mặt thủy tinh chỗ khớp nối có độ ma sát cao	Bôi trơn các khớp nối bằng vaseline để dễ tháo lắp
	Dung môi bay hơi ra ngoài môi trường	Hệ thống Soxhlet chưa được lắp kín	Lắp kín hệ thống với vaseline, nhắc kỹ các chỗ hở bằng bông gòn

BÀI 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐƯỜNG KHỬ

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, qui trình tiến hành xác định hàm lượng đường khử;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ và hóa chất cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng đường khử theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Xác định hàm lượng đường khử theo phương pháp Bertrand

1.1 Nguyên tắc xác định hàm lượng đường khử theo phương pháp Bertrand

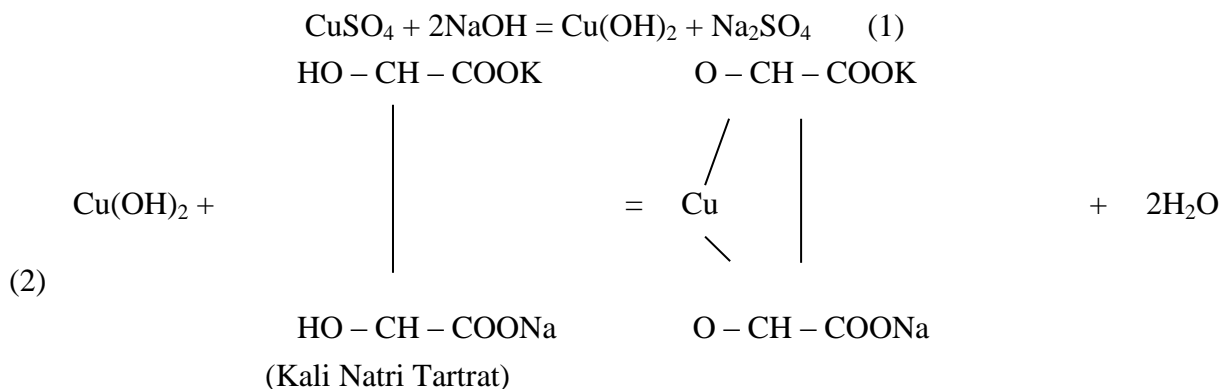
Đường khử là đường có tính khử, mà trong phân tử của chúng có chứa nhóm aldehyde (R-CHO), ceton - C = O hay nhóm - OH glucozid. Ví dụ: glucose, fructose, maltose, lactose ...

Trong môi trường kiềm, đường khử dễ dàng khử ion Cu^{2+} trong dung dịch Fehling tạo thành Cu^+ dưới dạng Cu_2O kết tủa màu đỏ gạch.

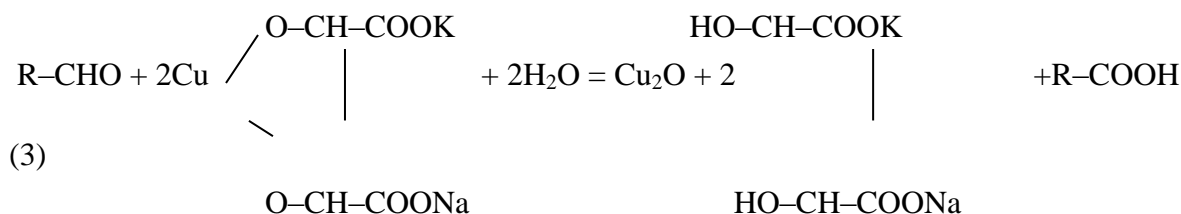
Dung dịch Fehling gồm : Dung dịch Fehling A : CuSO_4

Dung dịch Fehling B : NaOH, Kali NatriTartrat

Phản ứng xảy ra khi trộn chung 2 dung dịch Fehling A và Fehling B :



Đường khử khử hỗn hợp Fehling:



Hòa tan Cu_2O kết tủa bằng dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ trong môi trường H_2SO_4 đậm đặc:



Dùng chất chuẩn KMnO_4 0,1N để chuẩn độ lượng FeSO_4 tạo thành :



Tại thời điểm kết thúc định phân, dung dịch có màu hồng. Từ lượng KMnO_4 0,1N tiêu tốn sẽ tính được hàm lượng đường khử.

1.2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

Các dụng cụ và thiết bị cần chuẩn bị:

- Hệ thống lọc hút chân không bao gồm: Bơm hút chân không, bình lọc hút chân không, phễu lọc sứ.
- Cân phân tích, máy nghiền, bếp điện
- Pipet, cốc, phễu, đĩa thủy tinh, bình nón, bình định mức



Hình 5.1. Bơm hút chân không, bình lọc hút và phễu sứ

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị và kiểm tra các dụng cụ	Pipet, cốc, phễu, đĩa thủy tinh, bình nón, bình định mức	Sạch sẽ, không có vết nứt, sử dụng tốt
2	Kiểm tra hệ thống lọc hút chân không	Bơm hút chân không, bình lọc hút chân không, phễu lọc sứ	Lắp đúng sơ đồ
3	Chuẩn bị và kiểm tra các thiết bị	Cân phân tích, máy nghiền, bếp điện	Sạch sẽ, hoạt động tốt

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.

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	Để 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

1.3. Chuẩn bị hóa chất

Chuẩn bị các hóa chất sau:

a. *Hóa chất cần chuẩn bị*: dung dịch Fehling A, dung dịch Fehling B, dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, dung dịch KMnO_4 0,1N, $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ dạng tinh thể.

b. *Cách pha các dung dịch*:

+ Dung dịch Fehling A: Cân chính xác 4g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ cho vào cốc 100ml, thêm nước cất để hòa tan hoàn toàn, chuyển dd vào bình định mức 100ml cho nước cất đến vạch, lắc đều.

+ Dung dịch Fehling B: Cân chính xác 20g KaliNatritacetat cho vào cốc 100ml, cho khoảng 40ml nước cất hơi nóng để hòa tan hoàn toàn.

Cân chính xác 15g NaOH cho vào cốc 100ml khác, cho khoảng 30ml nước cất để hòa tan.

Chuyển các dd đã pha trên vào bình định mức 100ml thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

+ Dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$: Cân chính xác 50g $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ cho vào cốc 400ml, cho nước để hòa tan hoàn toàn sau đó chuyển dd vào bình định mức 1lít. Đồng thời dùng ống đong lấy 200ml dd H_2SO_4 đđ cho vào bình định mức trên, để nguội, thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

+ Dung dịch KMnO_4 0,1N: dùng ống chuẩn để pha, định mức 1000ml.

c. *Dụng cụ, thiết bị*:

- Bình định mức 1000ml, 100ml
- Cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh
- Bếp điện, 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

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Kiểm tra hóa chất	NaOH, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, KaliNatritactrat, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, H_2SO_4 đđ, KMnO_4 , $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng
2	Pha dung dịch Fehling A		
2.1	Cân $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 4g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
2.2	Hoà tan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	- Nước cất - Đũa thủy tinh	CuSO_4 phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
2.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
2.4	Cho dung dịch Fehling A vào lọ chứa	- Dung dịch CuSO_4 vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch Fehling A sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên hóa chất, tên phương pháp, ngày pha, người pha)
3	Pha dung dịch Fehling B		
3.1	Cân KaliNatritactrat từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - KaliNatritactrat	Hóa chất KaliNatritactrat không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc.

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		- Cân phân tích - Cốc	Cân chính xác 20 g KaliNatritactrat (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
3.2	Hoà tan KaliNatritactrat	- Bếp điện - Nước cất - Đũa thủy tinh	KaliNatritactrat phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất nóng
3.3	Cân NaOH từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - NaOH - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất NaOH không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 15 g NaOH (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
3.4	Hoà tan NaOH	- Nước cất - Đũa thủy tinh	NaOH phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
3.5	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất - KaliNatritactrat và NaOH vừa hòa tan	Đổ hai dung dịch vừa hòa tan vào bình định mức Định mức phải đúng vạch Lắc đều
3.6	Cho dung dịch Fehling B vào lọ chứa	- Dung dịch vừa định mức - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch Fehling B sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên hóa chất, tên phương pháp, ngày pha, người pha)
4	Pha dung dịch $Fe_2(SO_4)_3$		
4.1	Cân $Fe_2(SO_4)_3$ từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - $Fe_2(SO_4)_3$ - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất $Fe_2(SO_4)_3$ không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 50 g $Fe_2(SO_4)_3$ (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
4.2	Hoà tan $Fe_2(SO_4)_3$	- Nước cất	$Fe_2(SO_4)_3$ phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		- Đũa thủy tinh - Cốc thủy tinh	cắt
4.3	Chuyển vào bình định mức	- Bình định mức 1 lít	Chuyển toàn bộ lượng $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vừa mới hòa tan vào bình định mức 1 lít Hóa chất không rơi vãi ra ngoài bình
4.4	Cho H_2SO_4 đậm đặc vào	H_2SO_4 đậm đặc	- Cho chính xác 200ml H_2SO_4 đậm đặc vào bình định mức trên - Cho từ từ, không để H_2SO_4 đậm đặc rơi vãi ra ngoài - Để nguội hoàn toàn
4.5	Định mức	- Bình định mức 1 lít trên - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
4.6	Cho dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vào lọ chứa	- Dung dịch vừa định mức - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên hóa chất, tên phương pháp, ngày pha, người pha)
5	Pha dung dịch $\text{KMnO}_4 0,1\text{N}$		
5.1	Lấy hóa chất KMnO_4 từ ống chuẩn	- Ống chuẩn KMnO_4 - Cốc - Đũa thủy tinh	Hóa chất KMnO_4 không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc.
5.2	Hoà tan KMnO_4	- Nước cất - Đũa thủy tinh	KMnO_4 phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
5.3	Định mức	- Bình định mức 1 lít - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
5.4	Cho dung dịch $\text{KMnO}_4 0,1\text{N}$ vào lọ chứa	- KMnO_4 vừa pha - Lọ chứa	Dung dịch $\text{KMnO}_4 0,1\text{N}$ sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		- Nhãn dán	(tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
6	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

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.
- 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 acid H₂SO₄ đậm đặc, là acid có tính oxy hóa rất mạnh.
- Cho acid H₂SO₄ đậm đặc vào sau cùng, sau khi đã hòa tan hoàn toàn Fe₂(SO₄)₃ cho vào bình định mức để tránh nguy hiểm.

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	Hóa chất bị hư hỏng	Dùng lọ thủy tinh trong suốt để đựng hóa chất, KMnO ₄ dễ bị phân hủy dưới tác dụng của ánh sáng.	Bảo quản KMnO ₄ trong lọ thủy tinh màu tối và để trong tối.
2	KaliNatritactrat không được hòa tan hoàn toàn	Không dùng nước cất nóng để hòa tan KaliNatritactrat	Dùng nước cất nóng
3	Định mức dung dịch Fehling B bị quá vạch	Dùng lượng nước cất nhiều hơn 50ml để hòa tan mỗi hóa chất KaliNatritactrat và NaOH	Làm lại với lượng nước cất ít hơn 50ml để hòa tan mỗi hóa chất: KaliNatritactrat và NaOH.

1.4. Các bước tiến hành

1.4.1. Chuẩn bị mẫu

Phương pháp chuẩn bị mẫu

Đường khử có trong thực phẩm là các loại đường có tính khử, đó là các loại đường có nhóm (-CHO) hay có nhóm - OH. Ví dụ: glucose, fructose, mantose, lactose .v.v...

Phương pháp Bertrand có thể xác định hàm lượng đường khử trong các mẫu thực phẩm dạng rắn hoặc lỏng...

Yêu cầu mẫu phải có kích thước và khối lượng phù hợp với từng loại thực phẩm. Do đó các mẫu có kích thước lớn phải tiến hành nghiền đến kích thước phù hợp để dễ dàng xử lý mẫu.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Nghiền mẫu	Cối chày sứ, máy nghiền	Kích thước sản phẩm nhỏ đồng đều
2	Cân mẫu	Cân phân tích	Khối lượng mẫu: 5-10g Độ chính xác 0,001g
3	Hòa tan bằng nước cất	Cốc thủy tinh, đĩa	Mẫu được hòa tan hoàn toàn
4	Định mức	Bình định mức 100ml	Định mức đúng vạch

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng máy nghiền 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Thao tác sử dụng cân phải đúng theo hướng dẫn.

1.4.2. Tẩy tạp chất

Mục đích tẩy tạp chất

Tạp chất có trong mẫu là những chất phi đường có tính khử, những chất này vẫn tạo phản ứng giống với đường khử. Nên sẽ gây sai số cho quá trình phân tích.

Ngoài ra, tẩy tạp chất cũng sẽ làm dung dịch mẫu trong suốt, tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình chuẩn độ sau này.

Thường dùng hóa chất $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ để loại bỏ tạp chất.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Cân $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$	Cân phân tích, $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$	Lượng cân tùy thuộc vào lượng mẫu và loại thực phẩm, thường từ 0,5 – 2g.

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
2	Hòa tan (CH ₃ COO) ₂ Pb vào dung dịch mẫu sau định mức	Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh	Không để (CH ₃ COO) ₂ Pb rơi vãi ra ngoài.
3	Để lắng	Cốc thủy tinh	Đến khi phân thành 2 lớp
4	Lọc	Bình tam giác, phễu lọc, giấy lọc	Thu dung dịch lọc trong suốt

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 cân 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.

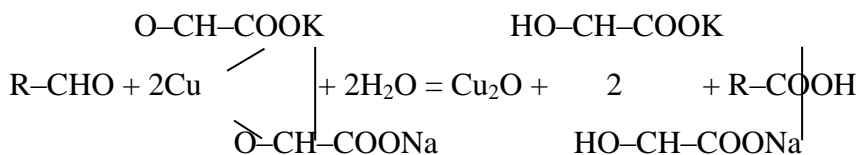
Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Quá trình tẩy tạp chất chưa hoàn toàn	Lọc khi dung dịch chưa phân thành 2 lớp	Lọc sau khi dung dịch phân thành 2 lớp
2	Dung dịch không trong suốt	- Rách giấy lọc trong quá trình lọc - Lượng (CH ₃ COO) ₂ Pb thiếu	- Thay giấy lọc mới và lọc lại từ đầu - Thêm hóa chất (CH ₃ COO) ₂ Pb.

1.4.3. Tạo kết tủa

Nguyên tắc thực hiện

Trong môi trường kiềm, có gia nhiệt, đường khử dễ dàng khử ion Cu²⁺ trong dung dịch fehling tạo thành Cu⁺ dưới dạng Cu₂O kết tủa màu đỏ gạch.



(dung dịch màu xanh thẫm)

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>
------------	-------------------------	----------------------------------	-------------------------

<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 vào bình nón 10ml dung dịch Fehling A, 10ml dung dịch Fehling B, 10ml dung dịch mẫu	Bình nón 250ml	Hút chính xác thể tích của các dung dịch
2	Đun sôi dung dịch	Bếp điện, Bình nón 250ml	- Thời gian đun: trong 3 phút kể từ khi có bọt sôi đầu tiên. - Kết thúc quá trình đun: dung dịch có màu xanh bên trên lớp kết tủa
3	Lắng kết tủa	Bình nón 250ml	Đề nghiêng bình cho kết tủa lắng và dồn lại 1 vị trí

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng bếp điện 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Đề nghiêng bình nón trên giá đỡ chắc chắn

1.4.4. Gạn lọc kết tủa

Nguyên tắc thực hiện

Dung dịch sau khi tạo kết tủa gồm có Fehling và kết tủa Cu_2O . Để tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình hòa tan kết tủa, cần loại Fehling ra khỏi dung dịch.

Để gạn lọc kết tủa, cần sử dụng hệ thống lọc hút chân không



Hình 5.6. Hệ thống lọc hút chân không

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	Đổ phần dung dịch màu xanh qua phễu lọc của máy lọc hút chân không	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa	Hạn chế cho kết tủa rơi xuống phễu
2	Rửa kết tủa bằng nước cất	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa, nước cất	Tránh làm cho kết tủa đảo trộn lên
3	Tiếp tục gạn lọc	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa	Hạn chế cho kết tủa rơi xuống phễu
4	Lặp lại các bước 2 và 3	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa, nước cất	Dung dịch trong bình nón mất màu xanh

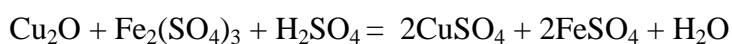
Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Sử dụng máy lọc hút chân không phải theo đúng hướng dẫn.

1.4.5. Hòa tan kết tủa

Nguyên tắc thực hiện

Hoà tan Cu_2O bằng dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ trong môi trường H_2SO_4 đậm đặc, dung dịch sau phản ứng tạo thành FeSO_4 có màu xanh trong.



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	Tráng rửa bình lọc hút và gắn lại vào hệ thống lọc hút	Hệ thống lọc hút chân không, nước cất	Sạch sẽ, không còn Fehling, tráng lại bằng nước cất.
2	Cho 1 ít $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vào hòa tan kết tủa trong bình nón	Hệ thống lọc hút chân không, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	- Thử tích $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ cần dùng: 10-20ml - Lắc mạnh cho kết tủa hòa tan hết.
3	Đổ tất cả dung dịch hòa tan vào phễu lọc của hệ thống lọc hút chân không.	Hệ thống lọc hút chân không	Thao tác nhanh, không rơi vãi hóa chất ra ngoài
4	Tráng bình nón bằng một ít $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ và đổ dung dịch tráng vào phễu lọc	Hệ thống lọc hút chân không, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	Không còn vết đỏ gạch trong bình nón và trên phễu lọc
5	Tráng phễu bằng nước cất	Hệ thống lọc hút chân không, nước cất	Lượng nước cất để tráng: khoảng 20ml

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng hệ thống lọc hút chân không 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.
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

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 tủa trên giấy lọc trong phễu chưa được hòa tan	Lượng $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ không đủ dư để hòa tan kết tủa trong phễu lọc	Cho thêm 1 ít $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vào trong phễu để hòa tan kết tủa trên giấy lọc
2	Kết tủa trên giấy lọc bị oxi hóa	Để kết tủa tiếp xúc với không khí	Thao tác nhanh, luôn giữ một lớp nước cất trên bề mặt kết tủa

1.4.6. Chuẩn độ

Nguyên tắc thực hiện

FeSO₄ có tính chất khử oxy, tác dụng với KMnO₄ là chất oxy hóa, do đó dùng KMnO₄ để chuẩn độ FeSO₄ ở môi trường acid.



Tại thời điểm kết thúc định phân dung dịch có màu hồng.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuyển dung dịch trong bình lọc hút vào bình tam giác 250ml	Bình lọc hút, bình tam giác 250ml	- Không làm rơi vãi dung dịch ra ngoài - Tráng lại bằng nước cất
2	Chuẩn độ với KMnO ₄ 0,1N	Buret, bình tam giác, KMnO ₄ 0,1N	Dung dịch chuyển sang màu hồng bền trong 30 giây
3	Đọc thể tích KMnO ₄ 0,1N tiêu tốn	Buret, KMnO ₄ 0,1N	Đọc thể tích chính xác

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Thao tác chuẩn độ đúng quy trình.

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 chưa đến điểm tương đương	Kết thúc chuẩn độ khi dung dịch chuyển màu hồng bền nhưng chưa đủ 30 giây thì mất màu	Kết thúc chuẩn độ khi dung dịch chuyển màu hồng bền đủ 30 giây.

1.5. Tính kết quả

5.1. Công thức tính kết quả

Từ số ml KMnO₄ 0,1N tiêu tốn, tra bảng để có mg đường glucose, lactose, mantose..., nhân với hệ số pha loãng, ta có hàm lượng đường trong 100g thực phẩm.

Hàm lượng đường khử tính bằng % theo công thức

$$R_s = \frac{a.V_o \cdot 100}{1000 \cdot V \cdot G}$$

Trong đó:

a: lượng đường glucose tìm được ở bảng tra từ số ml KMnO_4 tiêu tốn (mg)

V_0 : thể tích bình định mức (ml)

V: thể tích dung dịch lấy từ bình định mức (ml)

G: khối lượng mẫu (g)

100: hệ số để tính hàm lượng đường khử trong 100g sản phẩm

1000: hệ số chuyển đổi từ mg thành g của a

5.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Tính kết quả	Sổ ghi chép, máy tính	- Tính đúng công thức - Kết quả tính theo %, được làm tròn đến số lẻ thập phân thứ nhất.

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

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Kết quả hàm lượng đường khử không chính xác	- Áp dụng chưa đúng công thức tính toán - Tra bảng hàm lượng glucose bị sai	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán, đối chiếu tài liệu kỹ thuật
	Gây sai số phân tích	- Cân mẫu trước khi nghiền - Định mức không chính xác	- Nghiền mẫu trước khi cân - Định mức đúng vạch
	Quá trình tẩy tạp chất chưa hoàn toàn	Lọc khi dung dịch chưa phân thành 2 lớp	Lọc sau khi dung dịch phân thành 2 lớp
	Dung dịch không trong suốt	- Rách giấy lọc trong quá trình lọc - Lượng $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ thiếu	- Thay giấy lọc mới và lọc lại từ đầu - Thêm hóa chất $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$.
	Dung dịch sau khi đun 3 phút bị mất màu xanh	Hàm lượng đường khử trong dung dịch mẫu quá nhiều so với lượng Fehling phản ứng	Giảm lượng đường khử trong dung dịch mẫu xuống và làm lại thí nghiệm tạo kết tủa
	Kết tủa còn lơ lửng quá nhiều	Bỏ qua bước để lắng kết tủa	Thực hiện đúng quy trình
	Kết tủa lọc xuống khỏi phễu lọc, làm thất	Kết tủa chưa lắng hết xuống trong quá trình để	Đặt một tờ giấy lọc bên trong phễu lọc để giữ lại

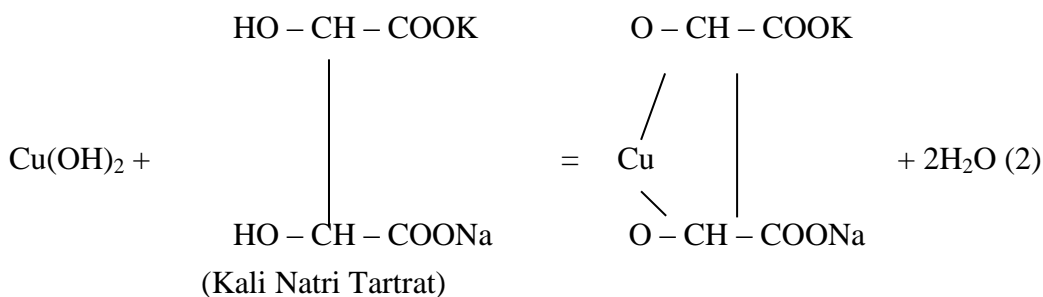
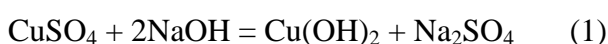
STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
	thoát kết tủa	lắng kết tủa. Nên kết tủa lơ lửng sẽ theo dung dịch Fehling lọt qua khỏi phễu lọc	những kết tủa lơ lửng nằm lại trên giấy lọc
	Kết tủa bị oxi hóa chuyển sang màu đen	Để kết tủa tiếp xúc với không khí	Luôn có một lớp nước cất bên trên bề mặt lớp kết tủa ở trong bình nón và trên giấy lọc

2. Xác định hàm lượng đường khử theo phương pháp Methylene xanh

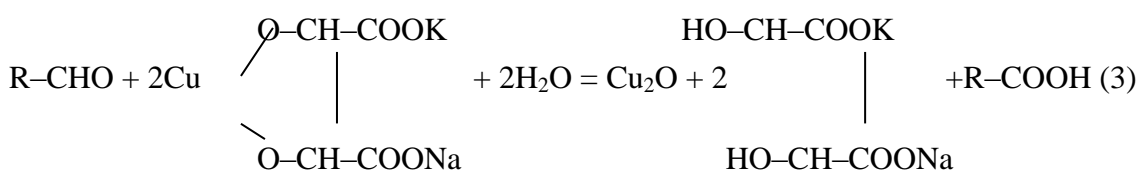
2.1 Nguyên tắc xác định hàm lượng đường khử theo phương pháp Methylene xanh

Đường khử có khả năng khử làm mất màu metylen xanh. Vì vậy dùng metylen xanh làm chất chỉ thị cho phản ứng oxy hóa đường khử bằng Fehling. Cho vài giọt metylen xanh vào dung dịch và đun sôi rồi nhỏ từng giọt đường khử vào, đầu tiên đường khử sẽ khử đồng của Fehling, màu của metylen xanh không đổi. Khi tất cả đồng của Fehling đã bị khử hết, đường sẽ khử metylen xanh làm nó mất màu, đó là dấu hiệu kết thúc định phân.

Phản ứng xảy ra khi trộn chung 2 dung dịch Fehling A và Fehling B :



Đường khử khử hỗn hợp Fehling:



*** Yêu cầu:**

Tiến hành định phân nhanh và luôn giữ trạng thái dung dịch sôi ổn định, vì hợp chất dễ bị oxy hóa và trở về trạng thái màu ban đầu.

2.2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

Chuẩn bị các dụng cụ, máy móc sau:

- Bình định mức dung tích 100ml
- Bình nón dung tích 250ml
- Cốc thủy tinh, phễu thủy tinh
- Buret, pipet, đĩa thủy tinh
- Ống đong dung tích 50ml, 100ml

- Cân phân tích
- Bếp khuấy từ

2.3. Chuẩn bị hóa chất

Chuẩn bị các hóa chất sau:

- Dung dịch Fehling A
- Dung dịch Fehling B
- Dung dịch glucose tiêu chuẩn 0,5%
- $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ bột
- Chỉ thị Metylen xanh
- Nước cất

2.4. Các bước tiến hành

- Chuẩn bị mẫu:
 - + Cân chính xác G(g) mẫu vào cốc thủy tinh (G: tùy thuộc vào từng loại mẫu phân tích).
 - + Hòa tan hoàn toàn bằng nước cất. Chuyển sang bình định mức 100ml. Tráng cốc bằng nước cất cho vào bình định mức trên. Thêm nước cất đến vạch định mức.
- Tẩy tạp chất:
 - + Cân acetat chì $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ bột (1,5g) vào cốc, lấy một ít dung dịch mẫu cho vào cốc, khuấy đều cho tan $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ bột, chuyển dung dịch đã tan vào bình định mức.
 - + Đốc ngược bình định mức vài lần.
 - + Để yên cho đến khi dung dịch phân thành 2 lớp.
 - + Lọc qua giấy lọc, bỏ các giọt dung dịch lọc đầu để tráng bình. Hứng dung dịch lọc vào bình tam giác khô, sạch (gọi là dung dịch mẫu).
 - + Dùng các giọt dung dịch lọc đầu để tráng bình và bỏ đi.
- Tạo kết tủa (xác định thông số V):
 - + Lấy dung dịch mẫu đã chuẩn bị cho vào buret.
 - + Cho vào bình tam giác 250ml: 5ml Fehling A, 5ml Fehling B, 20ml nước cất, lắc nhẹ.
 - + Đặt bình nón lên trên bếp điện, đun sôi, sôi đúng 2 phút.
 - + Để yên bình tam giác trên bếp khuấy từ, chuẩn độ nhanh dung dịch trong bình nón bằng dung dịch mẫu trên buret, đến khi dung dịch trong bình nón mất màu xanh hoàn toàn.
 - + Kiểm chứng bằng chỉ thị metylen xanh 0,5%: cho 3 giọt metylen xanh, nếu dung dịch trong bình nón không trở lại màu xanh thì phản ứng đã kết thúc.
 - + Ghi số ml dung dịch mẫu tiêu tốn: V(ml)
- Chuẩn độ nồng độ dung dịch Fehling (xác định thông số f):
 - Làm lặp lại các bước thí nghiệm như bước tạo kết tủa trên nhưng thay dung dịch chuẩn trên buret bằng dung dịch glucose tiêu chuẩn 0,5%.
 - + Ghi số ml glucose tiêu chuẩn 0,5% đã tiêu tốn: f (ml).

2.5. Tính kết quả

Hàm lượng đường khử của mẫu được tính bằng %:

$$R_s = \frac{0,5}{100} \cdot \frac{f \cdot V_0}{V} \cdot \frac{100}{G} (\%)$$

Trong đó :

- f : thể tích glucose tiêu chuẩn 0,5% tiêu tốn (ml)
- V_0 : thể tích bình định mức (ml)
- V : thể tích dung dịch mẫu tiêu tốn (ml)
- G : lượng cân mẫu (g)

2.6. Nguyên nhân gây sai số 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 hàm lượng đường khử không chính xác	- Áp dụng chưa đúng công thức tính toán	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán, đối chiếu tài liệu kỹ thuật
2	Gây sai số phân tích	- Cân mẫu trước khi nghiền - Định mức không chính xác	- Nghiền mẫu trước khi cân - Định mức đúng vạch
3	Quá trình tẩy tạp chất chưa hoàn toàn	Lọc khi dung dịch chưa phân thành 2 lớp	Lọc sau khi dung dịch phân thành 2 lớp
4	Dung dịch không trong suốt	- Rách giấy lọc trong quá trình lọc - Lượng $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ thiếu	- Thay giấy lọc mới và lọc lại từ đầu - Thêm hóa chất $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$.
5	Xác định điểm tương đương không chính xác	Chuẩn độ kéo dài quá 1 phút	Làm đúng theo quy trình

BÀI 6: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐƯỜNG CHUNG

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, quy trình tiến hành xác định hàm lượng đường chung;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng đường chung theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định hàm lượng đường chung

Hàm lượng đường chung được xác định bằng cách thủy phân mẫu ở nhiệt độ 70oC, thời gian 15 phút, môi trường acid HCl đậm đặc.

Sau đó xác định hàm lượng đường khử sau khi đã thủy phân bằng phương pháp Bertrand. Từ đó tính được hàm lượng đường chung.

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

2.1. Dụng cụ, thiết bị

Các dụng cụ và thiết bị cần chuẩn bị:

- Hệ thống lọc hút chân không bao gồm: Bơm hút chân không, bình lọc hút chân không, phễu lọc sứ.
- Cân phân tích
- Máy nghiền
- Bếp điện
- Bếp cách thủy
- Pipet, cốc, phễu, đĩa thủy tinh, bình nón, bình định mức.

2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị và kiểm tra các dụng cụ	Pipet, cốc, phễu, đĩa thủy tinh, bình nón, bình định mức	- Sạch sẽ, không có vết nứt, sử dụng tốt
2	Kiểm tra hệ thống lọc	Bơm hút chân không, bình lọc hút chân không, phễu lọc	Lắp đúng sơ đồ

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
	hút chân không	sứ	
3	Chuẩn bị và kiểm tra các thiết bị	Cân phân tích, máy nghiền, bếp điện, bếp cách thủy	- Sạch sẽ, hoạt động tốt

2.3. 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.

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	Bể vỡ dụng cụ	Để 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

3. Chuẩn bị hóa chất

3.1. Hóa chất

a. *Hóa chất cần chuẩn bị:* dung dịch Fehling A, dung dịch Fehling B, dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, dung dịch KMnO_4 0,1N, $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ dạng tinh thể, acid HCl đậm đặc ($d=1,19\text{g/ml}$), dung dịch NaOH 20%, chỉ thị phenolphtalein 0,1%

b. *Cách pha các dung dịch:*

+ Dung dịch Fehling A: Cân chính xác 4g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ cho vào cốc 100ml, thêm nước cất để hòa tan hoàn toàn, chuyển dd vào bình định mức 100ml cho nước cất đến vạch, lắc đều.

+ Dung dịch Fehling B: Cân chính xác 20g KaliNatritactrat cho vào cốc 100ml, cho khoảng 40ml nước cất hơi nóng để hòa tan hoàn toàn.

Cân chính xác 15g NaOH cho vào cốc 100ml khác, cho khoảng 30ml nước cất để hòa tan hoàn toàn.

Chuyển các dd đã pha trên vào bình định mức 100ml thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

+ Dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$: Cân chính xác 50g $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ cho vào cốc 400ml, cho nước để hòa tan hoàn toàn sau đó chuyển dd vào bình định mức 1lít. Đồng thời dùng ống đong lấy 200ml dd H_2SO_4 đđ cho vào bình định mức trên, để nguội, thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

+ Dung dịch KMnO_4 0,1N: dùng ống chuẩn để pha, định mức 1000ml.

+ Dung dịch NaOH 20%: Cân 20g NaOH từ lọ hóa chất NaOH tinh khiết, hòa tan hoàn toàn bằng nước cất trong cốc, chuyển sang bình định mức 100ml. Tráng cốc bằng nước cất (2-3) lần cho vào bình định mức. Định mức đến vạch.

+ Chỉ thị phenolphtalein 0,1%: Cân 0,1g Phenolphtalein từ lọ hóa chất Phenolphtalein tinh khiết, hòa tan hoàn toàn bằng nước cất trong cốc, chuyển sang bình định mức 100ml. Tráng cốc bằng nước cất (2-3) lần cho vào bình định mức. Định mức đến vạch.

c. Dụng cụ, thiết bị:

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



Hình 6.1. Bình định mức



Hình 6.2 Cốc thủy tinh



Hình 6.3 Đũa thủy tinh



Hình 6.4. Cân phân tích

3.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Kiểm tra hóa chất	NaOH, CuSO ₄ .5H ₂ O, KaliNitrat, Fe ₂ (SO ₄) ₃ , H ₂ SO ₄ đđ, KMnO ₄ , (CH ₃ COO) ₂ Pb, Phenolphthalein	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng
2	Pha dung dịch Fehling A		
2.1	Cân CuSO ₄ .5H ₂ O từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - CuSO ₄ .5H ₂ O - Cân phân tích	Hóa chất CuSO ₄ .5H ₂ O không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 4g CuSO ₄ .5H ₂ O (sai số 10 ⁻

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		- Cốc	⁴ g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
2.2	Hoà tan CuSO ₄ .5H ₂ O	- Nước cất - Đũa thủy tinh	CuSO ₄ phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
2.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
2.4	Cho dung dịch Fehling A vào lọ chứa	- Dung dịch CuSO ₄ vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch Fehling A sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên hóa chất, tên phương pháp, ngày pha, người pha)
3	Pha dung dịch Fehling B		
3.1	Cân KaliNatritactrat từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - KaliNatritactrat - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất KaliNatritactrat không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 20 g KaliNatritactrat (sai số 10 ⁻⁴ g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
3.2	Hoà tan KaliNatritactrat	- Bếp điện - Nước cất - Đũa thủy tinh	KaliNatritactrat phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất nóng
3.3	Cân NaOH từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - NaOH - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất NaOH không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 15 g NaOH (sai số 10 ⁻⁴ g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
3.4	Hoà tan NaOH	- Nước cất - Đũa thủy tinh	NaOH phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
3.5	Định mức	- Bình định mức 100ml	Đổ hai dung dịch vừa hòa

<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"> - Nước cất - KaliNatritactrat và NaOH vừa hòa tan 	tan vào bình định mức Định mức phải đúng vạch Lắc đều
3.6	Cho dung dịch Fehling B vào lọ chứa	<ul style="list-style-type: none"> - Dung dịch vừa định mức - Lọ chứa - Nhãn dán 	Dung dịch Fehling B sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên hóa chất, tên phương pháp, ngày pha, người pha)
4	Pha dung dịch $Fe_2(SO_4)_3$		
4.1	Cân $Fe_2(SO_4)_3$ từ lọ hóa chất tinh khiết	<ul style="list-style-type: none"> - Bình định mức, cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh; - $Fe_2(SO_4)_3$ - Cân phân tích - Cốc 	Hóa chất $Fe_2(SO_4)_3$ không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 50 g $Fe_2(SO_4)_3$ (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
4.2	Hoà tan $Fe_2(SO_4)_3$	<ul style="list-style-type: none"> - Nước cất - Đũa thủy tinh - Cốc thủy tinh 	$Fe_2(SO_4)_3$ phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
4.3	Chuyển vào bình định mức	- Bình định mức 1 lít	Chuyển toàn bộ lượng $Fe_2(SO_4)_3$ vừa mới hòa tan vào bình định mức 1 lít Hóa chất không rơi vãi ra ngoài bình
4.4	Cho H_2SO_4 đậm đặc vào	H_2SO_4 đậm đặc	<ul style="list-style-type: none"> - Cho chính xác 200ml H_2SO_4 đậm đặc vào bình định mức trên - Cho từ từ, không để H_2SO_4 đậm đặc rơi vãi ra ngoài - Để nguội hoàn toàn
4.5	Định mức	<ul style="list-style-type: none"> - Bình định mức 1 lít trên - 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>
4.6	Cho dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vào lọ chứa	- Dung dịch vừa định mức - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên hóa chất, tên phương pháp, ngày pha, người pha)
5	Pha dung dịch KMnO_4 0,1N		
5.1	Lấy hóa chất KMnO_4 từ ống chuẩn	- Ống chuẩn KMnO_4 - Cốc - Đũa thủy tinh	Hóa chất KMnO_4 không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc.
5.2	Hoà tan KMnO_4	- Nước cất - Đũa thủy tinh	KMnO_4 phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
5.3	Định mức	- Bình định mức 1 lít - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
5.4	Cho dung dịch KMnO_4 0,1N vào lọ chứa	- KMnO_4 vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch KMnO_4 0,1N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
6	Cách pha dung dịch NaOH 20%		
6.1	Cân NaOH từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - NaOH - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất NaOH không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 20g NaOH (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
6.2	Hoà tan NaOH	- Nước cất - Đũa thủy tinh	NaOH phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
6.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - 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>
6.4	Cho dung dịch NaOH 20% vào lọ chứa	- Dung dịch NaOH vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Cho dung dịch NaOH 20% vào lọ chứa, không làm rơi vãi ra ngoài
7	Pha chỉ thị phenolphthalein 0,1%		
7.1	Cân phenolphthalein từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh; - Phenolphthalein - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất phenolphthalein không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 0,1g phenolphthalein (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
7.2	Hoà tan phenolphthalein	- Cồn 70 ⁰ - Đũa thủy tinh	Phenolphthalein phải được hòa tan hoàn toàn bằng cồn
7.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
7.4	Cho dung dịch phenolphthalein 0,1% vào lọ chứa	- Dung dịch NaOH vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Cho dung dịch NaOH 20% vào lọ chứa, không làm rơi vãi ra ngoài
8	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

3.3. 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.

- 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 acid H₂SO₄ đậm đặc, là acid có tính oxy hóa rất mạnh.

- Cho acid H₂SO₄ đậm đặc vào sau cùng, sau khi đã hòa tan hoàn toàn Fe₂(SO₄)₃ cho vào bình định mức để tránh nguy hiểm.

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	Hóa chất bị hư hỏng	Dùng lọ thủy tinh trong suốt để đựng hóa chất, $KMnO_4$ dễ bị phân hủy dưới tác dụng của ánh sáng.	Bảo quản $KMnO_4$ trong lọ thủy tinh màu tối và để trong tối.
2	KaliNatritactrat không được hòa tan hoàn toàn	Không dùng nước cất nóng để hòa tan KaliNatritactrat	Dùng nước cất nóng
3	Định mức dung dịch Fehling B bị quá vạch	Dùng lượng nước cất nhiều hơn 50ml để hòa tan mỗi hóa chất KaliNatritactrat và NaOH	Làm lại với lượng nước cất ít hơn 50ml để hòa tan mỗi hóa chất: KaliNatritactrat và NaOH.

4. Các bước tiến hành

4.1. Chuẩn bị mẫu

Phương pháp chuẩn bị mẫu

Hàm lượng đường chung trong thực phẩm bao gồm hàm lượng đường khử và không khử, là hàm lượng của tổng các loại đường được quy theo glucose.

Đường không khử có trong thực phẩm là các loại đường không có tính khử. Do đó muốn xác định hàm lượng đường chung, phải tiến hành thủy phân toàn bộ đường không khử về đường khử để xác định.

Yêu cầu mẫu phải có kích thước và khối lượng phù hợp với từng loại thực phẩm. Do đó các mẫu có kích thước lớn phải tiến hành nghiền đến kích thước phù hợp để dễ dàng xử lý mẫu.

Dụng cụ thiết bị cần dùng

- Bình định mức 100ml
- Cốc thủy tinh



Hình 6.5. Cân phân tích



Hình 6.6. Máy nghiền

- Đũa thủy tinh

- Cân phân tích
- Máy nghiền

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	Nghiền mẫu	Cối chày sứ, máy nghiền	Kích thước sản phẩm nhỏ đồng đều
2	Cân mẫu	Cân phân tích	Khối lượng mẫu: 5-10g Độ chính xác 0,001g
3	Hòa tan bằng nước cất nóng	Cốc thủy tinh, đũa	Mẫu được hòa tan hoàn toàn
4	Định mức	Bình định mức 100ml	Định mức đúng vạch

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng máy nghiền 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.
 - + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Thao tác sử dụng cân phải đúng theo hướng dẫn.

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	Gây sai số phân tích	- Cân mẫu trước khi nghiền - Định mức không chính xác	- Nghiền mẫu trước khi cân - Định mức đúng vạch
2	Các loại đường không được hòa tan hoàn toàn	Không dùng nước cất nóng để hòa tan mẫu	Dùng nước cất nóng để hòa tan tất cả các loại đường.

4.2. Tẩy tạp chất

Mục đích tẩy tạp chất

Tạp chất có trong mẫu là những chất phi đường có tính khử, những chất này vẫn tạo phản ứng giống với đường khử. Nên sẽ gây sai số cho quá trình phân tích.

Ngoài ra, tẩy tạp chất cũng sẽ làm dung dịch mẫu trong suốt, tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình chuẩn độ sau này.

Thường dùng hóa chất $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ để loại bỏ tạp chất.

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	Cân $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$	Cân phân tích, $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$	Lượng cân tùy thuộc vào lượng mẫu và loại thực phẩm, thường từ 0,5 – 2g.
2	Hòa tan $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ vào dung dịch mẫu sau định mức	Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh	Không để $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ rơi vãi ra ngoài.
3	Để lắng	Cốc thủy tinh	Đến khi phân thành 2 lớp
4	Lọc	Bình tam giác, phễu lọc, giấy lọc	Thu dung dịch lọc trong suốt trong bình tam giác

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 cân 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.

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	Quá trình tẩy tạp chất chưa hoàn toàn	Lọc khi dung dịch chưa phân thành 2 lớp	Lọc sau khi dung dịch phân thành 2 lớp
2	Dung dịch không trong suốt	- Rách giấy lọc trong quá trình lọc - Lượng $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ không đủ	- Thay giấy lọc mới và lọc lại từ đầu - Thêm hóa chất $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$.

4.3. Thủy phân

Nguyên tắc thực hiện

a. Phương pháp thủy phân:

Tiến hành thủy phân mẫu ở nhiệt độ 70°C với thời gian là 15 phút trong bếp cách thủy với dung dịch acid HCl đậm đặc. Toàn bộ đường không khử có trong mẫu sẽ chuyển về đường khử.

b. Dụng cụ, thiết bị cần dùng:

- Bếp cách thủy
- Bình định mức 250ml
- Bình nón 250ml



Hình 6.7. Bếp cách thủy

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 chính xác 50ml dung dịch mẫu cho vào bình định mức 250ml, thêm 50ml nước cất và 5ml acid HCl đậm đặc	Bình nón 250ml, bình định mức 250ml, nước cất, HCl đậm đặc	Hút chính xác thể tích của các dung dịch
2	Đặt bình định mức vào bếp cách thủy	Bếp cách thủy, bình định mức 250ml	Cài nhiệt độ: 70°C, thời gian: 15 phút
3	Lấy bình ra làm nguội nhanh dưới vòi nước lạnh	Bình định mức 250ml	Thao tác cẩn thận

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng bếp cách thủy 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.
 - + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

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>
------------	-------------------------------	--------------------	-----------------------

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Bể vỡ dụng cụ	Bình định mức trong bếp cách thủy bị ngã	Giữ cố định bình định mức trong bếp cách thủy
2	Nhiệt độ trong bình chưa đạt 70°C đã tính thời gian thủy phân	Cần thời gian để nhiệt độ dung dịch trong bình đạt đến 70°C	Tính thời gian 15 phút kể từ khi nhiệt kế đặt trong bình định mức đạt 70°C

4.4. Trung hòa

Nguyên tắc thực hiện

Trung hòa lượng acid dư bằng dung dịch NaOH 20% với chỉ thị phenolphthalein cho đến khi dung dịch có màu hồng.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Nhỏ 3 giọt phenolphthalein 0,1% và nhỏ từ từ dung dịch NaOH 20% vào bình định mức chứa mẫu	Bình định mức 250ml, phenolphthalein 0,1%, NaOH 20%	Nhỏ NaOH 20% đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng nhạt bền

Các chú ý về an toàn lao động

Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Màu hồng quá đậm	Dư quá nhiều NaOH 20%	Nhỏ NaOH 20% từ từ từng giọt

4.5. Định mức dung dịch mẫu thử

Nguyên tắc thực hiện

Định mức dung dịch mẫu thử nhằm pha loãng dung dịch, thuận lợi cho quá trình phân tích và tính kết quả

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Thêm nước cất đến vạch bình định mức 250ml	Bình định mức 250ml, nước cất	Định mức đúng vạch

Các chú ý về an toàn lao động

Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

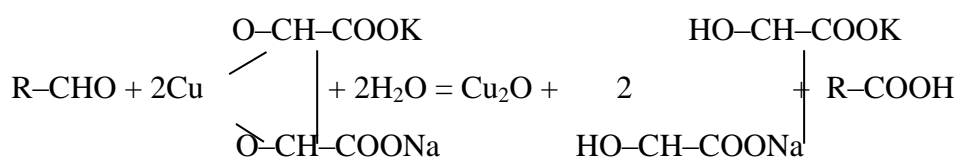
Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Định mức không đúng vạch	Định mức quá vạch hoặc chưa tới vạch	Định mức đúng ngang bằng vạch (quan sát ngang tầm mắt thấy đáy mặt cong phân cách chạm vạch)

4.6. Tạo kết tủa

Nguyên tắc thực hiện

Trong môi trường kiềm, có gia nhiệt, đường khử dễ dàng khử ion Cu^{2+} trong dung dịch fehling tạo thành Cu^+ dưới dạng Cu_2O kết tủa màu đỏ gạch.



(dung dịch màu xanh thẫm)

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 vào bình nón 10ml dung dịch Fehling A, 10ml dung dịch Fehling B, 10ml dung dịch mẫu	Bình nón 250ml	Hút chính xác thể tích của các dung dịch
2	Đun sôi dung dịch	Bếp điện, Bình nón 250ml	- Thời gian đun: trong 3 phút kể từ khi có bọt sôi đầu tiên. - Kết thúc quá trình đun: dung dịch có màu xanh bên trên lớp kết tủa
3	Lắng kết tủa	Bình nón 250ml	Đề nghiêng bình cho kết tủa lắng và dồn lại 1 vị trí

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng bếp điện 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Đề nghịêng bình nón trên giá đỡ chắc chắn

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Dung dịch sau khi đun 3 phút bị mất màu xanh	Hàm lượng đường khử trong dung dịch mẫu quá nhiều so với lượng Fehling phản ứng	Giảm lượng đường khử trong dung dịch mẫu xuống và làm lại thí nghiệm tạo kết tủa
2	Kết tủa còn lơ lửng quá nhiều	Bỏ qua bước để lắng kết tủa	Thực hiện đúng quy trình

4.7. Gạn lọc kết tủa

Nguyên tắc thực hiện

Dung dịch sau khi tạo kết tủa gồm có Fehling và kết tủa Cu_2O . Để tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình hòa tan kết tủa, cần loại Fehling ra khỏi dung dịch.

Để gạn lọc kết tủa, cần sử dụng hệ thống lọc hút chân không.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Đổ phần dung dịch màu xanh qua phễu lọc của máy lọc hút chân không	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa	Hạn chế cho kết tủa rơi xuống phễu
2	Rửa kết tủa bằng nước cất	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa, nước cất	Tránh làm cho kết tủa đảo trộn lên
3	Tiếp tục gạn lọc	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa	Hạn chế cho kết tủa rơi xuống phễu
4	Lặp lại các bước 2 và 3	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa, nước cất	Dung dịch trong bình nón mất màu xanh

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

- Sử dụng máy lọc hút chân không phải theo đúng hướng dẫn.

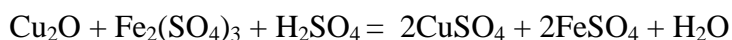
Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Kết tủa lọt xuống khỏi phễu lọc, làm thất thoát kết tủa	Kết tủa chưa lắng hết xuống trong quá trình để lắng kết tủa. Nên kết tủa lơ lửng sẽ theo dung dịch Fehling lọt qua khỏi phễu lọc	Đặt một tờ giấy lọc bên trong phễu lọc để giữ lại những kết tủa lơ lửng nằm lại trên giấy lọc
2	Kết tủa bị oxi hóa chuyển sang màu đen	Để kết tủa tiếp xúc với không khí	Luôn có một lớp nước cất bên trên bề mặt lớp kết tủa ở trong bình nón và trên giấy lọc

4.8. Hòa tan kết tủa

Nguyên tắc thực hiện

Hoà tan Cu_2O bằng dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ trong môi trường H_2SO_4 đậm đặc, dung dịch sau phản ứng tạo thành FeSO_4 có màu xanh trong.



Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Tráng rửa bình lọc hút và gắn lại vào hệ thống lọc hút	Hệ thống lọc hút chân không, nước cất	Sạch sẽ, không còn Fehling, tráng lại bằng nước cất.
2	Cho 1 ít $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vào hòa tan kết tủa trong bình nón	Hệ thống lọc hút chân không, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	- Thể tích $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ cần dùng: 10-20ml - Lắc mạnh cho kết tủa hòa tan hết.
3	Đổ tất cả dung dịch hòa tan vào phễu lọc của hệ thống lọc hút chân không.	Hệ thống lọc hút chân không	Thao tác nhanh, không rơi vãi hóa chất ra ngoài
4	Tráng bình nón bằng một ít $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ và đổ dung dịch tráng vào phễu lọc	Hệ thống lọc hút chân không, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	Không còn vết đỏ gạch trong bình nón và trên phễu lọc

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
5	Tráng phễu bằng nước cất	Hệ thống lọc hút chân không, nước cất	Lượng nước cất để tráng: khoảng 20ml

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng hệ thống lọc hút chân không 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.
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

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 tủa trên giấy lọc trong phễu chưa được hòa tan	Lượng $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ không đủ dư để hòa tan kết tủa trong phễu lọc	Cho thêm 1 ít $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vào trong phễu để hòa tan kết tủa trên giấy lọc
2	Kết tủa trên giấy lọc bị oxi hóa	Để kết tủa tiếp xúc với không khí	Thao tác nhanh, luôn giữ một lớp nước cất trên bề mặt kết tủa

4.9. Chuẩn độ

Nguyên tắc thực hiện

FeSO_4 có tính chất khử oxy, tác dụng với KMnO_4 là chất oxy hóa, do đó dùng KMnO_4 để chuẩn độ FeSO_4 ở môi trường acid.



Tại thời điểm kết thúc định phân dung dịch có màu hồng.

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	Chuyển dung dịch trong bình lọc hút vào bình tam giác 250ml	Bình lọc hút, bình tam giác 250ml	- Không làm rơi vãi dung dịch ra ngoài - Tráng lại bằng nước cất
2	Chuẩn độ với KMnO_4	Buret, bình tam giác, KMnO_4	Dung dịch chuyển sang màu hồng bền trong 30 giây
3	Đọc thể tích KMnO_4	Buret, KMnO_4	Đọc thể tích chính xác

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
	tiêu tốn		

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Thao tác chuẩn độ đúng quy trình.

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 chưa đến điểm tương đương	Kết thúc chuẩn độ khi dung dịch chuyển màu hồng bền nhưng chưa đủ 30 giây thì mất màu	Kết thúc chuẩn độ khi dung dịch chuyển màu hồng bền đủ 30 giây.

5. Tính kết quả

5.1. Công thức tính kết quả

Hàm lượng đường chung tính bằng % theo công thức:

$$R_s = \frac{a \cdot V_{dm1} \cdot V_{dm2} \cdot 100}{1000 \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot G}$$

Trong đó:

a: lượng đường glucose tìm được ở bảng tra từ số ml KMnO₄ tiêu tốn (mg)

V_{dm1}: thể tích bình định mức lần 1 (ml)

V_{dm2}: thể tích bình định mức lần 2 (ml)

V₁: thể tích dung dịch lấy từ bình định mức lần 1 (ml)

V₂: thể tích dung dịch lấy từ bình định mức lần 2 (ml)

G: khối lượng mẫu (g)

100: hệ số để tính hàm lượng đường khử trong 100g sản phẩm

1000: hệ số chuyển đổi từ mg thành g của a

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	Tính kết quả	Sổ ghi chép, máy tính	- Tính đúng công thức - Kết quả tính theo %, được làm tròn đến số lẻ thập phân thứ nhất.

6. Nguyên nhân gây sai số 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 hàm lượng đường chung không chính xác	- Áp dụng chưa đúng công thức tính toán - Tra bảng hàm lượng glucose bị sai	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán, đối chiếu tài liệu kỹ thuật
2	Gây sai số phân tích	- Cân mẫu trước khi nghiền - Định mức không chính xác	- Nghiền mẫu trước khi cân - Định mức đúng vạch
3	Các loại đường không được hòa tan hoàn toàn	Không dùng nước cất nóng để hòa tan mẫu	Dùng nước cất nóng để hòa tan tất cả các loại đường.
4	Quá trình tẩy tạp chất chưa hoàn toàn	Lọc khi dung dịch chưa phân thành 2 lớp	Lọc sau khi dung dịch phân thành 2 lớp
5	Dung dịch không trong suốt	- Rách giấy lọc trong quá trình lọc - Lượng $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ không đủ	- Thay giấy lọc mới và lọc lại từ đầu - Thêm hóa chất $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$.
6	Bể vỡ dụng cụ	Bình định mức trong bếp cách thủy bị ngã	Giữ cố định bình định mức trong bếp cách thủy
7	Nhiệt độ trong bình chưa đạt 70°C đã tính thời gian thủy phân	Cần thời gian để nhiệt độ dung dịch trong bình đạt đến 70°C	Tính thời gian 15 phút kể từ khi nhiệt kế đặt trong bình định mức đạt 70°C
8	Chuẩn độ màu hồng quá đậm	Dư quá nhiều NaOH 20%	Nhỏ NaOH 20% từ từ từng giọt
9	Định mức không đúng vạch	Định mức quá vạch hoặc chưa tới vạch	Định mức đúng ngang bằng vạch (quan sát ngang tầm mắt thấy đáy mặt cong phân cách chạm vạch)
10	Dung dịch sau khi đun 3 phút bị mất màu xanh	Hàm lượng đường khử trong dung dịch mẫu quá nhiều so với lượng Fehling phản ứng	Giảm lượng đường khử trong dung dịch mẫu xuống và làm lại thí nghiệm tạo kết tủa
11	Kết tủa còn lơ lửng quá nhiều	Bỏ qua bước để lắng kết tủa	Thực hiện đúng quy trình
12	Kết tủa lọt xuống khỏi phễu lọc, làm thất thoát kết tủa	Kết tủa chưa lắng hết xuống trong quá trình để lắng kết tủa. Nên kết tủa lơ lửng sẽ theo dung dịch Fehling lọt qua khỏi phễu lọc	Đặt một tờ giấy lọc bên trong phễu lọc để giữ lại những kết tủa lơ lửng nằm lại trên giấy lọc
13	Kết tủa bị oxi hóa	Để kết tủa tiếp xúc với	Luôn có một lớp nước

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
	chuyển sang màu đen	không khí	cát bên trên bề mặt lớp kết tủa ở trong bình nón và trên giấy lọc

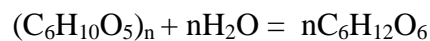
BÀI 7: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TINH BỘT

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, quy trình tiến hành xác định hàm lượng tinh bột;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng tinh bột theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định hàm lượng tinh bột

Dựa vào tính chất tinh bột bị thủy phân hoàn toàn trong môi trường acid với tác nhân HCl đậm đặc ở nhiệt độ 100°C, trong thời gian 3 giờ, tạo thành đường glucose



Trước khi xác định hàm lượng tinh bột phải xác định hàm lượng đường chung trước.

Hàm lượng đường chung là hàm lượng của tổng các loại đường được quy theo glucose.

Hàm lượng đường được xác định bằng cách thủy phân ở nhiệt độ 70°C, thời gian 15 phút, môi trường acid HCl đậm đặc sau đó xác định hàm lượng đường khử sau khi đã thủy phân.

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

2.1. Dụng cụ, máy móc

Các dụng cụ và máy móc cần chuẩn bị:

- Hệ thống lọc hút chân không bao gồm: Bơm hút chân không, bình lọc hút chân không, phễu lọc sứ.
- Cân phân tích
- Máy nghiền
- Bếp điện
- Bếp cách thủy
- Pipet, cốc, phễu, đĩa thủy tinh, bình nón, bình định mức.

2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
-----	------------------	---------------------------	------------------

<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	Pipet, cốc, phễu, đĩa thủy tinh, bình nón, bình định mức	- Sạch sẽ, không có vết nứt, sử dụng tốt
2	Kiểm tra hệ thống lọc hút chân không	Bơm hút chân không, bình lọc hút chân không, phễu lọc sứ	Lắp đúng sơ đồ
3	Chuẩn bị và kiểm tra các thiết bị	Cân phân tích, máy nghiền, bếp điện, bếp cách thủy	- Sạch sẽ, hoạt động tốt

2.3. 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.

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	Bể vỡ dụng cụ	Để 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

3. Chuẩn bị hóa chất

3.1. Hóa chất

a. *Hóa chất cần chuẩn bị:* dung dịch Fehling A, dung dịch Fehling B, dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, dung dịch KMnO_4 0,1N, $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ dạng tinh thể, acid HCl đậm đặc ($d=1,19\text{g/ml}$), dung dịch NaOH 20%, chỉ thị phenolphtalein 0,1%

b. *Cách pha các dung dịch:*

+ Dung dịch Fehling A: Cân chính xác 4g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ cho vào cốc 100ml, thêm nước cất để hòa tan hoàn toàn, chuyển dd vào bình định mức 100ml cho nước cất đến vạch, lắc đều.

+ Dung dịch Fehling B: Cân chính xác 20g KaliNatritactrat cho vào cốc 100ml, cho khoảng 40ml nước cất hơi nóng để hòa tan hoàn toàn.

Cân chính xác 15g NaOH cho vào cốc 100ml khác, cho khoảng 30ml nước cất để hòa tan hoàn toàn.

Chuyển các dd đã pha trên vào bình định mức 100ml thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

+ Dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$: Cân chính xác 50g $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ cho vào cốc 400ml, cho nước để hòa tan hoàn toàn sau đó chuyển dd vào bình định mức 1lít. Đồng thời dùng ống đong lấy 200ml dd H_2SO_4 đđ cho vào bình định mức trên, để nguội, thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

+ Dung dịch KMnO_4 0,1N: dùng ống chuẩn để pha, định mức 1000ml.

+ Dung dịch NaOH 20%: Cân 20g NaOH từ lọ hóa chất NaOH tinh khiết, hòa tan hoàn toàn bằng nước cất trong cốc, chuyển sang bình định mức 100ml. Tráng cốc bằng nước cất (2-3) lần cho vào bình định mức. Định mức đến vạch.

+ Chỉ thị phenolphtalein 0,1%: Cân 0,1g Phenolphtalein từ lọ hóa chất Phenolphtalein tinh khiết, hòa tan hoàn toàn bằng nước cất trong cốc, chuyển sang bình định mức 100ml. Tráng cốc bằng nước cất (2-3) lần cho vào bình định mức. Định mức đến vạch

c. Dụng cụ, thiết bị:

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



Hình 7.1. Bình định mức



Hình 7.2. Cốc thủy tinh



Hình 7.3. Đũa thủy tinh



Hình 7.4. Cân phân tích

3.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Kiểm tra hóa chất	NaOH, CuSO ₄ .5H ₂ O, KaliNitrat, Fe ₂ (SO ₄) ₃ , H ₂ SO ₄ đđ, KMnO ₄ , (CH ₃ COO) ₂ Pb, Phenolphtalein	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
2	Pha dung dịch Fehling A		
2.1	Cân $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh; - $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 4g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
2.2	Hoà tan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	- Nước cất - Đũa thủy tinh	CuSO_4 phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
2.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
2.4	Cho dung dịch Fehling A vào lọ chứa	- Dung dịch CuSO_4 vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch Fehling A sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên hóa chất, tên phương pháp, ngày pha, người pha)
3	Pha dung dịch Fehling B		
3.1	Cân KaliNatritactrat từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh; - KaliNatritactrat - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất KaliNatritactrat không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 20 g KaliNatritactrat (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
3.2	Hoà tan KaliNatritactrat	- Bếp điện - Nước cất - Đũa thủy tinh	KaliNatritactrat phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất nóng
3.3	Cân NaOH từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh; - NaOH - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất NaOH không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 15 g NaOH (sai số 10^{-4} g), hóa chất

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			không được rơi vãi khi cân
3.4	Hòa tan NaOH	- Nước cất - Đũa thủy tinh	NaOH phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
3.5	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất - KaliNitritactrat và NaOH vừa hòa tan	Đổ hai dung dịch vừa hòa tan vào bình định mức Định mức phải đúng vạch Lắc đều
3.6	Cho dung dịch Fehling B vào lọ chứa	- Dung dịch vừa định mức - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch Fehling B sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên hóa chất, tên phương pháp, ngày pha, người pha)
4	Pha dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$		
4.1	Cân $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 50 g $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
4.2	Hòa tan $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	- Nước cất - Đũa thủy tinh - Cốc thủy tinh	$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
4.3	Chuyển vào bình định mức	- Bình định mức 1 lít	Chuyển toàn bộ lượng $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vừa mới hòa tan vào bình định mức 1 lít Hóa chất không rơi vãi ra ngoài bình
4.4	Cho H_2SO_4 đậm đặc vào	H_2SO_4 đậm đặc	- Cho chính xác 200ml H_2SO_4 đậm đặc vào bình định mức trên - Cho từ từ, không để

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			H ₂ SO ₄ đậm đặc rơi vãi ra ngoài - Để nguội hoàn toàn
4.5	Định mức	- Bình định mức 1 lít trên - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
4.6	Cho dung dịch Fe ₂ (SO ₄) ₃ vào lọ chứa	- Dung dịch vừa định mức - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch Fe ₂ (SO ₄) ₃ sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên hóa chất, tên phương pháp, ngày pha, người pha)
5	Pha dung dịch KMnO ₄ 0,1N		
5.1	Lấy hóa chất KMnO ₄ từ ống chuẩn	- Ống chuẩn KMnO ₄ - Cốc - Đũa thủy tinh	Hóa chất KMnO ₄ không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc.
5.2	Hòa tan KMnO ₄	- Nước cất - Đũa thủy tinh	KMnO ₄ phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
5.3	Định mức	- Bình định mức 1 lít - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
5.4	Cho dung dịch KMnO ₄ 0,1N vào lọ chứa	- KMnO ₄ vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch KMnO ₄ 0,1N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
6	Cách pha dung dịch NaOH 20%		
6.1	Cân NaOH từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - NaOH - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất NaOH không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 20g NaOH (sai số 10 ⁻⁴ g), hóa chất 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>
6.2	Hòa tan NaOH	- Nước cất - Đũa thủy tinh	NaOH phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
6.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
6.4	Cho dung dịch NaOH 20% vào lọ chứa	- Dung dịch NaOH vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Cho dung dịch NaOH 20% vào lọ chứa, không làm rơi vãi ra ngoài
7	Pha chỉ thị phenolphthalein 0,1%		
7.1	Cân phenolphthalein từ lọ hóa chất tinh khiết	- Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh; - phenolphthalein - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất phenolphthalein không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 0,1g phenolphthalein (sai số 10^{-4} g), hóa chất không được rơi vãi khi cân
7.2	Hòa tan phenolphthalein	- Cồn 70 ⁰ - Đũa thủy tinh	Phenolphthalein phải được hòa tan hoàn toàn bằng cồn
7.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch Lắc đều
7.4	Cho dung dịch phenolphthalein 0,1% vào lọ chứa	- Dung dịch NaOH vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Cho dung dịch NaOH 20% vào lọ chứa, không làm rơi vãi ra ngoài
8	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

3.3. 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.

- 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 acid H_2SO_4 đậm đặc, là acid có tính oxy hóa rất mạnh.

- Cho acid H_2SO_4 đậm đặc vào sau cùng, sau khi đã hòa tan hoàn toàn $Fe_2(SO_4)_3$ cho vào bình định mức để tránh nguy hiểm.

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	Hóa chất bị hư hỏng	Dùng lọ thủy tinh trong suốt để đựng hóa chất, $KMnO_4$ dễ bị phân hủy dưới tác dụng của ánh sáng.	Bảo quản $KMnO_4$ trong lọ thủy tinh màu tối và để trong tối.
2	KaliNatritactrat không được hòa tan hoàn toàn	Không dùng nước cất nóng để hòa tan KaliNatritactrat	Dùng nước cất nóng
3	Định mức dung dịch Fehling B bị quá vạch	Dùng lượng nước cất nhiều hơn 50ml để hòa tan mỗi hóa chất KaliNatritactrat và NaOH	Làm lại với lượng nước cất ít hơn 50ml để hòa tan mỗi hóa chất: KaliNatritactrat và NaOH.

4. Các bước tiến hành

4.1. Chuẩn bị mẫu

Phương pháp chuẩn bị mẫu

Khái niệm hàm lượng tinh bột trong mẫu: là hiệu số giữa hàm lượng carbohydrates và hàm lượng đường chung xác định theo phương pháp Bertrand và nhân với hệ số 0,9.

Yêu cầu: mẫu phải có kích thước và khối lượng phù hợp với từng loại thực phẩm. Do đó các mẫu có kích thước lớn phải tiến hành nghiền đến kích thước phù hợp để dễ dàng xử lý mẫu.

Dụng cụ thiết bị cần dùng:

- Bình định mức 100ml
- Cốc thủy tinh
- Đũa thủy tinh
- Cân phân tích
- Máy nghiền

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>
------------	-------------------------	----------------------------------	-------------------------

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Nghiền mẫu	Cối chày sứ, máy nghiền	Kích thước sản phẩm nhỏ đồng đều
2	Cân mẫu	Cân phân tích	Khối lượng mẫu: 5-10g Độ chính xác 0,001g
3	Hòa tan bằng nước cất nóng	Cốc thủy tinh, đũa	Mẫu được hòa tan hoàn toàn
4	Định mức	Bình định mức 100ml	Định mức đúng vạch

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng máy nghiền 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.
 - + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Thao tác sử dụng cân phải đúng theo hướng dẫn.

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	Gây sai số phân tích	- Cân mẫu trước khi nghiền - Định mức không chính xác	- Nghiền mẫu trước khi cân - Định mức đúng vạch
2	Các loại đường không được hòa tan hoàn toàn	Không dùng nước cất nóng để hòa tan mẫu	Dùng nước cất nóng để hòa tan tất cả các loại đường.

4.2. Tẩy tạp chất

Nguyên tắc thực hiện

Tạp chất có trong mẫu là những chất phi đường có tính khử, những chất này vẫn tạo phản ứng giống với đường khử. Nên sẽ gây sai số cho quá trình phân tích.

Ngoài ra, tẩy tạp chất cũng sẽ làm dung dịch mẫu trong suốt, tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình chuẩn độ sau này.

Thường dùng hóa chất $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ để loại bỏ tạp chất.

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>
------------	-------------------------	----------------------------------	-------------------------

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
1	Cân $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$	Cân phân tích, $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$	Lượng cân tùy thuộc vào lượng mẫu và loại thực phẩm, thường từ 0,5 – 2g.
2	Hòa tan $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ vào dung dịch mẫu sau định mức	Bình định mức, cốc thủy tinh, đũa thủy tinh	Không để $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ rơi vãi ra ngoài.
3	Đề lắng	Cốc thủy tinh	Đến khi phân thành 2 lớp
4	Lọc	Bình tam giác, phễu lọc, giấy lọc	Thu dung dịch lọc trong suốt trong bình tam giác

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 cân 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.

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	Quá trình tẩy tạp chất chưa hoàn toàn	Lọc khi dung dịch chưa phân thành 2 lớp	Lọc sau khi dung dịch phân thành 2 lớp
2	Dung dịch không trong suốt	- Rách giấy lọc trong quá trình lọc - Lượng $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ không đủ	- Thay giấy lọc mới và lọc lại từ đầu - Thêm hóa chất $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$.

4.3. Thủy phân

Phương pháp thủy phân

Tiến hành thủy phân mẫu ở hai điều kiện thủy phân khác nhau nhằm mục đích xác định hàm lượng carbohydrates và hàm lượng đường chung để tính được hàm lượng tinh bột.

- Xác định hàm lượng carbohydrates: Tiến hành thủy phân ở nhiệt độ 100°C với thời gian là 3 giờ trong bếp cách thủy với dung dịch acid HCl đậm đặc.

- Xác định hàm lượng đường chung: Tiến hành thủy phân ở nhiệt độ 70°C với thời gian là 15 phút trong bếp cách thủy với dung dịch acid HCl đậm đặc.

Trình tự thao tác

a. Thủy phân để xác định hàm lượng carbohydrates

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Lấy chính xác 50ml dung dịch mẫu cho vào bình định mức 250ml, thêm 50ml nước cất và 5ml acid HCl đậm đặc	Bình nón 250ml, bình định mức 250ml, nước cất, HCl đậm đặc	Hút chính xác thể tích của các dung dịch
2	Đặt bình định mức vào bếp cách thủy	Bếp cách thủy, bình định mức 250ml	Cài nhiệt độ: 100°C, thời gian: 3 giờ
3	Lấy bình ra làm nguội nhanh dưới vòi nước lạnh	Bình định mức 250ml	Thao tác cẩn thận

b. Thủy phân để xác định hàm lượng đường chung

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Lấy chính xác 50ml dung dịch mẫu cho vào bình định mức 250ml, thêm 50ml nước cất và 5ml acid HCl đậm đặc	Bình nón 250ml, bình định mức 250ml, nước cất, HCl đậm đặc	Hút chính xác thể tích của các dung dịch
2	Đặt bình định mức vào bếp cách thủy	Bếp cách thủy, bình định mức 250ml	Cài nhiệt độ: 70°C, thời gian: 15 phút
3	Lấy bình ra làm nguội nhanh dưới vòi nước lạnh	Bình định mức 250ml	Thao tác cẩn thận

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng bếp cách thủy 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Bề vỡ dụng cụ	Bình định mức trong bếp cách thủy bị ngã	Giữ cố định bình định mức trong bếp cách thủy
2	Nhiệt độ trong bình chưa đạt nhiệt độ yêu cầu đã tính thời gian thủy phân	Cần thời gian để nhiệt độ dung dịch trong bình đạt đến nhiệt độ yêu cầu	Tính thời gian kể từ khi dung dịch trong bình định mức đạt nhiệt độ yêu cầu

4.4. Trung hòa

Nguyên tắc thực hiện

Trung hòa lượng acid dư bằng dung dịch NaOH 20% với chỉ thị phenolphtalein cho đến khi dung dịch có màu hồng.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Nhỏ 3 giọt phenolphtalein 0,1% và nhỏ từ từ dung dịch NaOH 20% vào bình định mức chứa mẫu	Bình định mức 250ml, phenolphtalein 0,1%, NaOH 20%	Nhỏ NaOH 20% đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng nhạt bền

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Màu hồng quá đậm	Dư quá nhiều NaOH 20%	Nhỏ NaOH 20% từ từ từng giọt

7. Định mức dung dịch mẫu thử

Nguyên tắc thực hiện

Định mức dung dịch mẫu thử nhằm pha loãng dung dịch, thuận lợi cho quá trình phân tích và tính kết quả

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Thêm nước cất đến vạch bình định mức 250ml	Bình định mức 250ml, nước cất	Định mức đúng vạch

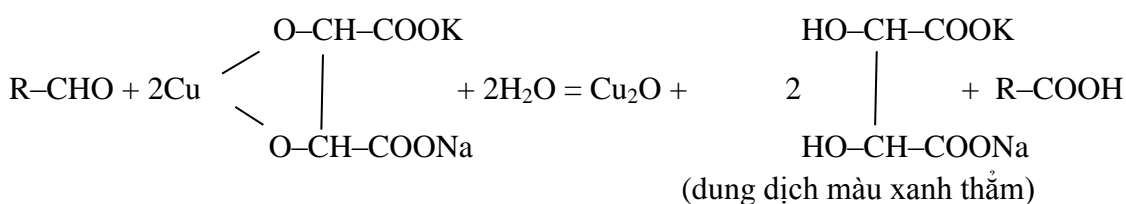
Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Định mức không đúng vạch	Định mức quá vạch hoặc chưa tới vạch	Định mức đúng ngang bằng vạch (quan sát ngang tầm mắt thấy đáy mặt cong phân cách chạm vạch)

4.6. Tạo kết tủa

Nguyên tắc thực hiện

Trong môi trường kiềm, có gia nhiệt, đường khử dễ dàng khử ion Cu^{2+} trong dung dịch fehling tạo thành Cu^+ dưới dạng Cu_2O kết tủa màu đỏ gạch.



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 vào bình nón 10ml dung dịch Fehling A, 10ml dung dịch Fehling B, 10ml dung dịch mẫu	Bình nón 250ml	Hút chính xác thể tích của các dung dịch
2	Đun sôi dung dịch	Bếp điện, bình nón 250ml	- Thời gian đun: trong 3 phút kể từ khi có bọt sôi đầu tiên. - Kết thúc quá trình đun: dung dịch có màu xanh bên trên lớp kết tủa
3	Lắng kết tủa	Bình nón 250ml	Để nghiêng bình cho kết tủa lắng và dồn lại 1 vị trí

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng bếp điện 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Để nghiêng bình nón trên giá đỡ chắc chắn

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Dung dịch sau khi đun 3 phút bị mất màu xanh	Hàm lượng đường khử trong dung dịch mẫu quá nhiều so với lượng Fehling phản ứng	Giảm lượng đường khử trong dung dịch mẫu xuống và làm lại thí nghiệm tạo kết tủa
2	Kết tủa còn lơ lửng quá nhiều	Bỏ qua bước để lắng kết tủa	Thực hiện đúng quy trình

4.7. Gạn lọc kết tủa

Nguyên tắc thực hiện

Dung dịch sau khi tạo kết tủa gồm có Fehling và kết tủa Cu_2O . Để tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình hòa tan kết tủa, cần loại Fehling ra khỏi dung dịch.

Để gạn lọc kết tủa, cần sử dụng hệ thống lọc hút chân không.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Đổ phần dung dịch màu xanh qua phễu lọc của máy lọc hút chân không	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa	Hạn chế cho kết tủa rơi xuống phễu
2	Rửa kết tủa bằng nước cất	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa, nước cất	Tránh làm cho kết tủa đảo trộn lên
3	Tiếp tục gạn lọc	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa	Hạn chế cho kết tủa rơi xuống phễu
4	Lặp lại các bước 2 và 3	Hệ thống lọc hút chân không, giấy lọc, bình tam giác chứa kết tủa, nước cất	Dung dịch trong bình nón mất màu xanh

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Sử dụng máy lọc hút chân không phải theo đúng hướng dẫn.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

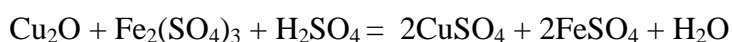
STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Kết tủa lơ lửng khối	Kết tủa chưa lắng hết	Đặt một tờ giấy lọc bên

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
	phễu lọc, làm thất thoát kết tủa	xuống trong quá trình để lắng kết tủa. Nên kết tủa lơ lửng sẽ theo dung dịch Fehling lọt qua khỏi phễu lọc	trong phễu lọc để giữ lại những kết tủa lơ lửng nằm lại trên giấy lọc
2	Kết tủa bị oxi hóa chuyển sang màu đen	Để kết tủa tiếp xúc với không khí	Luôn có một lớp nước cất bên trên bề mặt lớp kết tủa ở trong bình nón và trên giấy lọc

4.8. Hòa tan kết tủa

Nguyên tắc thực hiện

Hoà tan Cu_2O bằng dung dịch $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ trong môi trường H_2SO_4 đậm đặc, dung dịch sau phản ứng tạo thành FeSO_4 có màu xanh trong.



Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Tráng rửa bình lọc hút và gắn lại vào hệ thống lọc hút	Hệ thống lọc hút chân không, nước cất	Sạch sẽ, không còn Fehling, tráng lại bằng nước cất.
2	Cho 1 ít $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vào hòa tan kết tủa trong bình nón	Hệ thống lọc hút chân không, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	- Thể tích $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ cần dùng: 10-20ml - Lắc mạnh cho kết tủa hòa tan hết.
3	Đổ tất cả dung dịch hòa tan vào phễu lọc của hệ thống lọc hút chân không.	Hệ thống lọc hút chân không	Thao tác nhanh, không rơi vãi hóa chất ra ngoài
4	Tráng bình nón bằng một ít $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ và đổ dung dịch tráng vào phễu lọc	Hệ thống lọc hút chân không, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	Không còn vết đỏ gạch trong bình nón và trên phễu lọc
5	Tráng phễu bằng nước cất	Hệ thống lọc hút chân không, nước cất	Lượng nước cất để tráng: khoảng 20ml

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng hệ thống lọc hút chân không 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.
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Kết tủa trên giấy lọc trong phễu chưa được hòa tan	Lượng $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ không đủ dư để hòa tan kết tủa trong phễu lọc	Cho thêm 1 ít $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ vào trong phễu để hòa tan kết tủa trên giấy lọc
2	Kết tủa trên giấy lọc bị oxi hóa	Để kết tủa tiếp xúc với không khí	Thao tác nhanh, luôn giữ một lớp nước cất trên bề mặt kết tủa

4.9. Chuẩn độ

Nguyên tắc thực hiện

FeSO_4 có tính chất khử oxy, tác dụng với KMnO_4 là chất oxy hóa, do đó dùng KMnO_4 để chuẩn độ FeSO_4 ở môi trường acid.



Tại thời điểm kết thúc định phân dung dịch có màu hồng.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuyển dung dịch trong bình lọc hút vào bình tam giác 250ml	Bình lọc hút, bình tam giác 250ml	- Không làm rơi vãi dung dịch ra ngoài - Tráng lại bằng nước cất
2	Chuẩn độ với KMnO_4	Buret, bình tam giác, KMnO_4	Dung dịch chuyển sang màu hồng bền trong 30 giây
3	Đọc thể tích KMnO_4 tiêu tốn	Buret, KMnO_4	Đọc thể tích chính xác

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Thao tác chuẩn độ đúng quy trình.

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 chưa đến điểm tương đương	Kết thúc chuẩn độ khi dung dịch chuyển màu hồng bền nhưng chưa đủ 30 giây thì mất màu	Kết thúc chuẩn độ khi dung dịch chuyển màu hồng bền đủ 30 giây.

5. Tính kết quả

5.1. Công thức tính kết quả

Hàm lượng carbohydrates tính bằng % theo công thức:

$$X_1 = \frac{a \cdot V_{dm1} \cdot V_{dm2} \cdot 100}{1000 \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot G}$$

Hàm lượng đường trong mẫu bằng % theo công thức:

$$X_2 = \frac{a \cdot V_{dm1} \cdot V_{dm2} \cdot 100}{1000 \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot G}$$

Hàm lượng tinh bột

$$X = (X_1 - X_2) \cdot 0,9 \quad (\%)$$

Trong đó:

a: lượng đường glucose tìm được ở bảng tra từ số ml KMnO₄ tiêu tốn (mg)

V_{dm1}: thể tích bình định mức lần 1 (ml)

V_{dm2}: thể tích bình định mức lần 2 (ml)

V₁: thể tích dung dịch lấy từ bình định mức lần 1 (ml)

V₂: thể tích dung dịch lấy từ bình định mức lần 2 (ml)

G: khối lượng mẫu (g)

100: hệ số để tính hàm lượng đường khử trong 100g sản phẩm

1000: hệ số chuyển đổi từ mg thành g của a

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	Tính kết quả	Sổ ghi chép, máy tính	- Tính đúng công thức - Kết quả tính theo %, được làm tròn đến số lẻ thập phân thứ nhất.

6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
------------	-------------------------------	--------------------	-----------------------

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Kết quả hàm lượng đường chung không chính xác	- Áp dụng chưa đúng công thức tính toán - Tra bảng hàm lượng glucose bị sai	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán, đối chiếu tài liệu kỹ thuật
2	Gây sai số phân tích	- Cân mẫu trước khi nghiền - Định mức không chính xác	- Nghiền mẫu trước khi cân - Định mức đúng vạch
3	Các loại đường không được hòa tan hoàn toàn	Không dùng nước cất nóng để hòa tan mẫu	Dùng nước cất nóng để hòa tan tất cả các loại đường.
4	Bể vỡ dụng cụ	Bình định mức trong bếp cách thủy bị ngã	Giữ cố định bình định mức trong bếp cách thủy
5	Nhiệt độ trong bình chưa đạt nhiệt độ yêu cầu đã tính thời gian thủy phân	Cần thời gian để nhiệt độ dung dịch trong bình đạt đến nhiệt độ yêu cầu	Tính thời gian kể từ khi dung dịch trong bình định mức đạt nhiệt độ yêu cầu
6	Màu hồng quá đậm	Dư quá nhiều NaOH 20%	Nhỏ NaOH 20% từ từ từng giọt
7	Kết tủa lơ lửng khỏi phễu lọc, làm thất thoát kết tủa	Kết tủa chưa lắng hết xuống trong quá trình để lắng kết tủa. Nên kết tủa lơ lửng sẽ theo dung dịch Fehling lọt qua khỏi phễu lọc	Đặt một tờ giấy lọc bên trong phễu lọc để giữ lại những kết tủa lơ lửng nằm lại trên giấy lọc
8	Kết tủa bị oxi hóa chuyển sang màu đen	Để kết tủa tiếp xúc với không khí	Luôn có một lớp nước cất bên trên bề mặt lớp kết tủa ở trong bình nón và trên giấy lọc
9	Chuẩn độ chưa đến điểm tương đương	Kết thúc chuẩn độ khi dung dịch chuyển màu hồng bền nhưng chưa đủ 30 giây thì mất màu	Kết thúc chuẩn độ khi dung dịch chuyển màu hồng bền đủ 30 giây.

BÀI 8: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XƠ THÔ

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, quy trình tiến hành xác định hàm lượng xơ thô;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng xơ thô theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định hàm lượng xơ thô

Giới thiệu về hàm lượng xơ thô trong thực phẩm

Chất xơ là một thành phần của thực phẩm có nguồn gốc thực vật mà cơ thể không tiêu hoá được.

Chất xơ có ý nghĩa rất lớn đối với sức khỏe con người. Chất xơ có nhiều loại: chất xơ hòa tan và chất xơ không hòa tan... Hàm lượng chất xơ cũng là một chỉ tiêu để đánh giá chất lượng của sản phẩm thực phẩm.

Hàm lượng xơ thô về quy ước là tất cả các chất không bị hòa tan trong acid, kiềm và bị đốt cháy.

Xác định hàm lượng xơ thô bằng phương pháp có lọc trung gian được áp dụng chung cho những sản phẩm có hàm lượng xơ thô lớn hơn 1%.

Nguyên tắc xác định hàm lượng xơ thô bằng phương pháp có lọc trung gian

Sau khi nghiền và khử chất béo, đun sôi mẫu trong dung dịch H_2SO_4 ở nồng độ chuẩn, tiến hành tách và rửa cặn không hòa tan.

Đun sôi tiếp cặn còn lại với dung dịch $NaOH$ ở nồng độ chuẩn, sau đó tiến hành tách, rửa, làm khô và cân cặn không tan còn lại.

Sau khi sấy khô, tiến hành đốt phần cặn, cân, từ đó tính được hàm lượng xơ thô trong sản phẩm.

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

2.1. Dụng cụ, máy móc

- Các dụng cụ cần chuẩn bị:
- + Các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm
- + Rây lưới kim loại có kích thước mắt 1mm

+ Tủ sấy, cối xay

+ Bình rộng miệng với một ống ngưng lạnh, chẳng hạn một bình có dung tích ít nhất 600ml lắp với một ống ngưng tụ hồi lưu, hoặc một cốc đun miệng không có mỏ dung tích 600ml, trên là một bình đáy tròn dung tích 500ml chứa 450ml nước lạnh.

+ Cốc đốt dung tích 25÷50 ml, bền vững dưới tác dụng của các điều kiện thử hoặc một cốc nung có thiết bị lọc phù hợp cho việc tách và đốt (gọi tắt là cốc lọc)

- Các máy móc cần chuẩn bị:

+ Bếp điện gắn với máy khuấy từ tính có khả năng duy trì 200ml H₂SO₄ hoặc NaOH sôi nhẹ.

+ Lò nung

+ Bình hút ẩm

+ Cân phân tích

+ Phễu lọc: bằng thạch anh, sứ hoặc thủy tinh cứng, có tấm lọc loại thiêu kết nóng chảy cỡ lỗ từ 40 đến 100 (loại độ xốp P 100 theo ISO 4793:1980).

Trước khi dùng lần đầu, nung phễu lọc mới cẩn thận và từ từ đến nhiệt độ không quá 525°C và để vài phút ở (500 ± 25) °C.

Có thể dùng phễu bằng thép không gỉ, có tấm lọc với cỡ lỗ 90 có các đặc tính tương tự.

2.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Chuẩn bị và kiểm tra các dụng cụ	- Các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm - Rây lưới kim loại - Cối xay - Bình rộng miệng với một ống ngưng lạnh - Cốc đốt dung tích 25÷50 ml	- Sạch sẽ, không có vết nứt, sử dụng tốt - Rây: kích thước mắt 1mm - Cốc đốt dung tích 25÷50 ml, có thiết bị lọc phù hợp cho việc tách và đốt
2	Chuẩn bị cân phân tích	- Cân phân tích - Tài liệu kỹ thuật hướng dẫn	Cân phân tích phải được kiểm tra và trong tình trạng hoạt động tốt
3	Chuẩn bị và kiểm tra các thiết bị	- Bếp từ - Tủ sấy - Lò nung - Bình hút ẩm	Các thiết bị phải được kiểm tra và 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>
		- Thiết bị tách	

2.3. 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.

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	Bể vỡ dụng cụ	Để 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
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	Bếp từ, lò nung: không hoạt động khi khởi động	Do hở các mối điện	Kiểm tra dây điện, ổ cắm điện và thay dây điện nếu cần

3. Chuẩn bị hóa chất

3.1. Hóa chất

a. Hóa chất cần chuẩn bị:

- + Dung dịch H_2SO_4 $0,255 \pm 0,005$ mol/l (12,5g H_2SO_4 trong 1000ml dung dịch)
- + Dung dịch NaOH $0,313 \pm 0,005$ mol/l (12,5g NaOH trong 1000ml dung dịch)
- + Dung dịch HCl 0,5 mol/l (42 ml HCl đậm đặc 37% trong 1000ml dung dịch)
- + Dung dịch làm khô cặn: acetone hoặc ethanol hoặc methanone hoặc propan-2-ol
- + Dung môi chiết xuất: n-hexan kỹ thuật hoặc xăng trắng (có điểm sôi nằm trong khoảng $40 \div 60^\circ\text{C}$)
- + Dung dịch H_2SO_4 0,5mol/l (dùng trong trường hợp mẫu giàu cacbonat)
- + Chất trợ lọc: bông amiăng hoặc cát biển
- + Tác nhân chống sinh bọt (nếu cần) và tác nhân chống sôi trào

b. Dụng cụ, thiết bị:

- Bình định mức 1000ml, cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh
- Cân phân tích



Hình 8.1. Bình định mức



Hình 8.2. Cốc thủy tinh



Hình 8.3. Đũa thủy tinh



Hình 8.4. Cân phân tích

3.2. Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Kiểm tra hóa chất	- H ₂ SO ₄ - NaOH - HCl - Chất trợ lọc, chất chống sinh bọt, chất chống trào	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng
2	Chuẩn bị dung dịch H ₂ SO ₄ 0,255± 0,005 mol/l		
2.1	Lấy hóa chất	- H ₂ SO ₄ đậm đặc - Nước cất - Pipet - Cân phân tích - Bình định mức 1000ml	Bình định mức được cho vào 500ml nước cất Hóa chất H ₂ SO ₄ đậm đặc không được đổ ra ngoài khi lấy. Cân chính xác 12,5g H ₂ SO ₄ đậm đặc cho vào bình định mức
2.2	Định mức	- Nước cất - Bình định mức 100ml	Định mức phải đúng vạch

<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 H_2SO_4 $0,255 \pm 0,005$ mol/l vào lọ chứa	- Dung dịch H_2SO_4 $0,255 \pm 0,005$ mol/l	Dung dịch H_2SO_4 $0,255 \pm 0,005$ mol/l sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
3	Chuẩn bị dung dịch NaOH $0,313 \pm 0,005$ mol/l		
3.1	Cân hóa chất	- Hóa chất NaOH tinh khiết - Cốc - Cân phân tích	Hóa chất NaOH được cân chính xác 12,5g (độ chính xác 10^{-4} g) Hóa chất NaOH không được đổ ra ngoài khi pha
3.2	Hòa tan hóa chất	- Nước cất - Đũa thủy tinh	NaOH phải được hòa tan hoàn toàn khi pha
3.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch
3.4	Cho dung dịch NaOH $0,313 \pm 0,005$ mol/l vào lọ chứa	- Dung dịch NaOH $0,313 \pm 0,005$ mol/l - Lọ chứa	Dung dịch NaOH $0,313 \pm 0,005$ mol/l sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có màu có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
4	Chuẩn bị dung dịch HCl 0,5 mol/l		
4.1	Lấy hóa chất	- HCl đậm đặc 37% - Nước cất - Pipet - Bình định mức 1000ml	Bình định mức được cho vào 500ml nước cất Hóa chất HCl đậm đặc không được đổ ra ngoài khi lấy. Hút chính xác 42ml HCl đậm đặc cho vào bình định mức
4.2	Định mức	- Nước cất - Bình định mức 100ml	Định mức phải đúng vạch

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
4.3	Cho HCl 0,5 mol/l vào lọ chứa	- Dung dịch HCl 0,5 mol/l	Dung dịch HCl 0,5 mol/l 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

3.3. 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.

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

- Lưu ý khi tiếp xúc với acid H₂SO₄ đậm đặc có tính oxy hóa rất mạnh.

- Bình đựng NaOH có nút đậy bằng nhựa để dễ dàng đóng và mở

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	Nồng độ hóa chất pha bị sai lệch	- Cân, hút không chính xác - Hóa chất chưa được hòa tan hoàn toàn - Định mức chưa đúng - Hóa chất chưa tinh khiết - Lọ chứa chất chuẩn 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 - Thao tác sử dụng pipet thành thạo - Định mức đúng vạch - Phải hiệu chỉnh lại nồng độ nếu nồng độ không chính xác - Lọ chứa hóa chất phải khô, sạch.

4. Các bước tiến hành

4.1. Chuẩn bị mẫu

Phương pháp chuẩn bị mẫu

Tùy thuộc vào tính chất của sản phẩm mà có cách xử lý mẫu thích hợp:

+ Làm khô sơ bộ: Trong trường hợp sản phẩm có hàm lượng ẩm quá cao không thể trộn và nghiền chúng, thì tiến hành sấy sơ bộ ở nhiệt độ thích hợp.

Trong trường hợp như vậy cần cân sản phẩm trước khi sấy sơ bộ và cân lại ngay trước khi chuẩn bị mẫu thử

+ Sản phẩm không cần nghiền: Các sản phẩm lọt qua rây không để lại phần mắc lại ở mắt rây thì không cần nghiền trước khi xác định. Trộn đều trước khi lập lượng mẫu cân.

+ Sản phẩm cần nghiền: Các sản phẩm không lọt qua rây, không để lại phần kẹt lại ở mắt rây thì cần phải nghiền. Nghiền mẫu thí nghiệm trong thiết bị nghiền cho sản phẩm lọt được qua rây không để lại phần mắc lại ở mắt rây.

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 khô sơ bộ	Tủ sấy	Nhiệt độ sấy: 103°C Thời gian: 30 phút
2	Nghiền mẫu	Máy nghiền	Sản phẩm lọt được qua rây không để lại phần mắc lại ở mắt rây có kích thước mắt 1mm
3	Rây kiểm tra	Rây	Mắt rây có kích thước mắt 1mm
4	Cân mẫu	Cân phân tích	Cân 1-3 g Độ chính xác 0,001g

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng máy nghiền, tủ sấy 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.
- Thao tác sử dụng cân phải đúng theo hướng dẫn.

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>
------------	-------------------------------	--------------------	-----------------------

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Quá trình nghiền gặp khó khăn	Mẫu chứa nhiều chất béo	Khử chất béo sơ bộ bằng quá trình chiết với dầu nhẹ trong phễu chiết
2	Mẫu lẫn tạp chất	Mẫu chứa nhiều Cacbonat	Hòa tan với 100ml HCl 0,5M, lọc lấy phần cặn trên phễu lọc

4.2 Thủy phân bằng acid

Nguyên tắc thực hiện

Sau khi nghiền và khử chất béo, đun sôi mẫu trong dung dịch H₂SO₄ ở nồng độ chuẩn, tiến hành tách và rửa cặn không hòa tan.

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	Chuyển lượng mẫu cân đã loại chất béo cũng như cacbonat vào bình rộng miệng	Cốc thủy tinh 600ml	Nhẹ nhàng, không rơi vãi ra ngoài
2	Nâng nhiệt độ dung dịch acid H ₂ SO ₄	Bếp khuấy từ dung dịch acid H ₂ SO ₄	Thể tích: 200ml Nhiệt độ dung dịch acid: 95-100°C
3	Đổ dung dịch acid vào bình chứa mẫu	Cốc thủy tinh 600ml	Nhẹ nhàng, không rơi vãi ra ngoài
4	Lắp thiết bị ngưng	Cốc thủy tinh 600ml Bình đáy tròn chứa nước làm lạnh	Nước trong bình đáy tròn phải lạnh
5	Đưa nhanh nhiệt độ của dung dịch đến nhiệt độ sôi	Bếp khuấy từ	Trong vòng 2 phút
6	Tiếp tục đun sôi vừa phải	Bếp khuấy từ	- Trong vòng 30 phút - Luôn xoay bình sao cho không có một mẫu nào dính trên thành trong của bình

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

- Thao tác nhẹ nhàng, cẩn thận, chính xác.
- Cẩn thận khi làm việc với acid H_2SO_4 khi đun sôi
- Khi sử dụng bếp khuấy từ để đun acid 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.
 - + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Cặn không được xử lý bằng acid triệt để	Khi đun dung dịch acid không xoay bình	Vừa đun vừa xoay đều
2	Thiết bị ngưng hoạt động không tốt	Nước làm lạnh không liên tục	Kiểm tra nước làm lạnh trong ống sinh hàn hoặc trong bình đáy tròn

5. Tách và rửa cặn lần 1

Nguyên tắc thực hiện

Sau khi nghiền và khử chất béo, đun sôi mẫu trong dung dịch H_2SO_4 ở nồng độ chuẩn, tiến hành tách và rửa cặn không hòa tan.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Cho thêm 50ml nước lạnh vào dung dịch	Cốc thủy tinh 600ml	Cẩn thận, không rơi vãi ra ngoài
2	Tách các cặn không tan	Thiết bị tách, giấy lọc	Thao tác nhanh
3	Rửa bình với nước nóng	Cốc thủy tinh 600ml, Thiết bị tách, giấy lọc	Lượng nước rửa: 50ml
4	Đổ phần nước tráng lên phần cặn không tan	Thiết bị tách, giấy lọc	Cẩn thận, không rơi vãi ra ngoài
5	Rửa cặn không tan nhiều lần bằng nước cất nóng	Thiết bị tách, giấy lọc	Dung dịch lọc phản ứng trung tính với giấy quỳ

Các chú ý về an toàn lao động

- Quá trình tách và rửa cặn không tan cần phải được hoàn thành không quá 30 phút
- Thao tác cẩn thận, không làm rơi vãi dung dịch ra ngoài
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Trong quá trình rửa, acid dễ bị văng lên	Acid còn bám trong cặn	Sử dụng chất trợ lọc và một đĩa sàng trên chất trợ lọc

4.4. Thủy phân bằng kiềm

Nguyên tắc thực hiện

Đun sôi tiếp cặn còn lại với dung dịch NaOH ở nồng độ chuẩn, sau đó tiến hành tách, rửa, làm khô và cân cặn không tan còn lại.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Đổ lại phần cặn không tan đã rửa vào bình	Cốc thủy tinh 600ml	Nhẹ nhàng, không rơi vãi ra ngoài
2	Nâng nhiệt độ dung dịch NaOH	Bếp khuấy từ	Thể tích: 200ml Nhiệt độ dung dịch acid: 95-100°C
3	Đổ dung dịch NaOH vào bình chứa mẫu	Cốc thủy tinh 600ml	Nhẹ nhàng, không rơi vãi ra ngoài
4	Lắp thiết bị ngưng	Cốc thủy tinh 600ml Bình đáy tròn chứa nước làm lạnh	Nước trong bình đáy tròn phải lạnh
5	Đưa nhanh nhiệt độ của dung dịch đến nhiệt độ sôi	Bếp khuấy từ	Trong vòng 2 phút
6	Tiếp tục đun sôi	Bếp khuấy từ	Trong vòng 30 phút

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Thao tác nhẹ nhàng, cẩn thận, chính xác.
- Cẩn thận khi làm việc với NaOH khi đun sôi
- Khi sử dụng bếp khuấy từ để đun NaOH 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Thiết bị ngưng hoạt động không tốt	Nước làm lạnh không liên tục	Kiểm tra nước làm lạnh trong ống sinh hàn hoặc trong bình đáy tròn

7. Tách và rửa cặn lần 2

Nguyên tắc thực hiện

Đun sôi tiếp cặn còn lại với dung dịch NaOH ở nồng độ chuẩn, sau đó tiến hành tách, rửa, làm khô và cân cặn không tan còn lại.

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Cho thêm 50ml nước lạnh vào dung dịch	Cốc thủy tinh 600ml	Cẩn thận, không rơi vãi ra ngoài
2	Tách các cặn không tan	Thiết bị tách, giấy lọc	Thao tác nhanh
3	Rửa bình với nước nóng	Cốc thủy tinh 600ml, Thiết bị tách, giấy lọc	Lượng nước rửa: 50ml
4	Đổ phần nước tráng lên phần cặn không tan	Thiết bị tách, giấy lọc	Cẩn thận, không rơi vãi ra ngoài
5	Rửa cặn không tan nhiều lần bằng nước cất nóng	Thiết bị tách, giấy lọc	- Bã phải có màu trắng trong. - Dung dịch lọc phản ứng trung tính với giấy quỳ
6	Làm khô cặn bằng acetone	Acetone	Thể tích acetone: 30ml Có hút chân không sau mỗi lần rửa
7	Gom toàn bộ cặn cho vào cốc đốt đã biết trước khối lượng	Cốc đốt	Không rơi vãi cặn ra ngoài

Các chú ý về an toàn lao động

- Quá trình tách và rửa cặn không tan cần phải được hoàn thành không quá 30 phút
- Thao tác cẩn thận, không làm rơi vãi dung dịch ra ngoài
- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

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	Trong quá trình rửa, kiểm để bị văng lên	Kiểm còn bám trong cặn	Sử dụng chất trợ lọc và một đĩa sàng trên chất trợ lọc

4.6. Sấy và nung cặn

Nguyên tắc thực hiện

a. Phương pháp thực hiện:

Sau khi sấy khô, tiến hành đốt phân cặn, cân, từ đó tính được hàm lượng xơ thô trong sản phẩm.

b. Dụng cụ, thiết bị cần dùng:

- Tủ sấy
- Lò nung
- Bình hút ẩm
- Kệ an toàn
- Cân phân tích

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	Sấy cả cặn và cốc đốt trong tủ sấy	Tủ sấy	Nhiệt độ $130 \pm 2^{\circ}\text{C}$ Thời gian 2 giờ
2	Để nguội trong bình hút ẩm	Bình hút ẩm	Đến khi cặn đạt nhiệt độ phòng
3	Cân cốc cả cặn	Cân phân tích	Độ chính xác 0,001g
4	Lặp lại thao tác 1,2,3 đến khối lượng không đổi	Cân phân tích, Bình hút ẩm, Tủ sấy	Chênh lệch khối lượng giữ hai lần cân liên tiếp không quá 0,001g
5	Cho cốc chứa cặn đã sấy khô vào lò nung	Lò nung	Nhiệt độ $550 \pm 2^{\circ}\text{C}$ Thời gian 2 giờ
6	Để nguội trong bình hút ẩm	Bình hút ẩm	Đến khi cặn đạt nhiệt độ phòng

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
7	Cân cốc cả cặn	Cân phân tích	Độ chính xác 0,001g
8	Lặp lại thao tác 5,6,7 đến khối lượng không đổi	Cân phân tích, Bình hút ẩm, Lò nung	Chênh lệch khối lượng giữ hai lần cân liên tiếp không quá 0,001g

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi đặt vật còn nóng vào bình hút ẩm phải hé mở nắp bình
- Thao tác sử dụng cân, tủ sấy và lò nung phải đúng theo hướng dẫn.

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	Cặn hút ẩm trở lại	Cặn để ở môi trường bên ngoài quá lâu hoặc làm nguội bị chậm	Đặt cặn trong bình hút ẩm để làm nguội

5. Tính kết quả, ghi kết quả vào phiếu

5.1. Công thức tính kết quả

Hàm lượng xơ thô được tính tùy thuộc vào tính chất của mẫu phân tích

- Hàm lượng xơ thô không cần nghiền tính bằng (%) theo công thức:

$$X_1 = \frac{[m_1 - (m_2 + m_3)]100}{m_o}$$

- Hàm lượng xơ thô phải nghiền mịn bằng (%) theo công thức:

$$X_2 = \frac{[m_1 - (m_2 + m_3)]100.M_s}{m_o.M'_s} \cdot \frac{100}{M'_s} \cdot \frac{M_s}{100}$$

Trong đó:

m_o : Khối lượng mẫu cân (g)

m_1 : Khối lượng cặn và cốc nung sau khi sấy khô (g)

m_2 : Khối lượng cặn và cốc nung sau khi đốt (g)

m_3 : Khối lượng mẫu thu được khi đốt mẫu trắng (tính cả chất trợ lọc) (g)

M_s : hàm lượng chất khô của sản phẩm (%)

M'_s : hàm lượng chất khô của mẫu thử (%)

- Trường hợp làm khô sơ bộ:

$$X_1 = \frac{[m_1 - (m_2 + m_3)]100}{m_o} \cdot \frac{m_5}{m_4}$$

Trong đó:

m_4 : Khối lượng mẫu ở tình trạng ẩm ban đầu trước khi sấy sơ bộ (g)

m_5 : Khối lượng mẫu sau khi sấy sơ bộ (g)

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	Tính kết quả	- Máy tính	- Tính đúng công thức - Kết quả tính theo %, được làm tròn đến số lẻ thập phân thứ nhất.
2	Ghi kết quả vào phiếu và sổ lưu	- Phiếu kết quả - Sổ lưu	Ghi chính xác kết quả

6. 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 hàm lượng xơ thô không chính xác	Áp dụng chưa đúng công thức tính toán	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán, đối chiếu tài liệu kỹ thuật
2	Quá trình nghiền gặp khó khăn	Mẫu chứa nhiều chất béo	Khử chất béo sơ bộ bằng quá trình chiết với dầu nhẹ trong phễu chiết
3	Mẫu lẫn tạp chất	Mẫu chứa nhiều Cacbonat	Hòa tan với 100ml HCl 0,5M, lọc lấy phần cặn trên phễu lọc
4	Trong quá trình rửa, acid dễ bị văng lên	Acid còn bám trong cặn	Sử dụng chất trợ lọc và một đĩa sàng trên chất trợ lọc
5	Thiết bị ngưng hoạt động không tốt	Nước làm lạnh không liên tục	Kiểm tra nước làm lạnh trong ống sinh hàn hoặc trong bình đáy tròn
6	Trong quá trình rửa, kiềm dễ bị văng lên	Kiềm còn bám trong cặn	Sử dụng chất trợ lọc và một đĩa sàng trên chất trợ lọc
7	Cặn hút ẩm trở lại	Cặn để ở môi trường bên ngoài quá lâu hoặc làm	Đặt cặn trong bình hút ẩm để làm nguội

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
		nguội bị chậm	

BÀI 9: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PROTEIN

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, qui trình tiến hành xác định hàm lượng protein;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ và hóa chất cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng protein theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định hàm lượng protein

Giới thiệu về hàm lượng protein trong thực phẩm

Trong công nghệ thực phẩm, protein là hợp chất có phổ biến trong các nguyên liệu và sản phẩm thực phẩm. Có thực phẩm protein là hợp phần chính có trong nguyên liệu, có thực phẩm protein được đưa vào ở dạng chất phụ gia.

Vai trò của protein trong thực phẩm không chỉ làm tăng giá trị dinh dưỡng mà còn làm tăng giá trị cảm quan cho các sản phẩm thực phẩm.

Protein tồn tại trong thực phẩm dưới nhiều dạng khác nhau và có mặt hầu hết trong các loại thực phẩm. Những thực phẩm giàu protein như: trứng, sữa, thịt, hải sản, các loại trái cây rau quả như: súp lơ xanh, chuối, quả chà là, rau bina, quả bơ, táo...

Xác định hàm lượng protein là một trong những chỉ tiêu quan trọng xác định giá trị dinh dưỡng của thực phẩm.

Nguyên tắc xác định hàm lượng protein tổng số bằng phương pháp Kjeldahl

Trong thực phẩm, hàm lượng protein tổng số được xác định thông qua hàm lượng nitơ toàn phần. Những hợp chất có chứa nitơ thường ở dưới dạng protid, amino acid, peptid... ngoài ra còn có muối amon (NH_4^+)...Xác định hàm lượng nitơ toàn phần là xác định hàm lượng tất cả các hợp chất có chứa nitơ.

Vô cơ hóa thực phẩm bằng dung dịch H_2SO_4 đậm đặc và có chất xúc tác. Trong số các chất tạo thành do sự vô cơ hóa có amoniac (NH_3). NH_3 vừa mới sinh ra tác dụng ngay với H_2SO_4 đậm đặc, tạo thành $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Dùng kiềm mạnh (NaOH) đẩy NH_3 từ muối $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ra dạng tự do. Dùng dung dịch H_2SO_4 0,1N (đã biết trước thể tích) để hấp phụ NH_3 . Dùng dung dịch kiềm chuẩn lượng dung dịch H_2SO_4 dư sẽ biết được thể tích dung dịch H_2SO_4 kết hợp với NH_3 . Từ đó tính lượng Nitơ toàn phần.

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

2.1. Dụng cụ, máy móc

Các dụng cụ và thiết bị cần chuẩn bị:

- Thiết bị phá mẫu, thiết bị cất đạm, ống Kjeldahl
- Cân phân tích
- Tủ hút
- Dụng cụ nghiền mẫu, cối, chày (máy nghiền)
- Bình định mức, cốc thủy tinh, bình nón, phễu lọc, pipet, bộ chuẩn độ, găng tay, khẩu trang, giấy lọc.



Hình 9.1. Ống Kjeldahl



Hình 9.2. Thiết bị phá mẫu



Hình 9.3. Các loại thiết bị cất đạm

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	Chuẩn bị và kiểm tra các dụng cụ	Ống Kjeldahl, bình định mức, cốc thủy tinh, bình nón, phễu lọc, pipet, bộ chuẩn độ, găng tay, khẩu trang, giấy lọc, cối	- Sạch sẽ, không có vết nứt, sử dụng tốt

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		chày sứ	
2	Chuẩn bị và kiểm tra các thiết bị	- Thiết bị phá mẫu, thiết bị cất đạm - Cân phân tích - Tủ hút	- Sạch sẽ, hoạt động tốt

2.3. 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.

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	Bể vỡ dụng cụ	Để 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
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	Thiết bị phá mẫu; Thiết bị cất đạm; Cân phân tích; Tủ hút; Máy nghiền mẫu: không hoạt động khi khởi động	Do hở các mối điện	Kiểm tra dây điện, ổ cắm điện và thay dây điện nếu cần

3. Chuẩn bị hóa chất

3.1. Hóa chất

a. Hóa chất cần chuẩn bị:

- H₂SO₄ đđ, H₂SO₄ 0,1N
- NaOH 30%, NaOH 0,1N
- Chất xúc tác (K₂SO₄, CuSO₄)
- Quỳ tím, nước cất, Metyla đỏ 0,2%.

b. Cách pha các dung dịch:

- Dung dịch H_2SO_4 0,1N: Cho 500ml nước cất vào bình định mức 1 lít, thêm từ từ 28 ml H_2SO_4 đậm đặc, vừa cho vừa lắc, để nguội, thêm nước cất đến vạch định mức.

- Dung dịch NaOH 0,1N:

+ Cách pha từ ống tiêu chuẩn: Cho hóa chất từ ống chuẩn vào cốc, hòa tan hoàn toàn bằng nước cất. Dùng nước cất tráng ống chuẩn (2-3 lần), cho vào cốc, khuấy tan hoàn toàn.

Định mức trong bình 1lít.

+ Cách pha từ hóa chất tinh khiết: Cân 4g NaOH từ lọ hóa chất NaOH tinh khiết, hòa tan hoàn toàn bằng nước cất trong cốc, chuyển sang bình định mức 1lít. Tráng cốc bằng nước cất (2-3) lần cho vào bình định mức.

Định mức đến vạch. Kiểm tra dung dịch NaOH 0,1N bằng chất khởi đầu $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1N với chỉ thị phenolphthalein.

- Dung dịch NaOH 30%: Cân 300g NaOH tinh thể, hòa tan hòa toàn bằng nước cất, chuyển toàn bộ vào bình định mức 1000ml, định mức đến vạch.

- Metyla đỏ 0,2%: Cân 0,2g Metyla đỏ hòa tan với 100ml cồn 96°.

c. Dụng cụ, thiết bị:

- Bình định mức 1000ml

- Cốc thủy tinh

- Đũa thủy tinh

- Cân phân tích



Hình 9.4. Bình định mức



Hình 9.5. Cốc thủy tinh



Hình 9.6. Đũa thủy tinh

Hình 9.7. Cân phân tích

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	Kiểm tra hóa chất	NaOH, K ₂ SO ₄ , CuSO ₄ , H ₂ SO ₄ đậm đặc, Metyla đỏ, quỳ tím, nước cất	Hóa chất tinh khiết, còn nhãn, đúng tên gọi Hóa chất còn hạn sử dụng
2	Chuẩn bị dung dịch H ₂ SO ₄ 0,1N		
2.1	Lấy hóa chất	- H ₂ SO ₄ đậm đặc - Nước cất - Pipet - Bình định mức 1000ml	Bình định mức được cho vào 500ml nước cất Hóa chất H ₂ SO ₄ đậm đặc không được đổ ra ngoài khi lấy. Cân chính xác 28g H ₂ SO ₄ đậm đặc cho vào bình định mức
2.2	Định mức	- Nước cất - Bình định mức 100ml	Định mức phải đúng vạch
2.3	Cho H ₂ SO ₄ 0,1N vào lọ chứa	- Dung dịch H ₂ SO ₄ 0,1N	Dung dịch H ₂ SO ₄ 0,1N sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
3	Chuẩn bị dung dịch NaOH 0,1N		
3.1	Lấy hóa chất NaOH từ ống chuẩn (hoặc cân hóa chất NaOH từ lọ hóa chất tinh khiết)	- Ống chuẩn NaOH - Hoặc NaOH tinh khiết, dd H ₂ C ₂ O ₄ 0,1N - Cân phân tích - Cốc	Hóa chất NaOH không được rơi vãi ra ngoài khi cho vào cốc. Cân chính xác 4g NaOH (sai số 10 ⁻⁴ g), NaOH không được rơi vãi khi cân
3.2	Hoà tan NaOH	- Nước cất - Đũa thủy tinh	NaOH phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
3.3	Định mức	- Bình định mức 1 lít	Định mức phải đúng

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		- Nước cất	vạch Lắc đều
3.4	Định chuẩn dung dịch NaOH 0,1N (nếu pha từ lọ hóa chất NaOH tinh khiết)	- H ₂ C ₂ O ₄ 0,1N - Phenolphthalein 1%	Dung dịch NaOH 0,1N pha từ hóa chất tinh khiết phải được kiểm tra lại nồng độ bằng H ₂ C ₂ O ₄ 0,1N.
3.5	Cho dung dịch NaOH 0,1N vào lọ chứa	- NaOH vừa pha - Lọ chứa - Nhãn dán	Dung dịch NaOH 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 NaOH 30%		
4.1	Cân hóa chất	- Hóa chất NaOH tinh khiết - Cốc - Cân phân tích	Hóa chất NaOH được cân chính xác 30g (độ chính xác 10 ⁻⁴ g) Hóa chất NaOH không được đổ ra ngoài khi cân.
4.2	Hòa tan hóa chất	- Nước cất - Đũa thủy tinh	NaOH phải được hòa tan hoàn toàn bằng nước cất
4.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch
4.4	Cho dung dịch NaOH 30% vào lọ chứa	- NaOH 30% - Lọ chứa	Dung dịch NaOH 30% sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
5	Chuẩn bị chỉ thị Metyla đỏ 0,2%		
5.1	Cân hóa chất	- Hóa chất Metyla đỏ tinh khiết - Cốc - Cân phân tích	Hóa chất Metyla đỏ được cân chính xác 0,2g (độ chính xác 10 ⁻⁴ g) Hóa chất Metyla đỏ không được đổ 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>
5.2	Hòa tan hóa chất	- Cồn 96 ⁰ - Đũa thủy tinh	Metyla đỏ phải được hòa tan hoàn toàn bằng cồn 96 ⁰
5.3	Định mức	- Bình định mức 100ml - Nước cất	Định mức phải đúng vạch
5.4	Cho dung dịch Metyla đỏ 0,2% vào lọ chứa	- Metyla đỏ 0,2% - Lọ chứa	Dung dịch NaOH 30% sau khi pha được cho vào lọ khô sạch có dán nhãn (tên chất chuẩn, ngày pha, người pha)
6	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

3.3. 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.

- 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 acid H₂SO₄ đậm đặc và khi thao tác pha loãng phải đúng quy trình

- Hóa chất pha xong phải đậy kín nút chai

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	Nồng độ chất chuẩn NaOH 0,1 N không đúng	- Cân không chính xác - Hóa chất chưa được hòa tan hoàn toàn - Định mức chưa đúng - Hóa chất NaOH chưa tinh khiết - Lọ chứa chất chuẩn NaOH 0,1 N 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 NaOH rơi vãi trên cân hoặc còn lại trong ống chuẩn

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
			<ul style="list-style-type: none"> - Hòa tan hoàn toàn hóa chất NaOH - Định mức đúng vạch - Phải chuẩn lại nồng độ NaOH 0,1 N vừa pha bằng H₂C₂O₄ 0,1N - Lọ chứa chất chuẩn NaOH 0,1 N phải khô, sạch
2	Chỉ thị Metyla đỏ không hòa tan	Dùng nước cất để pha chỉ thị	Dùng cồn 96 ⁰ để pha chỉ thị

4. Các bước tiến hành

4.1. Chuẩn bị mẫu

Phương pháp chuẩn bị mẫu

Trong thực phẩm, những hợp chất có chứa nitơ thường ở dưới dạng protid, amino acid, peptid... ngoài ra còn có muối amon (NH₄⁺)...Xác định hàm lượng nitơ tổng số là xác định hàm lượng tất cả các hợp chất có chứa nitơ.

Tùy hàm lượng protid có trong thực phẩm hoặc tùy theo dạng sản phẩm mà lấy mẫu thử như sau:

- Sản phẩm khô:
- + Nếu hàm lượng protid trong mẫu nhiều: dùng từ 0,3÷0,5g mẫu
- + Nếu hàm lượng protid thấp: dùng từ 1÷2g mẫu.

Sản phẩm khô sau khi cân gói vào giấy lọc không tro, cho vào bình Kjeldahl.

- Sản phẩm ướt:

Tùy mẫu có ít hay nhiều protid mà cân lượng mẫu, thường cân 1g vào cốc. Chuyển mẫu vào bình Kjeldahl, cho nước cất tráng cốc và cho vào bình Kjeldahl (dùng càng ít nước càng tốt).

- Sản phẩm lỏng:

Dùng pipet hút chính xác 2÷5ml mẫu cho vào bình định mức 100ml rồi thêm nước cất đến gần bình, lắc đều, lấy 10ml cho vào bình Kjeldahl.

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	Cân hút mẫu	Cân phân tích Pipet	Khối lượng mẫu: tùy thuộc vào loại mẫu.

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			Độ chính xác 0,001g
2	Cho mẫu vào ống Kjehdahl	Ống Kjehdahl	Không làm rơi vãi ra ngoài
3	Cân hóa chất cho vào ống Kjehdahl	Ống Kjehdahl K ₂ SO ₄ , CuSO ₄ , H ₂ SO ₄ đđ	Cân, hút đúng lượng hóa chất: CuSO ₄ : 0,3g, K ₂ SO ₄ : 1,8g H ₂ SO ₄ đđ: 3ml
4	Tráng cổ ống Kjehdahl bằng nước cất	Ống Kjehdahl nước cất	Không còn hóa chất bám vào trên cổ và thành ống Kjehdahl

Các chú ý về an toàn lao động

- Khi sử dụng cân 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.
- + Phải có người theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt 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 acid H₂SO₄ đậm đặc.

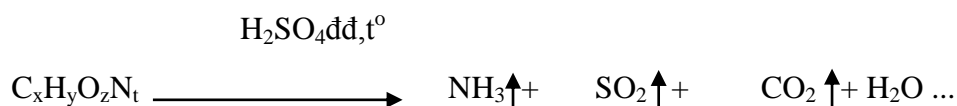
Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Hóa chất bám vào trên cổ và thành ống Kjehdahl	Chưa tráng cổ ống Kjeldahl bằng nước cất hoặc tráng chưa kỹ	Tráng kỹ hóa chất bám trên cổ ống Kjeldahl bằng nước cất

4. Vô cơ hóa mẫu

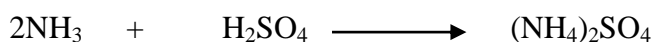
Nguyên tắc thực hiện

Các chất protid được vô cơ hóa bằng dung dịch H₂SO₄ đậm đặc và có chất xúc tác (CuSO₄, K₂SO₄). Trong số các chất tạo thành do sự vô cơ hóa có amoniac (NH₃). Toàn bộ các hợp chất có chứa Nitơ trong thực phẩm được chuyển về dưới dạng NH₃.





NH_3 vừa mới sinh ra tác dụng ngay với H_2SO_4 đậm đặc:



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	Lắp ống Kjeldahl vào bộ phá mẫu	Bộ phá mẫu, ống Kjeldahl	Lắp đúng quy trình hướng dẫn
2	Cài đặt thời gian và nhiệt độ	Bộ phá mẫu, ống Kjeldahl	Nhiệt độ và thời gian tùy thuộc vào dạng mẫu phân tích
3	Vô cơ hóa	Bộ phá mẫu, ống Kjeldahl	Đến khi dung dịch trong ống Kjeldahl chuyển sang màu xanh trong.
4	Làm nguội ống Kjeldahl	Ống Kjeldahl	Thao tác cẩn thận

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 bộ phá mẫu 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.
- Có bộ hút và xử lý khí độc trong quá trình vô cơ hóa
- Cẩn thận bề vỡ dụng cụ khi làm nguội ống Kjeldahl.

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	Mẫu trong ống Kjeldahl chưa được vô cơ hóa hoàn toàn	- Không đủ tác nhân vô cơ hóa H_2SO_4 đậm đặc. - Cài đặt nhiệt độ không hợp lý	- Nghiên cứu tài liệu về loại mẫu cần phân tích để tính lượng H_2SO_4 đậm đặc phù hợp và nhiệt độ vô cơ hóa hợp lý
2	Mẫu bị trào ra khỏi	Nhiệt độ tăng cao đột ngột	Nhiệt độ được cài đặt

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
	ống Kjeldahl		nâng lên từ từ

4.3. Chuẩn bị cất NH_3

Nguyên tắc thực hiện

Mục đích: Chuẩn bị đầy đủ các điều kiện về hệ thống thiết bị và hóa chất để thuận lợi cho quá trình cất đạm.

- Thiết bị, dụng cụ: Máy cất đạm, ống Kjeldahl, bình tam giác
- Hóa chất: dung dịch NaOH 30%, H_2SO_4 0,1N, Metyla đỏ 0,2%, nước cất.

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	Lắp ống Kjeldahl đã được làm nguội vào máy cất đạm	Ống Kjeldahl	Thao tác nhẹ nhàng
2	Cho các hóa chất vào bình tam giác để hấp thụ NH_3 sinh ra trong quá trình cất	H_2SO_4 0,1N, Metyla đỏ 0,2%, nước cất Bình tam giác	- Thể tích H_2SO_4 0,1N: 20ml, 3 giọt chỉ thị metyla đỏ 0,2% - Thêm nước cất vào bình tam giác sao cho ngập đuôi ống sinh hàn
3	Cho dung dịch NaOH 30% và nước cất vào các bình chứa riêng biệt	Dung dịch NaOH 30% và nước cất Bình chứa dung dịch của máy cất đạm	Thể tích NaOH: 1000ml Thể tích nước cất: 1000ml

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.
- Có bảo hộ lao động khi tiếp xúc với dung dịch kiềm mạnh NaOH.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

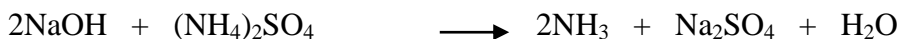
<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Đuôi ống sinh hàn không ngập trong dung dịch trong bình nón	Bổ sung chưa đủ nước cất vào bình nón	Thêm nước cất vào bình nón cho ngập đuôi ống sinh hàn

4.4. Tiến hành cất NH₃

Nguyên tắc thực hiện

Quá trình cất NH₃ xảy ra các phản ứng:

Dùng kiềm mạnh (NaOH 30%) đẩy NH₃ từ muối (NH₄)₂SO₄ ra dạng tự do:



Cất NH₃ và dùng dung dịch H₂SO₄ 0,1N (đã biết trước thể tích) để hấp thụ NH₃:



Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Cài đặt các thông số trong máy cất đạm	Máy cất đạm	Các thông số bao gồm: Thể tích NaOH 30%: 50ml Thể tích nước cất: 50ml Thời gian cất đạm: 2-5 phút
2	Mở nước làm lạnh	Nước làm lạnh, máy cất đạm	Đảm bảo nước làm lạnh liên tục
3	Cất đạm	Máy cất đạm	Theo dõi thiết bị trong suốt quá trình hoạt động

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 cất đạm 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.
- Thường xuyên kiểm tra nước làm lạnh để đảm bảo an toàn

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Thất thoát NH ₃	Ống sinh hàn không ngập trong bình tam giác	Thêm nước cất để ngập ống sinh hàn
2	Thiết bị cất đạm bị nóng	Nước làm lạnh hoạt động không liên tục	Thường xuyên kiểm tra nước làm lạnh

4.5. Thử NH₃

Nguyên tắc thực hiện

Muốn biết quá trình cất NH₃ đã xảy ra hoàn toàn hay chưa thì dùng giấy quỳ để thử. Kiểm tra nước ngưng tụ thoát ra ở đầu ống làm lạnh bằng giấy quỳ, nếu giấy quỳ không đổi thành màu xanh thì kết thúc quá trình chưng cất.

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 nước ngưng tụ thoát ra ở đầu ống làm lạnh bằng giấy quỳ	Máy cất đạm, giấy quỳ	Giấy quỳ không đổi thành màu xanh

Các chú ý về an toàn lao động

Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

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	Giấy quỳ chuyển sang màu đỏ	Cuối ống sinh hàn bị ngập trong dung dịch acid H ₂ SO ₄ 0,1N. Trước khi thử NH ₃ không làm sạch acid	Dùng nước cất tía rửa sạch acid ở đầu cuối của ống sinh hàn

4.6. Chuẩn độ

Nguyên tắc thực hiện

Dùng dung dịch kiềm NaOH 0,1N chuẩn lượng dung dịch H₂SO₄ dư sẽ biết được thể tích dung dịch H₂SO₄ kết hợp với NH₃.

Từ đó tính lượng Nitơ toàn phần.

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 dung dịch NaOH 0,1N trên buret	Buret, NaOH 0,1 N	Tráng rửa buret sạch sẽ, đuổi bọt khí, điều chỉnh NaOH 0,1N về vạch 0
2	Chuẩn độ lượng H ₂ SO ₄ 0,1N dư bằng NaOH 0,1N	Buret, NaOH 0,1 N	Điểm tương đương: dung dịch chuyển đột ngột từ đỏ sang vàng
3	Ghi lại số ml NaOH 0,1N tiêu tốn	Bút, sổ ghi chép	Đọc kết quả chính xác

Các chú ý về an toàn lao động

- Tuân thủ các quy định về an toàn lao động khi sử dụng hóa chất.

- Thao tác chuẩn độ thành thạo

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 quá điểm tương đương	Nhỏ NaOH 0,1N xuống bình nón quá nhanh	Nhỏ từ từ từng giọt dung dịch NaOH vừa đến điểm tương đương.

4.7. Làm song song 1 mẫu trắng

Tiến hành xác định hàm lượng Nitơ toàn phần trong mẫu trắng ở điều kiện xác định giống hệt với mẫu thử, nhưng chỉ thay mẫu thử bằng nước cất.

Lặp lại các mục 4,5,6,7,8,9. Ghi lại thể tích NaOH 0,1N tiêu tốn trong quá trình chuẩn độ đối với mẫu trắng

5. Tính kết quả

5.1. Công thức tính kết quả

- Công thức tính kết quả:

Hàm lượng nitơ toàn phần của sản phẩm dạng khô hay ướt tính bằng (%) theo công thức:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0014 \cdot 100 \cdot V_o}{G \cdot V'}$$

Hàm lượng nitơ toàn phần của sản phẩm lỏng tính bằng (g/l) theo công thức:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0014 \cdot 1000 \cdot V_o}{V \cdot V'}$$

Trong đó:

V_o : thể tích bình định mức (ml)

V' : thể tích dung dịch mẫu lấy để cất (ml)

V_1 : thể tích dung dịch NaOH 0,1N tiêu tốn để chuẩn mẫu trắng (ml)

V_2 : thể tích dung dịch NaOH 0,1N tiêu tốn để chuẩn mẫu thử (ml)

V : thể tích mẫu phân tích (ml)

G : khối lượng mẫu (g)

0,0014: khối lượng nitơ ứng với 1ml dung dịch NaOH 0,1N (g)

Hàm lượng Protein tổng số trong sản phẩm được tính theo công thức:

$$\text{Protein tổng số} = K \cdot \text{Hàm lượng nitơ toàn phần}$$

K là hệ số, K thay đổi tùy theo từng loại sản phẩm như trong bảng 4.2

Bảng 9.1. Bảng hệ số K tương ứng với từng loại sản phẩm

<i>Loại thực phẩm</i>	<i>Hệ số K</i>
Lúa mỳ, đậu	5,7
Ngô	6,0
Thực phẩm nguồn gốc động vật	6,25
Sữa	6,38
Khoai tây	8,0

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	Tính kết quả	Sổ ghi chép, máy tính	- Tính đúng công thức - Kết quả tính theo %, được làm tròn đến số lẻ thập phân thứ nhất.

6. Nguyên nhân gây sai số 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 hàm lượng protein tổng số không chính xác	- Áp dụng chưa đúng công thức tính toán	Kiểm tra công thức và kết quả tính toán
2	Mẫu trong ống Kjeldahl chưa được vô cơ hóa hoàn toàn	- Không đủ tác nhân vô cơ hóa H ₂ SO ₄ đậm đặc. - Cài đặt nhiệt độ không hợp lý	- Nghiên cứu tài liệu về loại mẫu cần phân tích để tính lượng H ₂ SO ₄ đậm đặc phù hợp và nhiệt độ vô cơ hóa hợp lý
3	Mẫu bị trào ra khỏi ống Kjeldahl	Nhiệt độ tăng cao đột ngột	Nhiệt độ được cài đặt nâng lên từ từ
4	Giấy quỳ chuyển sang màu đỏ	Cuối ống sinh hàn bị ngập trong dung dịch acid H ₂ SO ₄ 0,1N. Trước khi thử NH ₃ không làm sạch acid	Dùng nước cất tia rửa sạch acid ở đầu cuối của ống sinh hàn

BÀI 10: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG UREA

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, qui trình tiến hành xác định hàm lượng Urea;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ và hóa chất cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng Urea theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định hàm lượng Urea

Urea có công thức hóa học là $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, là một chất đạm vô cơ dùng làm phân bón trong nông nghiệp. Độ đạm của urea khá cao, trên 45%, vì vậy nó có giá trị tăng cường dinh dưỡng cho cây trồng. Tuy nhiên, hiện nay urea đã bị lạm dụng và sử dụng sai mục đích, đặc biệt trong việc bảo quản thực phẩm hoặc gia tăng độ đạm tổng cho nước mắm, nước chấm, gây nguy hại cho sức khỏe của người tiêu dùng.

Khi urea hòa tan trong nước thì thu nhiệt khá lớn, làm môi trường lạnh đi, nhờ vậy thịt cá được giữ tươi lâu hơn, do vậy urea rất được ưa chuộng trong việc bảo quản cá, giữ độ tươi lâu để được giá bán.

Cá được bảo quản bằng urea có những hiện tượng và trạng thái cảm quan như sau: bên ngoài trạng thái cá vẫn tươi bình thường, cơ thịt vẫn rắn chắc, mang đỏ hồng; nhưng khi nấu chín cá thì thịt rất bở, vị hơi đắng hoặc có vị lạ.

Việc xác định urea trong mẫu thực phẩm được thực hiện dựa trên nguyên tắc: Urea trong mẫu thực phẩm được chiết với dung dịch nước, khử màu. Khuấy đều và lọc thu dịch lọc trong. Urea có trong dịch chiết sau lọc phản ứng với thuốc thử p - Dimetylaminobenzaldehyd (DMAB) tạo phức có màu vàng chanh đặc trưng. Đo độ hấp thụ quang học trên máy đo quang phổ ở bước sóng 420nm.

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

2.1. Dụng cụ, máy móc xác định urea

Các dụng cụ và thiết bị dùng trong phương pháp phân tích xác định urea phải có thiết kế phù hợp, đảm bảo độ chính xác theo yêu cầu của phương pháp.

- Máy đo quang phổ, máy vi tính có phần mềm điều khiển
- Máy lắc
- Máy nghiền
- Cân phân tích (sai số không lớn hơn 0,001g)

- Bếp đun cách thủy
- Đũa, phễu thủy tinh
- Bình định mức
- Cốc thủy tinh, ống đong
- Ống nghiệm, mặt kính đồng hồ
- Pipet, bình tam giác.

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	Chuẩn bị dụng cụ	Đũa, phễu thủy tinh Bình định mức Cốc thủy tinh, ống đong Ống nghiệm, mặt kính đồng hồ Pipet, bình tam giác	Đúng thông số kỹ thuật theo yêu cầu Đúng chủng loại, đầy đủ
2	Chuẩn bị thiết bị	Máy đo quang phổ Máy lắc Máy nghiền Cân phân tích Bếp đun cách thủy	Đúng thông số kỹ thuật theo yêu cầu Đúng chủng loại
3	Kiểm tra thiết bị, dụng cụ	Đũa, phễu thủy tinh Bình định mức Cốc thủy tinh, ống đong Ống nghiệm, mặt kính đồng hồ Pipet, bình tam giác Máy đo quang phổ Máy lắc Máy nghiền Cân phân tích Bếp đun cách thủy	Sạch sẽ, không là nguồn lây nhiễm vào mẫu Trong tình trạng sử dụng/hoạt động tốt Không bị nứt vỡ, hư hỏng

2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác kiểm tra phải nhẹ nhàng, chính xác, cẩn thận, tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng.

- Để riêng rẽ các loại dụng cụ, thiết bị theo từng chủng loại.

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

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Bể vỡ dụng cụ	Đề chung, lẫn loại dụng cụ	Xếp đặt dụng cụ riêng biệt theo từng chủng loại
2	Máy đo quang phổ, máy nghiền, máy lắc, bếp đun không hoạt động	Do hư hỏng Do vận hành không đúng quy trình	Kiểm tra kỹ tình trạng thiết bị, sửa chữa Vận hành đúng theo hướng dẫn
3	Cân bị lỗi, không hoạt động	Do hư hỏng Do vận hành không đúng quy trình	Kiểm tra kỹ tình trạng thiết bị, sửa chữa Tắt máy, khởi động lại, vận hành đúng theo hướng dẫn
4	Cân bị lệch, cân không chính xác	Do vận hành không đúng quy trình Do không bảo dưỡng/hiệu chuẩn cân định kỳ	Vận hành đúng theo hướng dẫn Do không bảo dưỡng/hiệu chuẩn cân định kỳ

3. Chuẩn bị hóa chất

3.1. Phương pháp chuẩn bị hóa chất

Các dung dịch hóa chất cần chuẩn bị:

- Dung dịch p - Dimethylaminobenzaldehyd (DMAB) gốc: hòa tan 1,6g DMAB trong 100ml ethanol 96%, thêm 10ml HCl và khuấy đều. Bảo quản nơi tối, thời hạn sử dụng trong vòng 1 tháng. Khi sử dụng, pha loãng dung dịch gốc 10 lần và chỉ sử dụng trong ngày.

- Kẽm acetat $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$

- Kalifericyanua $K_4[Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$

- Dung dịch HCl 12M

- Dung dịch đệm phosphat pH = 7

- Ethanol 95%

- Dung dịch urea tiêu chuẩn 0,1%; 0,25% ; 0,5% ; 0,75% ; 1%

- Nước cất
- Than hoạt tính
- Giấy đo pH

Dụng cụ

- Pipet, đũa thủy tinh
- Bình tam giác
- Ống đong, cốc thủy tinh
- Cân phân tích

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	Kiểm tra hóa chất	DMAB Kẽm acetat Kalifericyanua Dung dịch HCl 12M Dung dịch đệm phosphat pH = 7 Ethanol 95% Urea	Đúng chủng loại, đầy đủ Còn nguyên bao gói, nhãn Tinh khiết, trong tình trạng được bảo quản tốt Còn trong thời hạn sử dụng
2	Cân (đong) hóa chất	Cân phân tích Pipet Cốc thủy tinh Các hóa chất	Chính xác theo yêu cầu Đúng trình tự thao tác Đảm bảo an toàn
3	Hòa tan hóa chất	Nước cất Đũa thủy tinh Cốc thủy tinh Bếp đun Các hóa chất	Hóa chất hòa tan hoàn toàn, đồng nhất Đúng theo trình tự yêu cầu hòa tan hóa chất Sử dụng dụng môi phù hợp
4	Định mức đến vạch (theo yêu cầu)	Nước cất Đũa thủy tinh Cốc thủy tinh Phễu	Chuyển hết dung dịch vào bình định mức Tráng rửa cốc, đũa nhiều lần 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>
		Pipet Các hóa chất	Định mức chính xác đến vạch
5	Kiểm tra nồng độ hóa chất	Các dung dịch hóa chất Các hóa chất chuẩn kiểm tra nồng độ	Nồng độ chính xác theo yêu cầu
6	Sử dụng hóa chất	Các hóa chất, dung dịch đã pha	Tuân thủ theo quy định Pha loãng phù hợp (dd DMAB) Nồng độ chính xác
7	Bảo quản hóa chất	Các dung dịch hóa chất Bình đựng hóa chất	Đúng bình đựng theo yêu cầu Điều kiện bảo quản đúng theo yêu cầu Đầy đủ thông tin trên nhãn

3.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác cân (đong), pha chế phải nhẹ nhàng, chính xác, cẩn thận, tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng về an toàn hóa học.

- Thực hiện đầy đủ các bước về an toàn lao động, mặc đồ bảo hộ khi kiểm tra, pha chế hóa chất.

- Cẩn thận khi tiếp xúc với dung dịch acid đậm đặc HCl

- Để riêng biệt các loại hóa chất theo từng chủng loại, từng điều kiện bảo quản.

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	Hóa chất pha chế không đảm bảo điều kiện phân tích	Hóa chất bị hư hỏng, hết hạn sử dụng Không có bao bì/rách bao bì	Kiểm tra kỹ tình trạng của hóa chất trước khi pha chế Loại bỏ/không sử dụng những hóa chất không đảm bảo yêu cầu
2	Dung dịch hóa chất pha không đúng nồng độ	Do không tuân thủ, thực hiện theo đúng hướng dẫn	Tuân thủ theo đúng hướng dẫn

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
	độ		Kiểm tra nồng độ hóa chất trước khi sử dụng
3	Hóa chất bị hư hỏng trong quá trình bảo quản, sử dụng	Điều kiện bảo quản hóa chất không đúng theo hướng dẫn (màu bình đựng, ánh sáng..) Thao tác sử dụng hóa chất không đảm bảo	Bảo quản hóa chất đúng theo hướng dẫn Tuân thủ đúng yêu cầu khi sử dụng hóa chất phân tích

4. Các bước tiến hành

4.1. Chuẩn bị mẫu

Phương pháp chuẩn bị mẫu

Đồng nhất 200g mẫu bằng máy nghiền mẫu đồng thể. Cân mẫu thử đã xay nghiền đúng theo khối lượng quy định ($25 \pm 0,001\text{g}$) trong bình tam giác 50ml. Bổ sung thêm 25ml nước cất rồi khuấy trộn đều bằng đũa thủy tinh. Đậy kín miệng bình bằng mặt kính đồng hồ.

Đun từ từ bình tam giác trên bếp đun đến sôi, khuấy trộn đều trong khi đun. Làm nguội mẫu, lọc qua giấy lọc thu dịch lọc trong.

Đối với mẫu lỏng: hút chính xác 10ml mẫu.

Dụng cụ

- Máy nghiền mẫu đồng thể
- Bình tam giác 50ml
- Đũa thủy tinh, mặt kính đồng hồ
- Cân phân tích
- Phễu lọc
- Bếp đun

Nguyên vật liệu

- Mẫu thử
- Nước cất

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	Nghiền nhỏ mẫu	Máy nghiền đồng thể Mẫu thử	Mẫu đồng nhất Mẫu nát nhuyễn phù hợp cho việc chiết xuất

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			urea theo yêu cầu
2	Cân (hút) mẫu	Cân phân tích Pipet Bình tam giác 50ml	Đúng khối lượng theo quy định đối với mẫu rắn Hút chính xác thể tích mẫu lỏng Không rơi vãi, dính trên thành bình Vận hành cân theo đúng hướng dẫn Đọc giá trị cân khi cân ổn định
3	Bổ sung nước cất	Pipet Bình tam giác đựng mẫu Nước cất Đũa thủy tinh	Bổ sung lượng nước chính xác Khuấy trộn đều Chỉ thực hiện đối với mẫu rắn
4	Đậy kín bình mẫu	Bình tam giác đựng mẫu Mặt kính đồng hồ	Đậy kín Chỉ thực hiện đối với mẫu rắn
5	Đun sôi mẫu	Bình tam giác đựng mẫu Bếp đun Đũa thủy tinh	Đun đến sôi Khuấy trộn đều trong khi đun Chỉ thực hiện đối với mẫu rắn
6	Làm nguội – lọc	Bình tam giác đựng mẫu Phễu lọc	Làm nguội trước khi lọc Dịch lọc trong Chỉ thực hiện đối với mẫu rắn

Các chú ý về an toàn lao động

- Vận hành máy nghiền mẫu đồng thể, cân phân tích tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng.

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	Mẫu không đảm bảo yêu cầu phân tích	Mẫu không đồng nhất Mẫu không được xay nhuyễn Mẫu rơi vãi, dính thành bình	Đồng nhất mẫu Xay nhuyễn mẫu thử Cẩn thận
2	Cân (hút) sai khối lượng/thể tích mẫu	Đọc nhầm Cân không trừ bì	Đọc đúng, thực hiện lại Cân bình, trừ bì trước khi cân mẫu
3	Cân nhảy liên tục, không ổn định	Do hư hỏng Do vận hành không đúng quy trình	Kiểm tra kỹ tình trạng thiết bị, sửa chữa Tắt cân, khởi động lại Kiểm tra tình trạng phòng (gió lùa, mở quạt) Vận hành đúng theo hướng dẫn

4.2. Loại chất gây nhiễu

Phương pháp loại chất gây nhiễu

Hút 10ml dung dịch mẫu đã chuẩn bị ở bước 4 cho vào bình định mức 100ml. Bổ sung thêm 1g bột than hoạt tính; 50ml nước cất; 0,5g acetate kẽm; 0,5g kalifericyanua.

Đem bình lắc trong 30 phút trên máy lắc. Thêm nước đến vạch định mức. Trộn đều hỗn dịch trong bình định mức bằng cách lộn ngược bình nhiều lần.

Để yên bình cho lắng. Lọc phần dung dịch bên trên bằng giấy lọc Whatman số 40, bỏ đi khoảng 20ml dịch lọc ban đầu. Dịch lọc phải trong suốt. Nếu dịch lọc vẫn có màu thì chuẩn bị lại lượng dịch lọc như trên và tiến hành lại bước loại chất gây nhiễu nhưng tăng thêm lượng bột than hoạt tính.

Dụng cụ, thiết bị, nguyên vật liệu

- Dung dịch mẫu
- Nước cất
- Bình định mức
- Cân phân tích
- Máy lắc
- Phễu lọc, giấy lọc

Hóa chất

- Than hoạt tính
- Kẽm acetat
- Kalifericyanua

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 dung dịch mẫu	Dịch lọc mẫu đã chuẩn bị ở bước 4 Pipet, bình định mức 100ml	Thẻ tích chính xác Không rơi vãi, dính vào thành bình Nhẹ nhàng, cẩn thận
2	Bổ sung hóa chất loại gây nhiễu	Cân phân tích Nước cất Than hoạt tính Kẽm acetat Kalifericyanua	Cân/hút chính xác theo yêu cầu với từng loại Đầy đủ hóa chất Bổ sung nước vào sau cùng Không rơi vãi Cổ bình được tráng sạch bằng nước cất
3	Lắc bình đựng mẫu	Bình đựng mẫu Máy lắc	Giữ bình cố định trên máy, không đồ võ Cài đúng tốc độ và thời gian lắc theo quy định
4	Định mức dung dịch trong bình	Bình đựng mẫu Nước cất	Định mức chính xác đến vạch
5	Lọc dịch mẫu	Bình đựng mẫu Phễu lọc, giấy lọc Bình đựng dịch lọc mẫu thử	Đảo trộn bình nhiều lần, để lắng trước khi lọc Dịch lọc trong suốt Tốc độ lọc chậm
6	Làm mẫu trắng	Bình đựng mẫu Phễu lọc, giấy lọc Bình đựng dịch lọc mẫu trắng Nước cất	Tuân thủ theo quy định đối với mẫu trắng Làm song song với mẫu

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		Than hoạt tính Kẽm acetat Kalifericyanua	

Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác vận hành cân phân tích, máy lắc nhẹ nhàng, cẩn thận, tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng.

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	Dung dịch lọc mẫu thử không đảm bảo yêu cầu phân tích	Hút thể tích không chính xác Lượng hóa chất loại gây nhiễu không đầy đủ, thiếu lượng quy định Không định mức trước khi lọc	Đọc kỹ tài liệu hướng dẫn và thực hiện đầy đủ
2	Dịch lọc mẫu không trong suốt, bị đục/có màu	Bước loại chất gây nhiễu thực hiện không đúng kỹ thuật	Làm lại, tăng lượng than hoạt tính Lọc kỹ
3	Không có mẫu trắng đối chứng	Không thực hiện	Làm mẫu đối chứng song song với mẫu thử

4.3. Thực hiện phản ứng màu của urea trong mẫu với DMAB

Phương pháp thực hiện phản ứng màu của urea trong mẫu với DMAB

Hút 5ml dung dịch mẫu vào trong ống nghiệm đã có chứa 5ml dung dịch thuốc thử DMAB. Đun cách thủy dung dịch trong 15 phút ở 20⁰C.

Quan sát màu của dung dịch trong ống nghiệm. Nếu trong mẫu có urea thì màu của dung dịch trong ống nghiệm sẽ chuyển sang màu vàng chanh. Nồng độ urea trong mẫu càng cao thì màu vàng của dung dịch càng đậm.

Dụng cụ, thiết bị, nguyên vật liệu

- Dung dịch mẫu
- Ống nghiệm
- Bếp đun cách thủy

Hóa chất

- Dung dịch DMAB

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 dung dịch thuốc thử DMAB vào ống nghiệm	Ống nghiệm Dung dịch DMAB	Dung dịch DMAB đã pha loãng 10 lần từ dung dịch gốc ngay trong cùng ngày Hút chính xác 5ml Cẩn thận, không rơi vãi, dính trên thành ống nghiệm
2	Bổ sung dung dịch mẫu vào ống nghiệm	Ống nghiệm chứa 5ml dung dịch DMAB Dung dịch mẫu	Chính xác 5ml Cẩn thận, không rơi vãi, dính trên thành ống nghiệm
3	Đun ống nghiệm	Ống nghiệm chứa dung dịch DMAB và mẫu Bếp đun cách thủy	Đun chính xác thời gian, nhiệt độ
4	Quan sát màu dung dịch	Ống nghiệm chứa dung dịch DMAB và mẫu	Dung dịch được đưa về nhiệt độ phòng Dung dịch trong ống nghiệm trong suốt Nhận biết chính xác màu vàng chanh đặc trưng của mẫu có urea
5	Thực hiện làm ống mẫu trắng	Ống nghiệm Dung dịch DMAB Nước cất	Thay dung dịch mẫu bằng nước cất Tuân thủ theo quy định đối với mẫu trắng Làm song song với mẫu

Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác hút hóa chất, đun nóng dung dịch phải nhẹ nhàng, cẩn thận, tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Dung dịch trong ống nghiệm đục	Xử lý mẫu chưa đạt yêu cầu	Tiến hành xử lý mẫu lại
2	Ống dung dịch mẫu trắng chuyển màu	Lấy nhầm hóa chất Dung dịch DMAB hư hỏng, hết hạn sử dụng	Lấy đúng hóa chất Sử dụng dung dịch DMAB còn trong thời gian sử dụng
3	Ống dung dịch mẫu thử chuyển màu	Dung dịch mẫu xử lý chưa đạt yêu cầu Lấy nhầm hóa chất Dung dịch DMAB hư hỏng, hết hạn sử dụng	Xử lý mẫu lại Lấy đúng hóa chất Sử dụng dung dịch DMAB còn trong thời gian sử dụng

4.4. Thực hiện phản ứng màu của urea tiêu chuẩn với DMAB

Phương pháp thực hiện phản ứng màu của urea tiêu chuẩn với DMAB

Dùng pipet lần lượt hút 5ml dung dịch urea tiêu chuẩn có nồng độ 0,1%; 0,25%; 0,5%; 0,75%; 1% cho vào các ống nghiệm. Thêm vào mỗi ống nghiệm 5ml dung dịch DMAB, lắc đều.

Quan sát màu của dung dịch trong các ống nghiệm: cường độ màu vàng chanh trong các ống nghiệm tăng dần theo nồng độ urea tiêu chuẩn trong ống.

Hóa chất

- Các dung dịch urea tiêu chuẩn có nồng độ 0,1%; 0,25%; 0,5%; 0,75%; 1%
- Dung dịch DMAB

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Hút dung dịch urea tiêu chuẩn vào ống nghiệm	Ống nghiệm Dây dung dịch urea tiêu chuẩn	Nồng độ urea tiêu chuẩn chính xác Hút chính xác 5ml Cẩn thận, không rơi vãi, dính trên thành ống nghiệm
2	Bổ sung dung dịch thuốc thử DMAB vào các ống nghiệm	Các ống nghiệm có urea tiêu chuẩn Dung dịch DMAB	Dung dịch DMAB đã pha loãng 10 lần từ dung dịch gốc ngay

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			trong cùng ngày Hút chính xác 5ml Cẩn thận, không rơi vãi, dính trên thành ống nghiệm
3	Quan sát màu dung dịch trong các ống nghiệm	Ống nghiệm chứa dung dịch DMAB và mẫu	Dung dịch trong các ống nghiệm trong suốt, cường độ màu tăng dần theo thứ tự Dây ống nghiệm chuẩn đảm bảo điều kiện nhiệt độ và thời gian quy định
5	Thực hiện làm ống mẫu trắng	Ống nghiệm Dung dịch DMAB Nước cất	Thay dung dịch urea bằng nước cất Tuân thủ theo quy định đối với mẫu trắng Làm song song với mẫu

Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác hút hóa chất phải nhẹ nhàng, cẩn thận, tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng.

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	Cường độ màu của dung dịch trong các ống nghiệm không hợp lý	Nhầm hóa chất, nồng độ	Tiến hành thực hiện lại Đánh mã số cho các ống nghiệm Sắp xếp đúng theo thứ tự
2	Ống dung dịch mẫu trắng chuyển màu	Lấy nhầm hóa chất Dung dịch DMAB hư hỏng, hết hạn sử dụng	Lấy đúng hóa chất Sử dụng dung dịch DMAB còn trong thời gian sử dụng
3	Ống dung dịch chuẩn không chuyển màu	Lấy nhầm hóa chất Dung dịch urea, DMAB hư	Lấy đúng hóa chất Sử dụng urea, dung dịch DMAB còn trong thời

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
		hỏng, hết hạn sử dụng	gian sử dụng

4.5. Đo độ hấp thụ quang học chất màu của urea và DMAB

Phương pháp đo độ hấp thụ quang học chất màu của urea và DMAB

Tiến hành đo độ hấp thụ quang học của hợp chất màu vàng chanh được tạo ra do phản ứng của urea trong mẫu với thuốc thử DMAB ở bước sóng 420nm. Cường độ của hợp chất màu càng đậm thì nồng độ urea trong mẫu càng cao. Tiến hành đo hiệu chỉnh với mẫu trắng.

Tiến hành đo độ hấp thụ quang học ở bước sóng 420nm của dãy hợp chất màu chuẩn đã chuẩn bị ở bước 5 và 6. Đo theo thứ tự nồng độ từ thấp đến cao.

Tiến hành đo ba lần với mỗi dung dịch hợp chất màu. Sau mỗi lần đo tráng rửa cuvet cẩn thận bằng nước cất và bằng dung dịch đo. Mỗi lần đo, hiệu chỉnh máy với nước cất.

Dụng cụ, thiết bị

- Máy đo quang phổ kèm theo máy vi tính và phần mềm điều khiển
- Cuvet
- Giấy mềm
- Nước cất

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	Máy đo quang phổ Máy vi tính và phần mềm điều khiển	Khởi động máy tính hoàn tất trước khi khởi động máy đo quang phổ Đề 15 phút để máy ổn định Không có cuvet trong máy khi khởi động Máy sẵn sàng hoạt động, không báo lỗi
2	Cài đặt chế độ đo, bước sóng	Máy đo quang phổ	Chính xác bước sóng 420nm Chế độ đo độ hấp thụ quang (A)
3	Kiểm tra máy với nước cất	Máy đo quang phổ Cuvet	Cho cuvet vào đúng khoang đo của cuvet Kiểm tra độ truyền

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		Nước cất	quang của nước cất, chỉnh máy T = 100% Kiểm tra độ hấp thụ quang của nước cất, chỉnh máy A = 0,000
4	Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu thử, mẫu trắng		
	1. Cho dung dịch mẫu thử/mẫu trắng vào cuvet đo	Dung dịch mẫu thử Dung dịch mẫu trắng Cuvet Máy đo quang phổ	Tráng cuvet bằng dung dịch cần đo Không có bọt khí trong cuvet Cuvet lau khô, đặt đúng vị trí vào khoang đo của máy
	2. Đo độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử/mẫu trắng	Dung dịch mẫu thử Dung dịch mẫu trắng Cuvet Máy đo quang phổ	Đo 3 lần Sau mỗi lần đo chỉnh máy với nước cất Tráng cuvet bằng nước cất ngay sau mỗi lần đo xong một dung dịch
	3. Ghi kết quả	Máy đo quang phổ Sổ ghi chép	Đọc, ghi chính xác Đọc, ghi giá trị đo ngay sau mỗi lần đo Tính giá trị trung bình của các lần đo Độ hấp thụ quang của mẫu là A_M Độ hấp thụ quang của mẫu trắng là A_T
5	Đo độ hấp thụ quang của dãy màu tiêu chuẩn		
	1. Cho dung dịch màu của dãy màu chuẩn vào cuvet đo	Dãy màu dung dịch tiêu chuẩn Cuvet Máy đo quang phổ	Tráng cuvet bằng dung dịch cần đo Không có bọt khí trong cuvet Cuvet lau khô, đặt đúng

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			vị trí vào khoang đo của máy
	2. Đo độ hấp thụ của dung dịch màu của dây màu chuẩn	Dây màu dung dịch tiêu chuẩn Cuvet Máy đo quang phổ	Đo 3 lần Sau mỗi lần đo chỉnh máy với nước cất
	3. Ghi kết quả	Máy so màu Sổ ghi chép	Đọc, ghi chính xác Đọc, ghi giá trị đo ngay sau mỗi lần đo Tính giá trị trung bình của các lần đo Độ hấp thụ của dây chuẩn là các giá trị A_1, A_2, A_3, A_4, A_5 (sau khi trừ đi độ hấp thụ của mẫu trắng A_T)

Các chú ý về an toàn lao động

- Không rơi vãi dịch đo.
- Cần thận tránh làm vỡ, trầy xước cuvet.
- Khi vận hành máy đo quang phổ phải chú ý đến an toàn điện, không để dây điện ướt, tay ướt chạm vào ổ điện, phích cắm điện.
- Tuân thủ theo đúng hướng dẫn vận hành máy đo quang phổ.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

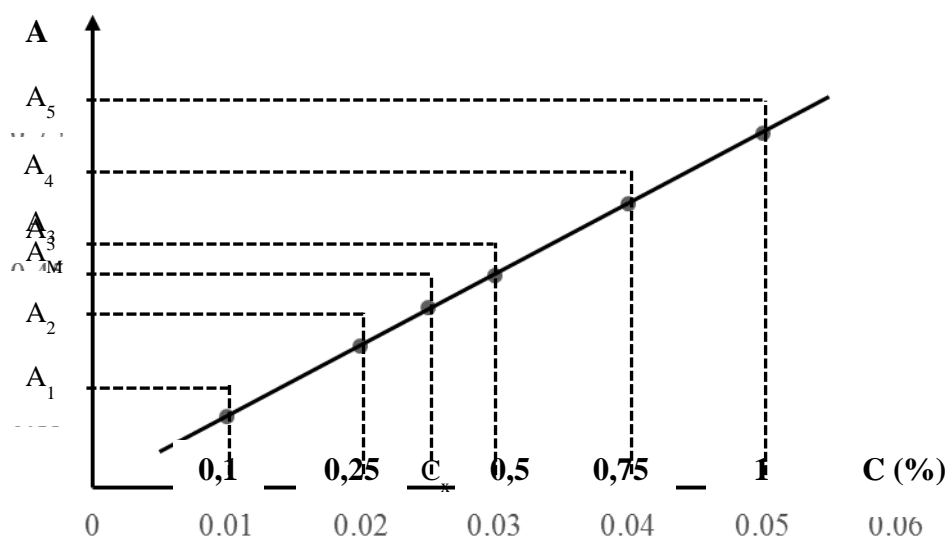
<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Máy đo quang phổ bị lỗi khi đo	Cuvet còn trong máy so màu khi khởi động	Phải kiểm tra khoang chứa cuvet trước khi khởi động
2	Độ hấp thụ thay đổi đáng kể giữa các lần đo	Dùng các cuvet khác nhau giữa các lần đo	Dùng một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

4.6. Dựng đồ thị đường chuẩn

Phương pháp dựng đường chuẩn

Vẽ đồ thị dựa vào mối tương quan giữa độ hấp thụ quang (A) và nồng độ dung dịch dye chuẩn (C) (nếu máy có phần mềm điều khiển dựng đường chuẩn thì không cần vẽ tay).

Độ hấp thụ của dye chuẩn là các giá trị được xác định là A_1, A_2, A_3, A_4, A_5 tương ứng với các nồng độ của dung dịch urea chuẩn là 0,1 ; 0,25 ; 0,5 ; 0,75 ; 1 (%). Ta vẽ đường chuẩn có dạng (Hình 10.1).



Hình 10.1. Đường chuẩn biểu thị sự phụ thuộc độ hấp thụ quang vào nồng độ

Dụng cụ

- Giấy ô ly (không cần nếu máy có phần mềm dựng đường chuẩn)
- Bút, thước

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Vẽ các trục	Giấy ô ly Bút Thước kẻ	Trục tung biểu thị độ hấp thụ quang (A) Trục hoành biểu thị nồng độ dung dịch dye chuẩn (C) Các trục được chia các khoảng cách, tỷ lệ tương ứng
2	Đặt các giá trị độ hấp thụ của dye chuẩn tương ứng A_1, A_2, A_3, A_4, A_5 lên trục	Giấy ô ly Bút Thước kẻ	Các giá trị A_1, A_2, A_3, A_4, A_5 đã được tính trừ giá trị A_T Các giá trị $A_1, A_2, A_3,$

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
	tung (A)		A ₄ , A ₅ phải được đặt tương ứng với khoảng cách trên trục tung (A)
3	Đặt các giá trị nồng độ dung dịch urea chuẩn tương ứng với các nồng độ 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1 (%) lên trục hoành (C)	Giấy ô ly Bút Thước kẻ	Các giá trị nồng độ 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1 (%) phải được đặt tương ứng với khoảng cách trên trục hoành (C)
4	Xác định các điểm tương ứng A với C	Giấy ô ly Bút Thước kẻ	Các điểm được xác định tương ứng chính xác A ₁ với 0,1; A ₂ với 0,25; A ₃ với 0,5; A ₄ với 0,75; A ₅ với 1
5	Vẽ đường chuẩn	Giấy ô ly Bút Thước kẻ	Đường chuẩn được dựng nằm giữa các điểm Đường chuẩn có dạng tuyến tính, chính xác

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	Đường chuẩn không chính xác	Khoảng cách các giá trị trên các trục không tương ứng Đường chuẩn không nằm giữa các điểm	Vẽ các khoảng cách các giá trị trên các trục tương ứng Dựng đường chuẩn nằm giữa các điểm
2	Đường chuẩn không tuyến tính	Các giá trị đo không hợp lý, tăng giảm không đều	Xem xét các giá trị đo, loại bỏ các giá trị đo không phù hợp Đo lại

5. Tính kết quả

5.1. Phương pháp tính kết quả

Từ giá trị độ hấp thụ của dung dịch mẫu là A_M, ta xác định nồng độ urea của dung dịch mẫu thử C_x (%) trên đường chuẩn.

Công thức tính kết quả:

Hàm lượng urea có trong mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng, được tính bằng công thức sau:

$$X = \frac{C_x}{20 \cdot m}$$

Trong đó:

C_x - Lượng urea của có trong dung dịch lọc của mẫu thử được xác định từ đường chuẩn, %

m – Khối lượng mẫu, g

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	Xác định hàm lượng urea của dung dịch mẫu thử dựa vào đường chuẩn	Giấy ô ly Bút Thước kẻ	Đặt đúng giá trị độ hấp thụ của mẫu thử A_M lên trục tung Xác định chính xác hàm lượng urea của dung dịch mẫu thử (C_x) trên đường chuẩn
2	Tính kết quả hàm lượng urea của mẫu	Máy tính cá nhân Công thức tính kết quả	Đúng công thức Tính chính xác kết quả

6. 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	Xác định hàm lượng urea của dung dịch mẫu thử dựa vào đường chuẩn không chính xác	Khoảng cách các giá trị trên các trục không tương ứng Không chính xác tỷ lệ	Vẽ khoảng cách các giá trị trên các trục tương ứng Chính xác về tỷ lệ
2	Nhầm kết quả	Ghi nhầm kết quả	Ghi chép kết quả cẩn thận
3	Tính kết quả sai	Áp dụng/Tính nhầm công thức	Kiểm tra lại công thức, kết quả tính và đối chiếu với tài liệu kỹ thuật
4	Mẫu không đảm bảo yêu cầu phân tích	Mẫu không đồng nhất Mẫu không được xay	Đồng nhất mẫu Xay nhuyễn mẫu thử

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
		nhuyễn Mẫu rơi vãi, dính thành bình	Cẩn thận
5	Cân (hút) sai khối lượng/thể tích mẫu	Đọc nhầm Cân không trừ bì	Đọc đúng, thực hiện lại Cân bình, trừ bì trước khi cân mẫu
6	Cân nhảy liên tục, không ổn định	Do hư hỏng Do vận hành không đúng quy trình	Kiểm tra kỹ tình trạng thiết bị, sửa chữa Tắt cân, khởi động lại Kiểm tra tình trạng phòng (gió lùa, mở quạt) Vận hành đúng theo hướng dẫn
7	Dung dịch lọc mẫu thử không đảm bảo yêu cầu phân tích	Hút thể tích không chính xác Lượng hóa chất loại gây nhiễu không đầy đủ, thiếu lượng quy định Không định mức trước khi lọc	Đọc kỹ tài liệu hướng dẫn và thực hiện đầy đủ
8	Dịch lọc mẫu không trong suốt, bị đục/có màu	Bước loại chất gây nhiễu thực hiện không đúng kỹ thuật	Làm lại, tăng lượng than hoạt tính Lọc kỹ
9	Không có mẫu trắng đối chứng	Không thực hiện	Làm mẫu đối chứng song song với mẫu thử
10	Dung dịch trong ống nghiệm đục	Xử lý mẫu chưa đạt yêu cầu	Tiến hành xử lý mẫu lại
11	Ống dung dịch mẫu trắng chuyển màu	Lấy nhầm hóa chất Dung dịch DMAB hư hỏng, hết hạn sử dụng	Lấy đúng hóa chất Sử dụng dung dịch DMAB còn trong thời gian sử dụng
12	Ống dung dịch mẫu	Dung dịch mẫu xử lý chưa	Xử lý mẫu lại

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
	thử chuyển màu	đạt yêu cầu Lấy nhầm hóa chất Dung dịch DMAB hư hỏng, hết hạn sử dụng	Lấy đúng hóa chất Sử dụng dung dịch DMAB còn trong thời gian sử dụng
13	Cường độ màu của dung dịch trong các ống nghiệm không hợp lý	Nhầm hóa chất, nồng độ	Tiến hành thực hiện lại Đánh mã số cho các ống nghiệm Sắp xếp đúng theo thứ tự
14	Ống dung dịch mẫu trắng chuyển màu	Lấy nhầm hóa chất Dung dịch DMAB hư hỏng, hết hạn sử dụng	Lấy đúng hóa chất Sử dụng dung dịch DMAB còn trong thời gian sử dụng
15	Ống dung dịch chuẩn không chuyển màu	Lấy nhầm hóa chất Dung dịch urea, DMAB hư hỏng, hết hạn sử dụng	Lấy đúng hóa chất Sử dụng urea, dung dịch DMAB còn trong thời gian sử dụng
16	Máy đo quang phổ bị lỗi khi đo	Cuvet còn trong máy so màu khi khởi động	Phải kiểm tra khoang chứa cuvet trước khi khởi động
17	Độ hấp thụ thay đổi đáng kể giữa các lần đo	Dùng các cuvet khác nhau giữa các lần đo	Dùng một cuvet cho các lần đo
18	Độ hấp thụ giảm dần	Cuvet có bọt khí	Dùng pipet cho mẫu nhẹ nhàng vào cuvet, tránh tạo bọt khí
19	Đường chuẩn không chính xác	Khoảng cách các giá trị trên các trục không tương ứng Đường chuẩn không nằm giữa các điểm	Vẽ các hoành cách các giá trị trên các trục tương ứng Dùng đường chuẩn nằm giữa các điểm
20	Đường chuẩn không tuyến tính	Các giá trị đo không hợp lý, tăng giảm không đều	Xem xét các giá trị đo, loại bỏ các giá trị đo

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
			không phù hợp Đo lại

BÀI 11: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG HÀN THE

Mục tiêu:

- Trình bày được nguyên tắc, qui trình tiến hành xác định hàm lượng hàn the;
- Lựa chọn đúng thiết bị, dụng cụ và hóa chất cần dùng;
- Thực hiện được các bước xác định hàm lượng hàn the theo đúng tiêu chuẩn, trình tự, đảm bảo an toàn và chính xác;
- Phát hiện được các nguyên nhân làm sai lệch kết quả phân tích và khắc phục kịp thời;
- Tính toán và biểu diễn đúng kết quả;
- Rèn luyện tính cẩn thận, tỉ mỉ, ý thức bảo vệ dụng cụ, trang thiết bị, giữ vệ sinh trong phòng kiểm nghiệm;
- Tuân thủ các qui tắc đảm bảo an toàn lao động trong phòng kiểm nghiệm.

1. Nguyên tắc xác định hàm lượng hàn the

Trong sản xuất và chế biến thực phẩm, hàn the (borat) được cho vào để giúp cho thực phẩm có độ cứng, giòn, dai cần thiết nhưng lại rất độc hại, gây nên những nguy hại rất nghiêm trọng cho sức khỏe của người sử dụng. Do vậy, chỉ cần định tính borat, nếu phát hiện có borat trong sản phẩm thì sản phẩm đó được coi là không đủ tiêu chuẩn làm thực phẩm.

Việc xác định borat dựa trên nguyên tắc: Mẫu thực phẩm được acid hóa bằng HCl, sau đó đem đun nóng trên nồi cách thủy. Acid boric (H_3BO_3) hoặc natri borat ($Na_2B_4O_7$) được phát hiện bằng giấy nghệ với sự chuyển màu từ màu vàng sang màu đỏ cam của giấy nghệ.

Khẳng định định tính bằng cách thử giấy nghệ này sẽ chuyển sang màu xanh đậm trong môi trường kiềm và chuyển lại sang màu đỏ hồng trong môi trường acid.

Bán định lượng borat bằng phương pháp so màu giấy nghệ phản ứng với mẫu thử với dãy màu tiêu chuẩn thể hiện trên loạt các giấy nghệ tẩm dung dịch H_3BO_3 tiêu chuẩn. Quan sát và nhận biết sự tương đồng màu sắc trên giấy mẫu thử và dãy mẫu chuẩn để tính kết quả

2. Chuẩn bị dụng cụ, máy móc

2.1. Các dụng cụ, máy móc

Các dụng cụ và thiết bị dùng trong phương pháp phân tích xác định borat phải có thiết kế phù hợp, đảm bảo độ chính xác.

- Cân phân tích (sai số không lớn hơn 0,001g)
- Cối chày sứ
- Đũa, phễu thủy tinh
- Dao, kéo, nhíp sắt
- Bếp đun
- Cốc thủy tinh, ống đong
- Ống nghiệm, mặt kính đồng hồ

- Pipet, bình tam giác.

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	Chuẩn bị dụng cụ	Cốc thủy tinh, ống đong Đũa, phễu thủy tinh Dao, kéo, nhíp sắt Cối chà sứ Ống nghiệm, mặt kính đồng hồ Pipet, bình tam giác	Đúng thông số kỹ thuật theo yêu cầu Đúng chủng loại, đầy đủ
2	Chuẩn bị thiết bị	Cân phân tích Bếp đun	Đúng thông số kỹ thuật theo yêu cầu Đúng chủng loại
3	Kiểm tra thiết bị, dụng cụ	Cốc thủy tinh, ống đong Đũa, phễu thủy tinh Dao, kéo, nhíp sắt Cối chà sứ Pipet, bình tam giác Ống nghiệm, mặt kính đồng hồ Cân phân tích Bếp đun	Sạch sẽ, không là nguồn lây nhiễm vào mẫu Trong tình trạng sử dụng/hoạt động tốt Không bị nứt vỡ, hư hỏng

2.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác kiểm tra phải nhẹ nhàng, chính xác, cẩn thận, tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng.

- Để riêng rẽ các loại dụng cụ theo từng chủng loại.

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	Bể vỡ dụng cụ	Đề chung, lẫn loại dụng cụ	Xếp đặt dụng cụ riêng biệt theo từng chủng loại
2	Bếp đun không hoạt động	Do hư hỏng	Kiểm tra kỹ tình trạng

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
		Do vận hành không đúng quy trình	thiết bị, sửa chữa Vận hành đúng theo hướng dẫn
3	Cân bị lỗi, không hoạt động	Do hư hỏng Do vận hành không đúng quy trình	Kiểm tra kỹ tình trạng thiết bị, sửa chữa Tắt máy, khởi động lại, vận hành đúng theo hướng dẫn
4	Cân bị lệch, cân không chính xác	Do vận hành không đúng quy trình Do không bảo dưỡng/hiệu chuẩn cân định kỳ	Vận hành đúng theo hướng dẫn Do không bảo dưỡng/hiệu chuẩn cân định kỳ

3. Chuẩn bị hóa chất

3.1. Phương pháp chuẩn bị hóa chất

Các dung dịch hóa chất, nguyên vật liệu cần chuẩn bị:

- Dung dịch HCl 36%
- Dung dịch H₃BO₃ 1%
- Dung dịch NH₄OH đậm đặc
- Ethanol 80%
- Nước cất
- Bột nghệ (nghệ tươi)
- Giấy lọc
- Sợi len lông cừu
- Giấy đo pH



Hình 11.1. Bột nghệ

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	Kiểm tra hóa chất	HCl 36% H ₃ BO ₃ 1% NH ₄ OH đậm đặc Ethanol 80%	Đúng chủng loại, đầy đủ Còn nguyên bao gói, nhãn Tinh khiết, trong tình trạng được bảo quản tốt Còn trong thời hạn sử dụng
2	Cân (đong) hóa chất	Cân phân tích Pipet Cốc thủy tinh Các hóa chất	Chính xác theo yêu cầu Đúng trình tự thao tác Đảm bảo an toàn
3	Hòa tan hóa chất	Nước cất Đũa thủy tinh Cốc thủy tinh Bếp đun Các hóa chất	Hóa chất hòa tan hoàn toàn, đồng nhất Đúng theo trình tự yêu cầu hòa tan hóa chất
4	Định mức đến vạch	Nước cất Đũa thủy tinh Cốc thủy tinh Phễu Pipet Các hóa chất	Chuyển hết dung dịch vào bình định mức Tráng rửa cốc, đũa nhiều lần bằng nước cất Định mức chính xác đến vạch
5	Kiểm tra nồng độ hóa chất	Các dung dịch hóa chất Các hóa chất chuẩn kiểm tra nồng độ	Nồng độ chính xác theo yêu cầu
6	Bảo quản hóa chất	Các dung dịch hóa chất Bình đựng hóa chất	Đúng bình đựng theo yêu cầu

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			Điều kiện bảo quản đúng theo yêu cầu Đầy đủ thông tin trên nhãn

3.3. Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác cân (đong), pha chế phải nhẹ nhàng, chính xác, cẩn thận, tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng về an toàn hóa học.

- Thực hiện đầy đủ các bước về an toàn lao động, mặc đồ bảo hộ khi kiểm tra, pha chế hóa chất.

- Cẩn thận khi tiếp xúc với dung dịch acid đậm đặc HCl

- Để riêng biệt các loại hóa chất theo từng chủng loại, từng điều kiện bảo quản.

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	Hóa chất pha chế không đảm bảo điều kiện phân tích	Hóa chất bị hư hỏng, hết hạn sử dụng Không có bao bì/rách bao bì	Kiểm tra kỹ tình trạng của hóa chất trước khi pha chế Loại bỏ/không sử dụng những hóa chất không đảm bảo yêu cầu
2	Dung dịch hóa chất pha không đúng nồng độ	Do không tuân thủ, thực hiện theo đúng hướng dẫn	Tuân thủ theo đúng hướng dẫn Kiểm tra nồng độ hóa chất trước khi sử dụng
3	Hóa chất bị hư hỏng trong quá trình bảo quản, sử dụng	Điều kiện bảo quản hóa chất không đúng theo hướng dẫn (màu bình đựng, ánh sáng..) Thao tác sử dụng hóa chất không đảm bảo	Bảo quản hóa chất đúng theo hướng dẫn Tuân thủ đúng theo yêu cầu khi sử dụng hóa chất phân tích

4. Các bước tiến hành

4.1. Chuẩn bị giấy nghệ

Phương pháp chuẩn bị giấy nghệ

Cân từ 1,5 – 2g bột nghệ, cho vào bình tam giác 250ml, bổ sung thêm 100ml ethanol 80%. Lắc mạnh trong 5 phút rồi lọc qua giấy lọc. Nhúng giấy lọc vào dịch lọc cho thấm đều.

Lấy giấy lọc ra và để khô ở nhiệt độ phòng, sau 1 giờ cắt nhỏ thành những dải giấy có kích thước 1 x 6cm.

Bảo quản giấy nghệ trong lọ kín, tránh ánh sáng và ẩm, khí CO₂, SO₃, NH₃, NO...

Có thể sử dụng giấy nghệ được làm từ nghệ tươi. Sử dụng giấy nghệ trong vòng 10 ngày sau khi chuẩn bị.

Dụng cụ, thiết bị:

- Ống đong, phễu lọc
- Bình tam giác, cốc thủy tinh
- Kéo, giấy lọc
- Cân phân tích

Hóa chất:

- Bột nghệ
- Ethanol 80%

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 dung dịch nghệ	Bột nghệ Ethanol 80% Bình tam giác 250ml Cân phân tích	Cân, đong đúng khối lượng yêu cầu Lắc kỹ, mạnh trước khi lọc
2	Nhúng giấy lọc vào dung dịch nghệ	Cốc thủy tinh Dung dịch nghệ Giấy lọc	Cẩn thận, nhẹ nhàng Giấy lọc thấm đều nghệ
3	Làm khô giấy nghệ	Giấy nghệ	Khô hoàn toàn
4	Cắt nhỏ giấy nghệ	Giấy nghệ Kéo	Đồng đều, đúng kích thước yêu cầu
5	Bảo quản giấy nghệ	Giấy nghệ	Trong lọ kín, tránh ánh sáng, ẩm, khí... Sử dụng trong vòng 10 ngày

Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác cân, đong hóa chất phải nhẹ nhàng, chính xác, cẩn thận, tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng về an toàn hóa học.

- Bảo quản giấy nghệ trong điều kiện an toàn

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	Giấy nghệ hết hạn sử dụng	Quá thời gian 10 ngày kể từ khi chuẩn bị	Sử dụng giấy nghệ trong thời hạn cho phép Ghi chép cẩn thận thời gian chuẩn bị giấy
2	Giấy nghệ không đảm bảo yêu cầu phân tích	Được bảo quản trong điều kiện không an toàn Màu vàng trên giấy nghệ không đều màu	Bảo quản giấy nghệ trong điều kiện theo quy định Nhúng giấy nhẹ nhàng, dung dịch thấm đều trên giấy

4.2. Chuẩn bị mẫu

Phương pháp chuẩn bị mẫu

Nghiền nhỏ mẫu thử trong cối chày sứ, cân mẫu thử đúng theo khối lượng quy định ($25 \pm 0,001g$) trong cốc thủy tinh. Bổ sung 50ml nước cất để mẫu thử dạng rắn hoặc bán rắn chuyển sang dung dịch lỏng. Đun từ từ bình mẫu thử trên bếp điện cho đến khi dung dịch trong bình sôi. Chú ý dùng đũa thủy tinh khuấy đảo nhẹ dịch mẫu trong khi đun. Đậy kín cốc bằng mặt kính đồng hồ. Lấy ra để nguội, lọc dịch qua giấy lọc.

Nếu mẫu thử có chứa chất béo thì làm lạnh dịch lỏng bằng nước đá hoặc để trong tủ lạnh rồi tiến hành gạn bỏ lớp chất béo đã đông đặc lại.

Nếu mẫu thử có màu thì cho sợi len lông cừu vào dịch lọc để khử màu.

Tiến hành acid hóa dịch mẫu bằng dung dịch HCl đậm đặc đến pH = 5. Kiểm tra bằng giấy đo pH.

Dụng cụ, thiết bị:

- Cối chày sứ
- Cốc thủy tinh
- Ống đong, đũa thủy tinh, mặt kính đồng hồ
- Bếp đun
- Phễu lọc
- Cân phân tích

Nguyên vật liệu:

- Mẫu thử
- Nước cất
- Dung dịch HCl 36%
- Sợi len lông cừu
- Giấy đo pH

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	Nghiên nhỏ mẫu	Dao, kéo Cối chà sứ Mẫu thử	Mẫu đồng nhất Mẫu nát nhuyễn phù hợp cho việc chiết xuất borat theo yêu cầu
2	Cân mẫu	Cân phân tích Cốc thủy tinh	Đúng khối lượng theo quy định Không rơi vãi, dính trên thành cốc Vận hành cân theo đúng hướng dẫn Đọc giá trị cân khi cân ổn định
3	Đun mẫu	Cốc mẫu thử Bếp đun Đũa thủy tinh Nước cất	Bổ sung lượng nước phù hợp thành dạng dịch lỏng Đun nhẹ, khuấy đều Đảm bảo thời gian quy định
4	Làm nguội – lọc mẫu	Cốc mẫu thử Phễu lọc	Làm nguội trước khi lọc Dịch lọc không còn lẫn cặn mẫu Dịch lọc đã được xử lý chất béo, màu
5	Acid hóa mẫu	Dịch lọc mẫu thử HCl 36% Pipet	Hút chính xác lượng acid HCl theo tỷ lệ quy định

<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 bằng giấy pH Đảm bảo dịch mẫu có pH theo yêu cầu
6	Làm mẫu trắng	Dịch lọc mẫu thử HCl 36% Pipet, phễu lọc Bếp đun	Tuân thủ theo quy định đối với mẫu trắng Làm song song với mẫu

Các chú ý về an toàn lao động

- Vận hành cân phân tích, bếp đun tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng.
- Cần thận khi tiếp xúc với dung dịch acid đậm đặc HCl.

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	Mẫu không đảm bảo yêu cầu phân tích	Mẫu không đồng nhất Mẫu không được xay nhuyễn Mẫu rơi vãi, dính thành cục Mẫu còn chất béo/màu Mẫu không được acid hóa	Đồng nhất mẫu Xay nhuyễn mẫu thử Cẩn thận Xử lý chất béo/màu Acid hóa mẫu, kiểm tra bằng giấy đo pH
2	Cân sai khối lượng mẫu	Đọc nhầm khối lượng cân Cân không trừ bì (cốc cân)	Đọc đúng, cân lại Cân cốc, trừ bì trước khi cân mẫu
3	Cân nhảy liên tục, không ổn định	Do hư hỏng Do vận hành không đúng quy trình	Kiểm tra kỹ tình trạng thiết bị, sửa chữa Tắt cân, khởi động lại Kiểm tra tình trạng phòng (gió lùa, mở quạt) Vận hành đúng theo hướng dẫn

4.3. Thử với giấy nghệ

Phương pháp thử với giấy nghệ

Nhúng dải giấy nghệ vào dịch lọc mẫu thử đã được acid hóa sao cho dịch lọc thấm đều lên ½ giấy. Lấy giấy ra để khô tự nhiên. Tiến hành đọc kết quả sau 1 giờ nhưng không quá 2 giờ.

Quan sát màu trên giấy nghệ. Nếu màu của giấy nghệ chuyển từ màu vàng sang màu đỏ cam thì tiếp tục hơ giấy nghệ trên miệng lọ NH_4OH , quan sát màu. Sau đó, tiếp tục hơ giấy nghệ trên miệng lọ HCl , quan sát và ghi nhận màu chuyển trên giấy nghệ.

Dụng cụ, nguyên vật liệu:

- Nhíp sắt
- Giấy nghệ
- Dịch lọc mẫu

Hóa chất:

- Dung dịch NH_4OH
- Dung dịch HCl đậm đặc

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	Nhúng giấy nghệ vào dịch lọc mẫu	Dịch lọc mẫu đã acid hóa Giấy nghệ Nhíp sắt	Dịch lọc thấm đều trên ½ giấy nghệ Nhẹ nhàng, cẩn thận
2	Làm khô giấy nghệ	Giấy nghệ đã nhúng vào dịch lọc mẫu thử	Làm khô tự nhiên Tránh roi, bay mất giấy Canh đủ thời gian yêu cầu Giấy nghệ khô hoàn toàn
3	Quan sát màu chuyển trên giấy nghệ	Giấy nghệ đã phản ứng với mẫu thử	Quan sát với giấy nghệ đã khô hoàn toàn Nhận biết và nhìn màu chính xác
4	Thực hiện phép thử khẳng định	Giấy nghệ đã phản ứng với mẫu thử Dung dịch NH_4OH	Thực hiện đối với giấy nghệ có màu đỏ cam Thử nghiệm lần lượt theo thứ tự quy định

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
		HCl đậm đặc	Quan sát, ghi nhận chính xác màu chuyển trên giấy nghệ qua các thử nghiệm
5	Làm mẫu trắng	Giấy nghệ đã phản ứng với mẫu trắng Dung dịch NH ₄ OH HCl đậm đặc	Làm song song, đồng thời với mẫu Đảm bảo các yêu cầu như mẫu thử

Các chú ý về an toàn lao động

- Thao tác làm khô, hơ giấy lên miệng lọ hóa chất phải nhẹ nhàng, cẩn thận.
- Cẩn thận khi tiếp xúc với dung dịch acid đậm đặc HCl.

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	Giấy nghệ bị rơi vãi/ mất	Đặt để làm khô giấy nghệ không đúng quy định	Giữ gìn giấy cẩn thận trong khi làm khô
2	Nhận biết, quan sát màu chuyển của giấy nghệ không chính xác	Dịch mẫu thử không thấm đều trên ½ giấy nghệ Quan sát khi giấy nghệ chưa khô hoàn toàn Không nắm kỹ dấu hiệu chuyển màu của giấy nghệ	Nhúng cẩn thận, nhẹ nhàng, dịch thấm đều trên giấy Quan sát khi giấy đã khô hoàn toàn Đọc kỹ tài liệu kỹ thuật hướng dẫn
3	Hiện tượng của phép thử khẳng định không đúng theo hướng dẫn	Thực hiện phép thử khẳng định đối với các mẫu thử âm tính với borat Không tuân thủ theo đúng trình tự thực hiện với hóa chất Quan sát, ghi nhận nhầm màu chuyển giữa các lần thử	Không thực hiện đối với mẫu âm tính Thực hiện đúng theo trình tự thử với các hóa chất Quan sát, ghi nhận chính xác màu chuyển giữa các lần thử

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
4	Không có mẫu trắng đối chứng	Không thực hiện	Làm mẫu đối chứng song song với mẫu thử

4.4. Đánh giá kết quả định tính

Phương pháp đánh giá kết quả định tính

Mẫu thử có chứa borat sẽ làm màu của giấy nghệ chuyển từ màu vàng sang màu đỏ cam. Khi hơi giấy nghệ trên miệng lọ NH_4OH thì màu cam sẽ chuyển sang màu xanh đậm. Tiếp tục hơi giấy nghệ trên miệng lọ HCl thì từ màu xanh sẽ chuyển sang màu đỏ hồng.



Hình 11.2. Màu chuyển của giấy nghệ khi có borat

Mẫu trắng: giấy nghệ không có màu đỏ cam.

Nếu mẫu thử giấy nghệ có các bước màu chuyển đúng theo trình tự trên, kết luận: mẫu thử dương tính (có borat). Tiếp tục thực hiện sang bước bán định lượng borat có trong mẫu.

Nếu mẫu thử giấy nghệ vẫn giữ nguyên màu vàng, và không phản ứng với các hóa chất thử nghiệm khẳng định, kết luận: mẫu thử âm tính (không có borat). Không cần tiếp tục thực hiện bước bán định lượng borat có trong mẫu.

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	Ghi nhận các bước chuyển màu của giấy nghệ	Giấy nghệ Bảng ghi kết quả thực hiện	Chính xác màu sắc của giấy nghệ Cẩn thận, không nhầm lẫn giữa các mẫu
2	So sánh kết quả ghi nhận và hướng dẫn	Bảng ghi kết quả Tài liệu kỹ thuật	Cẩn thận

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
	của tài liệu kỹ thuật		
3	Kết luận về mẫu	Bảng ghi kết quả Tài liệu kỹ thuật	Chính xác theo quy định

Các chú ý về an toàn lao động

- Ghi chép kết quả cẩn thận, chính xác, không nhầm lẫn.
- Đối chiếu kết quả, kết luận chính xác.

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	Nhìn màu không chính xác	Không cẩn thận Không phân biệt các màu theo quy định	Đọc kỹ và thực hiện theo đúng yêu cầu
2	Đánh giá sai về kết quả	Nhìn màu không chính xác Nhầm lẫn giữa các mẫu thử	Nhìn màu cẩn thận, chính xác Ghi ký hiệu trên các cốc mẫu Đọc và ghi kết quả ngay

4.5. Chuẩn bị dãy dung dịch tiêu chuẩn

Phương pháp chuẩn bị dãy dung dịch tiêu chuẩn

Dùng pipet lấy lần lượt 0,00; 0,10; 0,20; 0,50; 0,75; 1,00; 2,50 và 5,00ml dung dịch acid boric chuẩn (H_3BO_3) 1% cho vào các ống nghiệm dung tích 15ml. Pha loãng dung dịch bằng nước cất trong mỗi ống nghiệm đến thể tích 10ml.

Bổ sung thêm vào mỗi ống nghiệm 0,7ml dung dịch HCl. Đậy nút ống nghiệm để tránh bay hơi.

Dung dịch màu chuẩn đã pha được sử dụng trong vòng 6 tháng khi bảo quản kín trong ống nghiệm kể từ ngày pha.

Riêng một ống nghiệm thực hiện với 0,00ml H_3BO_3 1%, 0ml nước cất và 10ml dịch lọc mẫu thử, 0,1ml dung dịch HCl 36%.

Bảng 5.1. Lượng các hóa chất cho vào các ống nghiệm tiến hành phản ứng lên màu

<i>Hóa chất</i> \ <i>Ống số</i>	1	2	3	4	5	6	7	8	9
H ₃ BO ₃ 1% (ml)	0,0	0,1	0,2	0,5	0,75	1,0	2,5	5,0	0,0
Nước cất (ml)	10,0	9,9	9,8	9,5	9,25	9,0	7,5	5,0	0,0
Hàm lượng H ₃ BO ₃ (g/10ml dãy chuẩn)	0,0	1,0	2,0	5,0	7,5	10,0	25,0	50,0	0,0
Dung dịch mẫu thử (ml)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	10,0
HCl 36%	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
Nồng độ % H ₃ BO ₃ trong mẫu thử	0,00	0,02	0,04	0,10	0,15	0,2	0,5	1,0	...

Dụng cụ:

- Pipet
- Ống nghiệm 15ml có nút đậy kín

Hóa chất:

- Dung dịch H₃BO₃ 1%
- Nước cất
- Dung dịch HCl 36%

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	Dán số thứ tự trên các ống nghiệm	Ống nghiệm	Đầy đủ trên các ống nghiệm từ 1 đến 9
2	Hút dung dịch H ₃ BO ₃ 1% vào các ống nghiệm	Các ống nghiệm đã được dán mã số từ 1 đến 8 Dung dịch H ₃ BO ₃ 1% Pipet	Chính xác thể tích dung dịch H ₃ BO ₃ 1% cho từng ống nghiệm theo quy định Cẩn thận, không rơi vãi Chỉ thực hiện với các ống nghiệm có mã số từ 1 đến 8

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
3	Bổ sung nước cất vào các ống nghiệm	Các ống nghiệm đã được dán mã số từ 1 đến 8 có dung dịch H ₃ BO ₃ 1% Pipet Nước cất	Chính xác thể tích cho từng ống theo quy định Không rơi vãi Chỉ thực hiện với các ống nghiệm có mã số từ 1 đến 8
4	Cho dịch lọc mẫu vào ống nghiệm	Ống nghiệm đã được dán mã số 9 Dung dịch lọc mẫu chuẩn bị ở bước 5 (không thực hiện acid hóa) Pipet	Chính xác thể tích dung dịch lọc mẫu theo quy định Cẩn thận, không rơi vãi Chỉ thực hiện với ống nghiệm số 9
5	Bổ sung dung dịch HCl	Các ống nghiệm đã được dán mã số từ 1 đến 9 Pipet Dung dịch HCl 36%	Chính xác thể tích theo quy định Cẩn thận, không rơi vãi Thực hiện với tất cả các ống nghiệm

Các chú ý về an toàn lao động

- Chú ý đảm bảo an toàn khi thao tác với dung dịch HCl đậm đặc (mang găng tay, khẩu trang khi lấy hóa chất)

- Không rơi vãi hóa chất, cẩn thận.

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	Lượng hóa chất/nước cất/dịch mẫu/dung dịch HCl không đúng theo quy định	Lấy sai thể tích quy định Bị rơi vãi Nhầm lẫn giữa các ống nghiệm	Lấy chính xác theo quy định Cẩn thận, không rơi vãi Đọc kỹ tài liệu và thực hiện cẩn thận

4.6. Thực hiện phản ứng lên màu của dung dịch tiêu chuẩn với giấy nghệ

Phương pháp thực hiện phản ứng lên màu của dung dịch tiêu chuẩn với giấy nghệ

Đánh mã số từ 1 đến 9 vào một đầu của giấy nghệ.

Dùng nhíp sắt kẹp giấy nghệ mã số 1, nhúng một đầu giấy vào ống nghiệm mã số 1 sao cho dung dịch thấm đều lên $\frac{1}{2}$ chiều dài giấy (thực hiện với đầu giấy nghệ không có đánh mã số). Thực hiện lần lượt tương tự như trên với các giấy nghệ có mã số từ 2 đến 9 với các ống nghiệm tương ứng có cùng mã số.

Làm khô tự nhiên giấy nghệ trong không khí.

Dụng cụ:

- Nhíp sắt
- Giấy nghệ (số lượng 9 tờ)
- Ống nghiệm có mã số từ 1 đến 9 đã được chuẩn bị ở bước 8

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	Đánh mã số thứ tự trên các giấy nghệ	Giấy nghệ	Đầy đủ trên các giấy từ 1 đến 9
2	Nhúng giấy nghệ 1 vào ống nghiệm 1	Ống nghiệm mã số 1 Giấy nghệ mã số 1 Nhíp sắt	Đúng mã số giấy nghệ và ống nghiệm Nhúng cẩn thận, không rơi giấy Dịch thấm đều trên $\frac{1}{2}$ giấy nghệ Thực hiện nhúng với đầu giấy không có đánh mã Chỉ thực hiện với giấy nghệ và ống nghiệm có mã số 1
3	Thực hiện nhúng tương tự với giấy nghệ 2 đến 9 vào ống nghiệm tương ứng từ 2 đến 9	Ống nghiệm mã số 2 đến 9 Giấy nghệ mã số 2 đến 9 Nhíp sắt	Đúng mã số giấy nghệ và ống nghiệm Nhúng cẩn thận, không rơi giấy Dịch thấm đều trên $\frac{1}{2}$ giấy nghệ Thực hiện nhúng với đầu giấy không có đánh mã Chỉ thực hiện với giấy nghệ và ống nghiệm có

<i>STT</i>	<i>Tên các thao tác</i>	<i>Dụng cụ, thiết bị, vật tư</i>	<i>Yêu cầu kỹ thuật</i>
			mã số từ 2 đến 9
4	Làm khô giấy nghệ	Giấy nghệ đã nhúng vào dịch trong các ống nghiệm từ 1 đến 9	Làm khô tự nhiên Tránh rơi, bay mất giấy Canh đủ thời gian yêu cầu Giấy nghệ khô hoàn toàn

Các chú ý về an toàn lao động

- Không rơi vãi/ mất giấy nghệ trong khi làm khô.

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	Nhúng nhầm giấy nghệ vào ống nghiệm khác mã số	Không đọc kỹ hướng dẫn thao tác Giấy nghệ không đánh mã số	Đọc kỹ tài liệu và thực hiện cẩn thận Đánh mã số cho giấy nghệ

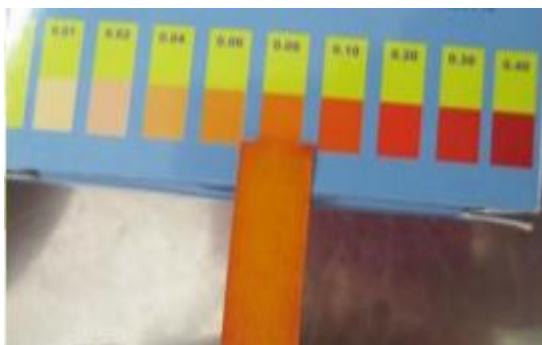
4.7. Đọc kết quả

Phương pháp đọc kết quả

Đặt dài giấy nghệ có mã số liên tiếp nhau theo thứ tự tăng dần từ 1 đến 8. Quan sát và so sánh cường độ màu của giấy nghệ của mẫu thử (số 9) với các mảnh giấy nghệ trong dãy chuẩn (số 1 đến số 8).

Nhận biết và kết luận sự tương đồng về cường độ màu trên giấy số 9 với một trong số các giấy nghệ (từ số 1 đến số 8) trong dãy chuẩn.

Sử dụng các dãy giấy nghệ chuẩn mới cho mỗi mẫu thử riêng biệt. Nếu màu của giấy mẫu thử (số 9) nằm ngoài màu của dãy giấy chuẩn thì tiến hành thực hiện lại với dịch lọc được pha loãng.



Hình 11.3. So sánh màu giấy mẫu thử với dãy giấy màu chuẩn

Trình tự thao tác

STT	Tên các thao tác	Dụng cụ, thiết bị, vật tư	Yêu cầu kỹ thuật
1	Xếp đặt vị trí dãy giấy nghệ chuẩn	Giấy nghệ từ số 1 đến số 8	Xếp liên tiếp nhau theo thứ tự mã số tăng dần Chỉ thực hiện đối với giấy từ số 1 đến số 8 Cường độ màu sắc trên dãy giấy nghệ chuẩn tăng dần
2	So sánh cường độ màu sắc của giấy nghệ số 9 với dãy màu chuẩn	Giấy nghệ số 9 Giấy nghệ từ số 1 đến số 8	Nhận biết chính xác sự khác biệt về cường độ màu sắc của giấy nghệ Cẩn thận, không nhầm lẫn
3	Kết luận về sự tương đồng cường độ màu sắc của giấy nghệ số 9 và giấy trong dãy chuẩn	Giấy nghệ số 9 Giấy nghệ từ số 1 đến số 8 Bảng ghi kết quả	Cẩn thận, chính xác Trung thực với kết quả

Các chú ý về an toàn lao động

- Đối chiếu kết quả, kết luận chính xác.
- Ghi chép kết quả cẩn thận, chính xác, không nhầm lẫn.

Các hư hỏng thường gặp nguyên nhân và cách khắc phục

STT	Các hư hỏng thường gặp	Nguyên nhân	Cách khắc phục
1	Cường độ màu sắc của dãy chuẩn không hợp lý (không tăng dần)	Do nhầm lẫn khi chuẩn bị ống nghiệm hoặc khi nhúng giấy nghệ	Đọc kỹ và thực hiện theo đúng yêu cầu
2	Màu của giấy 9 nằm trong khoảng giữa của 2 giấy nghệ chuẩn kề liền nhau	Nồng độ dãy chuẩn pha không hợp lý	Thực hiện pha lại dãy màu tiêu chuẩn có nồng độ tăng dần nằm trong khoảng nồng độ của 2 ống chuẩn đó.

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
3	Màu của giấy 9 nằm ngoài khoảng màu của dãy giấy nghệ chuẩn	Nồng độ dãy chuẩn pha không hợp lý	Thực hiện pha loãng ống số 9 (5ml dịch lọc, 5ml nước cất)
4	Nhận biết và kết luận sai về kết quả nhìn màu	Nhìn màu không chính xác	Nhìn màu cẩn thận, chính xác

5. Tính kết quả

Phương pháp tính kết quả bán định lượng

Với thể tích dịch lọc 10ml (tương ứng với 5g mẫu thử), các dung dịch dãy màu chuẩn đã pha tương ứng với hàm lượng acid boric trong mẫu thử lần lượt là 0,00; 0,02; 0,04; 0,10; 0,15; 0,20; 0,05 và 1,00 phần trăm (%) khối lượng.

Xác định nồng độ acid boric trong mẫu thử chính là nồng độ tương ứng của giấy màu chuẩn giống màu với giấy mẫu thử số 9.

Tiến hành làm ba lần phân tích. Kết quả phân tích là kết quả trung bình của các lần xác định. Nếu giữa hai lần phân tích màu kết quả như nhau thì coi như kết quả đó chính xác và lấy làm kết quả phân tích cuối cùng.

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	Kết luận giấy màu chuẩn giống màu với giấy mẫu thử	Bút Số ghi kết quả	Các giá trị được tính là trung bình của ba lần xác định Xác định đúng màu
2	Tính kết quả	Công thức tính Số ghi kết quả Máy tính	Đúng công thức Tính chính xác
3	Ghi - Đánh giá kết quả phân tích	Số ghi kết quả	Ghi chính xác, đầy đủ Đánh giá chính xác, phù hợp với kết quả phân tích

6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
1	Gán nhầm kết quả	Ghi nhầm kết quả Quan sát màu không chính xác	Ghi chép kết quả cẩn thận Quan sát màu lại
2	Tính kết quả sai	Áp dụng/Tính nhầm công thức	Kiểm tra lại công thức, kết quả tính và đối chiếu với tài liệu kỹ thuật
3	Giấy nghệ hết hạn sử dụng	Quá thời gian 10 ngày kể từ khi chuẩn bị	Sử dụng giấy nghệ trong thời hạn cho phép Ghi chép cẩn thận thời gian chuẩn bị giấy
4	Giấy nghệ không đảm bảo yêu cầu phân tích	Được bảo quản trong điều kiện không an toàn Màu vàng trên giấy nghệ không đều màu	Bảo quản giấy nghệ trong điều kiện theo quy định Nhúng giấy nhẹ nhàng, dung dịch thấm đều trên giấy
5	Mẫu không đảm bảo yêu cầu phân tích	Mẫu không đồng nhất Mẫu không được xay nhuyễn Mẫu rơi vãi, dính thành cục Mẫu còn chất béo/màu Mẫu không được acid hóa	Đồng nhất mẫu Xay nhuyễn mẫu thử Cẩn thận Xử lý chất béo/màu Acid hóa mẫu, kiểm tra bằng giấy đo pH
6	Cân sai khối lượng mẫu	Đọc nhầm khối lượng cân Cân không trừ bì (cốc cân)	Đọc đúng, cân lại Cân cốc, trừ bì trước khi cân mẫu
7	Cân nhảy liên tục, không ổn định	Do hư hỏng	Kiểm tra kỹ tình trạng thiết bị, sửa chữa Tắt cân, khởi động lại

<i>STT</i>	<i>Các hư hỏng thường gặp</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
		Do vận hành không đúng quy trình	Kiểm tra tình trạng phòng (gió lùa, mở quạt) Vận hành đúng theo hướng dẫn
8	Giấy nghệ bị roi vãi/mất	Đặt để làm khô giấy nghệ không đúng quy định	Giữ gìn giấy cẩn thận trong khi làm khô
9	Nhận biết, quan sát màu chuyển của giấy nghệ không chính xác	Dịch mẫu thử không thấm đều trên ½ giấy nghệ Quan sát khi giấy nghệ chưa khô hoàn toàn Không nắm kỹ dấu hiệu chuyển màu của giấy nghệ	Nhúng cẩn thận, nhẹ nhàng, dịch thấm đều trên giấy Quan sát khi giấy đã khô hoàn toàn Đọc kỹ tài liệu kỹ thuật hướng dẫn
10	Hiện tượng của phép thử khẳng định không đúng theo hướng dẫn	Thực hiện phép thử khẳng định đối với các mẫu thử âm tính với borat Không tuân thủ theo đúng trình tự thực hiện với hóa chất Quan sát, ghi nhận nhằm màu chuyển giữa các lần thử	Không thực hiện đối với mẫu âm tính Thực hiện đúng theo trình tự thử với các hóa chất Quan sát, ghi nhận chính xác màu chuyển giữa các lần thử
11	Không có mẫu trắng đối chứng	Không thực hiện	Làm mẫu đối chứng song song với mẫu thử

HƯỚNG DẪN GIẢNG DẠY MÔ ĐUN

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

- Vị trí: Phân tích lương thực thực phẩm bằng phương pháp hóa lý là mô đun chuyên môn cơ sở của ngành Kiểm nghiệm chất lượng lương thực thực phẩm; là mô đun bắt buộc trong chương trình đào tạo; là mô đun được giảng dạy phải học sau môn học Kỹ thuật phòng kiểm nghiệm, Chuẩn bị dụng cụ, máy và thiết bị kiểm nghiệm chất lượng LTTP.

- 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 của các loại thực phẩm.

II. Mục tiêu của mô đun:

- Về kiến thức:

+ Trình bày được nguyên tắc, qui trình phân tích, tính kết quả của các chỉ tiêu lý hóa của các loại thực phẩm;

+ Nêu được trình tự các bước tiến hành phân tích các chỉ lý hóa thực phẩm.

+ Nêu được công thức tính kết quả các bài thực hành trong phân tích.

- Về kỹ năng:

+ Lựa chọn được phương pháp phân tích lý hóa phù hợp cho từng chỉ tiêu chất lượng;

+ Vận dụng được kiến thức về các phương pháp phân tích cơ sở vào việc phân tích chỉ tiêu lý hóa của một số loại thực phẩm;

+ Lựa chọn đúng và sử dụng thành thạo dụng cụ, máy, thiết bị để xác định chỉ tiêu lý hóa của bài thực hành theo yêu cầu;

+ Thực hiện thành thạo thao tác xác định được các chỉ tiêu lý hóa thực phẩm theo đúng trình tự, chính xác và an toàn phòng thí nghiệm;

+ Chỉ ra được các nguyên nhân và cách hạn chế sai số trong quá trình xác định;

+ Tính toán và lập báo cáo kết quả phân tích.

- 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 Thục Quyên, Trần Thị Minh Hương (2010), *Giáo trình phân tích thực phẩm* (lưu hành nội bộ), trường Cao đẳng Lương thực Thực phẩm.
- [2]. Trần Tú Hiếu (2005), *Giáo trình Hóa học phân tích*, Nhà xuất bản Đại học Quốc gia Hà Nội.
- [3]. Nguyễn Hoàng Dũng (2005), *Giáo trình Thực hành đánh giá cảm quan*, Trường Đại học Bách khoa TP Hồ Chí Minh
- [4]. Trần Xuân Hiền, (2007), *Đánh giá chất lượng thực phẩm*, Khoa Nông Nghiệp & TNTN.
- [5]. PGS. TS Lê Thanh Mai (chủ biên) (2009), *Các phương pháp phân tích ngành công nghệ lên men*, Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội.
- [6]. Hà Duyên Tư, (2006), *Kỹ thuật phân tích cảm quan thực phẩm*, Nhà xuất bản Khoa Học và Kỹ Thuật Hà Nội.
- [7]. GS.TS. Phạm Xuân Vượng (2007), *Giáo trình kiểm tra chất lượng thực phẩm* (dùng trong các trường THCN), Nhà xuất bản Hà Nội.
- [8]. Hà Duyên Tư (1996), *Quản lý và kiểm tra chất lượng thực phẩm*, trường Đại học Bách khoa Hà Nội.
- [9]. Trần Linh Thước (2009), *Các phương pháp phân tích vi sinh vật trong nước, thực phẩm và mỹ phẩm*, Nhà xuất bản Giáo dục, Hà Nội.
- [10]. Các tiêu chuẩn Việt Nam về phân tích thực phẩm.