

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.108 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 20/10/2017 Trang: 2/6</p>
--	----------------------------	---

A. GIỚI THIỆU

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng xơ thô, áp dụng cho tất cả các loại thức ăn hỗn hợp và nguyên liệu dùng để chế biến thức ăn chăn nuôi.

2. Tài liệu tham khảo

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 4329-2007

3. Nguyên tắc

Mẫu sau khi được nghiền và tách béo. Dùng dung dịch acid và xút với nồng độ nhất định để thủy phân, sấy cạn thu được, sau đó nung để xác định xơ tổng trong mẫu.

B. THÔNG TIN AN TOÀN PHÒNG THÍ NGHIỆM

Nhân viên phân tích phải tuân thủ các quy định về an toàn khi làm việc trong phòng thí nghiệm sau:

- Phải mặc bảo hộ lao động khi làm việc trong phòng thí nghiệm: áo Blouse, gang tay, mắt kính và khẩu trang.
- Các hóa chất phải được để đúng nơi quy định.
- Các hóa chất phải được thao tác trong tủ hút.
- Các hóa chất thải phải được thu hồi vào bình thu hồi đúng chủng loại để chuyển giao cho đơn vị có chức năng xử lý.
- Tuân thủ các quy tắc về phòng chống cháy nổ trong công ty.

C. THIẾT BỊ, DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

1. Thiết bị

- Cân phân tích, độ chính xác 0,0001 g
- Tủ sấy.
- Bercher 100mL, chén sứ và giấy lọc băng xanh.
- Tủ nung.
- Bộ lọc chân không.
- Bếp đun.
- Bình hút ẩm.

2. Hóa chất:

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.108 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 20/10/2017 Trang: 3/6</p>
--	----------------------------	---

- a. Acid sulfuric 1.25%
- b. KOH 2.5%.
- c. Ethanol 96%
- d. Ether dầu có giải sôi từ 40oC tới 60oC.
- e. HCl.
- f. Aceton.

3. Dung dịch hóa chất

- a. H₂SO₄ 0.13M: Hút 7.22ml H₂SO₄ đậm đặc vào bình định mức 1L chứa sẵn 500ml nước cất sau đó định mức lên tới vạch bằng nước cất.
- b. KOH 0.23M: Cân 12.88g KOH hòa tan trong nước cất vào bình định mức 1L và định mức tới vạch.
- c. HCl 0.5M: Hút 41.66ml HCl đậm đặc vào bình định mức 1L chứa sẵn 500ml nước cất và định mức lên tới vạch bằng nước cất.

D. KIỂM SOÁT QA/QC

Trong mỗi đợt phân tích phải thực hiện các mẫu kiểm soát sau:

- ✓ Blank hóa chất.
- ✓ Mẫu lặp lại.
- ✓ Mẫu kiểm soát (QC)

E. QUI TRÌNH THÍ NGHIỆM

1. Xử lý mẫu:

Chuẩn bị mẫu theo TCVN 6952:2001

Nghiền nhỏ và trộn đều mẫu.

Nếu mẫu có độ ẩm lớn thì tiến hành sấy khô sơ bộ trước khi phân tích.

Nếu mẫu có hàm lượng béo lớn hơn 10% thì phải tiến hành loại béo bằng petroleum ether (30ml*3), sấy khô mẫu, nghiền mịn.

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.108 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 20/10/2017 Trang: 4/6</p>
--	----------------------------	---

Nếu mẫu chứa hàm lượng cacbonat quá 5% (biểu thị theo canxi cacbonat) thì phải khử như sau: rót 100ml HCl 0.5M lên mẫu, khuấy liên tục trong 5 phút. Lọc, rửa, sau đó sấy khô, nghiền mịn.

2. Thực hiện phân tích:

a. Thủy phân và lọc:

Cân 1-2 g mẫu thử, chính xác đến 0.001 cho vào bình nón 250ml. Thêm vào 150ml H_2SO_4 0.13M và thêm 2 hoặc 3 giọt 1-octanol để chống tạo bọt (nếu có), đun trên bếp cho đến sôi trong 2 phút, tiếp tục đun sôi nhẹ trong 30 phút, thỉnh thoảng lắc để trộn các chất và làm rơi phần mẫu bám trên thành bình. Trong quá trình đun phải đảm bảo mực nước trong cốc luôn ở 150ml, nếu cạn thì phải thêm nước cất nóng cho đến vạch.

Lọc qua phễu có chứa giấy lọc (sử dụng giấy lọc băng xanh) và một ít nước nóng, tiến hành lọc khi dung dịch còn nóng, dùng máy hút nhẹ. Tráng bình 5 lần, mỗi lần khoảng 10ml nước sôi và rót qua phễu lọc cho đến khi dung dịch hết acid.

Chuyển phần cặn trên giấy lọc qua becher 300ml, rửa chất không tan từ giấy lọc vào becher bằng dung dịch KOH 0.23M cho đến 150ml. Sau đó đem đun sôi 2 phút, tiếp tục đun sôi nhẹ trong 30 phút, thỉnh thoảng lắc để trộn các chất và làm rơi phần mẫu bám trên thành bình.

Lọc qua phễu có chứa giấy lọc (sử dụng giấy lọc băng xanh, sấy trước cốc nung và giấy lọc ở 103°C, ghi nhận lại khối lượng, m_1) và một ít nước nóng, dùng máy hút nhẹ, Tráng bình 5 lần, mỗi lần khoảng 10ml nước sôi và rót qua phễu lọc cho đến khi hết acid.

Rửa cặn bằng 3 lần mỗi lần 30ml aceton.

b. Sấy khô

Chuyển phần cặn và giấy lọc vào cốc nung đã sấy ở trên đem sấy ở 130°C trong 2h, để nguội trong bình hút ẩm, cân. Đưa cốc vào tủ sấy, sấy tiếp 1 giờ nữa, làm nguội trong bình hút ẩm và cân. Lặp lại thao tác này đến khi chênh lệch giữa các lần cân kế tiếp không quá 0.001g, ghi nhận lại khối lượng (m_2).

c. Tro hóa

Cho cốc và cặn vào trong lò nung duy trì ở nhiệt độ $500 \pm 25^\circ C$ trong vòng ít nhất 1 giờ. Để nguội trong bình hút ẩm và cân, lặp lại thao tác này đến khi chênh lệch giữa các lần cân kế tiếp không quá 0.002g, ghi nhận lại khối lượng (m_3).

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.108 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 20/10/2017 Trang: 5/6
---	---------------------	---

3. Mẫu trắng

Tiến hành xác định mẫu trắng giống phần E.2 nhưng không có mẫu thử

E. YÊU CẦU VỀ ĐỘ TIN CẬY CỦA PHÉP PHÂN TÍCH

1. Hao hụt khối lượng từ việc tro hóa của mẫu blank có kết quả không quá 2mg.
2. Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤ 10 mẫu). Độ lệch giữa hai mẫu lặp lại không quá 5% các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại được đề cập trong bảng 1.

Bảng 1: Giới hạn lặp lại r và tái lập R

Mẫu	HL xơ thô, g/kg	r g/kg	R g/kg
Bột hạt hướng dương	223.3	8.4	16.1
Bã nhân hạt cọ	190.3	19.4	42.5
Thức ăn cho bò sữa (dạng viên)	115.8	5.3	13.8
Thức ăn gluten ngô	73.3	5.8	9.1
Bột sắn	60.2	5.6	8.8
Thức ăn cho chó	30.0	3.2	8.9
Thức ăn cho mèo	22.8	2.7	6.4

F. TÍNH KẾT QUẢ:

Hàm lượng chất xơ, X , được biểu thị theo phần khối lượng chất khô, tính bằng % theo công thức sau:

$$X = \frac{(m_2 - m_1) - (m_3 - m_c)}{m} * 100$$

Trong đó:

- m : khối lượng mẫu thử đã quy về khô, tính bằng gam.
- m_c : khối lượng chén sau nung, gam.
- m_1 : Khối lượng giấy lọc và cốc nung sau khi sấy, tính bằng gam.
- m_2 : Khối lượng giấy lọc, cốc nung và cặn sau khi sấy, tính bằng gam.
- m_3 : Khối lượng chất xơ và cốc nung sau khi nung, tính bằng gam.

G. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích, bao gồm:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.108 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 20/10/2017 Trang: 6/6
--	----------------------------	---

- Mã số mẫu, ngày phân tích, thiết bị phân tích...
- Khối lượng cân của mẫu thử nghiệm.
- Khối lượng các lần cân.
- Các số liệu liên quan
- Những ghi nhận hay thay đổi khác (nếu có).

Người soạn thảo	Trưởng phòng thí nghiệm	Người phê duyệt
Phạm Thị Kim Cúc	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trịnh Thị Minh Nguyệt