

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.302 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 1/5
---	----------------------------------	--

NÔNG SẢN THỰC PHẨM - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XƠ THÔ - PHƯƠNG PHÁP CHUNG

*Agricultural food products. Determination of crude fibre content.
General method*

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Thị Hằng	Phạm Thị Kim Cúc	Trịnh Thị Minh Nguyệt

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi

A. TỔNG QUAN

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.302 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 2/5
---	----------------------------------	--

I. Phạm vi áp dụng.

- Tiêu chuẩn này qui định phương pháp quy ước để xác định hàm lượng xơ thô trong nông sản thực phẩm

II. Tài liệu tham khảo.

- Phương pháp này dựa trên: TCVN 5103:1990

III. Nguyên tắc.

- Sau khi nghiền và khử chất béo, đun sôi mẫu trong dung dịch axit sunfuric ở nồng độ chuẩn, tiến hành tách và rửa cặn không hoà tan.
- Đun sôi tiếp cặn còn lại với dung dịch natri hydroxit ở nồng độ chuẩn, sau đó tiến hành tách, rửa, làm khô và cân cặn không tan còn lại, tiến hành xác định.

VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

- Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết
- Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

Các dụng cụ thí nghiệm thông thường và

- Cối xay – dễ lau chùi, phù hợp với trạng thái tự nhiên của sản phẩm, khi xay không sinh nhiệt quá mức cho phép hoặc có thể làm biến đổi một cách đáng kể hàm lượng ẩm của mẫu.
- Rây lưới kim loại có kích thước mắt 1mm, phù hợp với yêu cầu của ISO 3310/1.
- Tủ sấy – có thể điều chỉnh nhiệt độ $130 \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- Cốc đun miệng không có mỏ (miệng tròn không có máng rót) dung tích 600mL, có nắp đậy.
- Thiết bị cấp nhiệt, có thể là một bếp điện được gắn với một máy khuấy từ tính có khả năng duy trì 200 ml hoá chất sôi nhẹ.
- Cốc đốt, dung tích 25-50 ml, bền vững dưới tác động 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).
- Lò nung – có gắn thiết bị thông khí và điều chỉnh nhiệt, phù hợp cho việc tiến hành đốt ở nhiệt độ $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$.
- Bình hút ẩm, chứa tác nhân hút ẩm còn hoạt tính.
- Thiết bị tách
- Cân phân tích

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.302 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 3/5
---	----------------------------------	--

II. Hoá chất và chất chuẩn.

Tất cả hoá chất dùng để thử phải đảm bảo độ tinh khiết phân tích, nước dùng để phân tích là nước cất hoặc ít nhất là nước có độ sạch tương đương.

- Axit sunfuric, nồng độ thể tích tiêu chuẩn: $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,255 \pm 0,005 \text{ mol/l}$ (tương đương với 12,5 g axit sunfuric trong 1lit dung dịch).
- Natri hydroxit, nồng độ thể tích tiêu chuẩn: $c(\text{NaOH}) = 0,313 \pm 0,005 \text{ mol/l}$ (tương đương với 12,5 g natri hydroxit trong 1 lit dung dịch). Dung dịch phải được loại sạch cacbonat.
- Aceton, hoặc 95% (thể tích/thể tích) ethanol, hoặc methanol hoặc propan-2-ol.
- Dung môi chiết xuất: n – hexan kỹ thuật hoặc xăng trắng (có điểm sôi nằm trong khoảng 40-60°C) hoặc một dung môi khác hoặc một hỗn hợp các dung môi phù hợp hơn cho quá trình chiết xuất các chất béo có trong sản phẩm được phân tích.
- Axit clohydric 0,5 mol/l (dùng trong trường hợp mẫu giàu carbonate).
- Chất trợ lọc (dùng trong trường hợp mẫu khó lọc).
- Tác nhân chống sinh bọt, nếu cần, nhưng đảm bảo không ảnh hưởng đến kết quả thử.
- Tác nhân chống sôi, trào, nếu cần, bền vững dưới sự tác động của các điều kiện thử và đảm bảo không ảnh hưởng tới kết quả thử.

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất
- Mẫu lặp

IV. Xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị 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.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.302 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 4/5
---	--	--

- Nếu mẫu chứa hàm lượng carbonat quá 5% (biểu thị theo canxi carbonat) 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 0.5-2 g mẫu thử, cho vào bình nón 250ml tùy vào hàm lượng có trong mẫu vào erlen 250ml. Thêm vào 150ml H_2SO_4 0.255M 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 ± 1 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, tiếp tục rửa đi rửa lại cho đến khi dung dịch hết acid.
- Chuyển phần cặn trên giấy lọc qua bercher 300ml, rửa chất không tan từ giấy lọc vào becher bằng dung dịch NaOH 0.313M cho đến 150ml. Sau đó đem đun sôi 2 phút, tiếp tục đun sôi nhẹ trong 30 ± 1 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 $103^\circ C$, ghi nhận lại khối lượng, m_1). Rửa cặn bằng 25ml H_2SO_4 0.255M ở nhiệt độ phòng sau đó đun nóng tới $95-100^\circ C$ 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. Tiếp theo rửa bằng dung môi n-hexan để loại bỏ chất béo không xà phòng hoá được.

b. Sấy khô

- Chuyển phần cặn và giấy lọc vào cốc nung đã sấy ở trên đem sấy ở $130^\circ C$ trong 2h, để nguội trong bình hút ẩm, cân. Đưa cốc vào tủ sấy, sấy tiếp 1giờ 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).

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.302 Lần ban hành:01 Ngày ban hành:20/6/2018 Trang: 5/5
---	--	--

c. Tro hóa

- Cho cốc và cặn vào trong lò nung duy trì ở nhiệt độ $550 \pm 25^\circ\text{C}$ trong vòng ít nhất 1giờ. 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 0.0005g, ghi nhận lại khối lượng (m_3).

3. Mẫu trắng

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

C. TÍNH TOÁN 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.

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

Khác nhau kết quả của 2 lần xác định được tiến hành đồng thời hoặc kế tiếp nhau nhanh do cùng một kiểm nghiệm viên làm, không được vượt quá:

- 0,4 (giá trị tuyệt đối) đối với hàm lượng xơ thô nhỏ hơn 10% (khối lượng).
- 4% (giá trị tương đối) đối với hàm lượng xơ thô lớn 10% (khối lượng).

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- ✓ Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:
 - BM.15.04b
 - BM.15.06