CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VỮ

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC

Mã số: HD.TN.047 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 14/09/2017 Trang: 1/6

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ẨM TRONG THỰC PHẨM, NÔNG SẢN VÀ THỨC ĂM CHĂN NUÔI BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG VỚI KỸ THUẬT SẤY KHÔ (DETERMINATION OF FOODS, AGRICULTURALS AND ANIMAL FEEDS BY GRAVITYMETRIC METHOD)

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Thị Quý Anh	Phạm Thị Kim Cúc	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi Ngày sửa đổi	
01	B.II.2	Bổ sung việc sử dụng chén sấy ẩm có nắp thay cho chén sứ	

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC

Mã số: HD.TN.047 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 14/09/2017 Trang: 2/6

A. GIỚI THIỆU

I. Phạm vi áp dụng

- Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng ẩm trong thực phẩm, rau củ quả sấy, sữa và thức ăn chăn nuôi.
- Giới hạn phát hiện của phương pháp là 0.05% (thực phẩm, nông sản, rau củ quả sấy và thức ăn chăn nuôi) và 0.046% (sữa và sản phẩm sữa)
- Giới hạn định lượng là 0.15% (thực phẩm, rau củ quả sấy và thức ăn chăn nuôi) và
 0.086% (sữa và sản phẩm sữa)

II. Tài liệu tham khảo

- AOAC Official Method 950.46: ẩm trong thực phẩm, sữa
- AOAC Official Method 934.06: rau củ quả sấy
- TCVN 7035-2002: ẩm trong café
- TCVN 5613-2007: ẩm trong chè
- AOAC Official Method 930.15: ẩm trong thức ăn chăn nuôi

III. Nguyên tắc

 Phương pháp này cho phép xác định độ ẩm bằng phương pháp trọng lượng với kỹ thuật sấy khô.

IV. An toàn Phòng thử nghiệm.

- Tất cả nhân viên khi vào phòng thử nghiệm phải mặc áo Blouse.
- Nhân viên phải mang găng tay, kính bảo hộ và thực hiện thao tác trong tủ hút khi lấy và sử dụng hóa chất độc hại.
- Tất cả các hóa chất phải thu gom vào bình chứa theo quy định, không được đổ ra môi trường.
- Tuyệt đối không được hút thuốc, ăn uống trong Phòng thử nghiệm.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ:

- Cân phân tích 0 200g, độ chính xác 0,0001 mg
- Tủ sấy: nhiệt đô $0 200^{\circ}$ C $\pm 3^{\circ}$ C

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VỮ

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC

Mã số: HD.TN.047 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 14/09/2017 Trang: 3/6

- Tủ sấy có rút áp suất kém
- Bình hút ẩm.
- Chén thủy tinh có nắp đậy.

II. Kiểm soát QA/QC

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

- ✓ Blank hóa chất.
- ✓ Mẫu lặp lại.

III. Quy trình phân tích

1. Chuẩn bi mẫu

- Đồng nhất mẫu theo "hướng dẫn công việc đồng nhất mẫu trong phòng thí nghiệm HD.KT.022"
- Bảo quản mẫu tùy theo từng nền mẫu khác nhau.
- Nên phân tích mẫu ngay khi nhận được mẫu, nếu chưa phân tích được ngay thì phải bảo quản kín để đảm bảo không bị thay đổi kết quả.

2. Thực hiện phân tích

a. Mẫu thực phẩm và sữa:

- Sấy chén và nắp ở nhiệt độ 125°C khoảng 1 giờ, cho vào bình hút ẩm, cân. Lập lại đến khối lương không đổi (chênh lệch giữa hai lần cân không quá 0.001g).
- Cân khoảng 5 g mẫu đã được đồng nhất vào chén vừa chuẩn bị ở trên, cho vào tủ sấy, mở nắp ra để bên cạnh, và thực hiện sấy mẫu theo một trong hai cách như sau:
 - ❖ Sấy ở nhiệt độ 125⁰C trong 2-4 giờ tuỳ vào từng nền mẫu. Lấy chén ra và đậy nắp lại cho vào bình hút ẩm cho nguội về nhiệt độ phòng rồi cân. Lập lại quá trình đến khi khối lượng cân không đổi (chênh lệch giữa hai lần cân không quá 0.001g).
 - ❖ Sấy mẫu ở nhiệt độ 100-102⁰C trong 16-18 giờ. Lấy chén ra và đậy nắp lại cho vào bình hút ẩm cho nguội về nhiệt độ phòng rồi cân. Lập lại quá trình đến khi khối lượng cân không đổi (chênh lệch giữa hai lần cân không quá 0.001g).

b. Chè và cafe

- Mở nắp chén cân, sấy nắp và chén cân 1 h trong tủ sấy ở 103° C ± 2° C. Để nguội trong bình hút ẩm. Sau khi làm nguội, đậy nắp và cân chính xác đến 0,001 g

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VỮ

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC

Mã số: HD.TN.047 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 14/09/2017 Trang: 4/6

- Cân khoảng 5 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g, cho vào chén cân đã được chuẩn bị
- Mở nắp chén cân và để bên cạnh lọ, sấy chén cân có mẫu cùng với nắp trong tủ sấy ở 103°C ± 2°C trong 6 h. Để nguội trong bình hút ẩm, đậy nắp và cân. Cho lọ và nắp trở lại tủ sấy và sấy tiếp trong 1 h, làm nguội trong bình hút ẩm, đậy nắp lại và cân; lặp lại các thao tác này cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân kế tiếp nhau không vượt quá 0,005 g.
- Nếu khối lượng của phần mẫu thử tăng sau khi sấy lặp lại, thì tính kết quả cân ngay trước khi khối lượng bắt đầu tăng.
 Lưu ý: Thông thường, khoảng thời gian sấy 16 h trong tủ sấy ở 103°C ± 2°C cho các kết quả tương đương, nhưng người phân tích phải có trách nhiệm khẳng định trong từng trường hợp cụ thể.

c. Rau củ quả sấy:

- Sấy chén và nắp ở nhiệt độ 70°C trong tủ sấy có rút áp suất kém khoảng 1 giờ, cho
 vào bình hút ẩm, cân.
- Cân khỏang 5 -10g mẫu đã được đồng nhất vào chén vừa chuẩn bị ở trên, cho vào tủ sấy có rút áp suất kém với áp suất ≤ 100mmHg, mở nắp ra để bên cạnh, sấy ở 70°C ± 1°C trong 6 giờ, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm, cân.
- Đối với mẫu có chứa hàm lượng đường lớn: cân 5g mẫu, thêm 2g cát, làm ẩm bằng nước, trộn đều mẫu với cát, làm bay hơi trong bếp cách thủy, sau đó mang vào tủ sấy và sấy giống như trên.

d. Mẫu thức ăn chăn nuôi:

- Đem sấy chén và nắp trong tủ sấy ở 135±2°C đến khối lượng không đổi, hoặc chênh lệch ± 0.001g so với lần cân trước đó (ghi nhận lại khối lượng),
 (HV.023.H).
- Cân 2g mẫu vào chén, sau đó đậy nắp chén cho vào tủ sấy, mở nắp ra để bên cạnh, sấy ở 135±2°C trong khoảng 4h ± 1 giờ. Đậy ngay nắp vào chén, lấy bỏ vào bình hút ẩm và để nguội đến nhiệt độ phòng, lập lại đến khối lượng không đổi, chênh lệch giữa hai lần cân không quá 0.1% khối lượng phần mẫu thử.

C. TÍNH KẾT QUẢ

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC

Mã số: HD.TN.047 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 14/09/2017 Trang: 5/6

Độ ẩm trong mẫu được tính như sau:

$$\begin{array}{c} \underline{\left(m_1 + m_2 - m_3\right) * 1000} \\ \text{Dộ ẩm (\%)} = & m_2 \end{array}$$

Trong đó:

m1: khối lượng chén sau sấy (g)

m2: Khối lượng mẫu (g)

m3: khối lượng chén + mẫu sau sấy (g)

D. ĐẨM BẢO KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM

 Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤10 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá giới hạn cho phép theo phụ lục f AOAC

No.	Hàm lượng	RSD, %
1	100%	1.3
2	10%	1.8
3	1%	2.7
4	0.10%	3.7
5	100ppm	5.3
6	10ррт	7.3
7	1ppm	11
8	100ррь	15
9	10ррь	21
10	1ppb	30

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích BM.15.04b và BM.15.06, bao gồm:

- 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).

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC

Mã số: HD.TN.047 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 14/09/2017 Trang: 6/6