

PHẦN THỰC HÀNH

Bài 1:**XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM CỦA MỘT MẪU BÁNH NGỌT****1.1. Nguyên lý:**

Cân một lượng mẫu bánh đã nghiền nhỏ trước và sau khi sấy đến khối lượng không đổi, chênh lệch khối lượng giữa 2 lần cân chính là lượng nước có trong mẫu. Từ kết quả này ta tính ra phần trăm khối lượng nước trong mẫu.

1.2. Dụng cụ, hóa chất sử dụng:

- Tủ sấy điều chỉnh được nhiệt độ (đến 130°C).
- Cân phân tích chính xác đến 0,0001g (0,1mg).
- Bình hút ẩm, phía dưới để chất hút ẩm (H_2SO_4 đậm đặc, Na_2SO_4 khan, $CaCl_2$ khan,.....)
- Cốc cân thủy tinh có đáy bẹt và nắp nhôm kín.
- Đũa thủy tinh một đầu dẹp dài khoảng 5cm.

1.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 7):

- Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm.
- Sấy cốc, nắp đậy (gọi chung là cốc), đũa thủy tinh đến khối lượng không đổi. Để nguội, đem cân được khối lượng cốc + đũa là G .
- Cho mẫu bánh đã nghiền nhỏ vào cốc, đậy nắp, đem cân cốc + mẫu + đũa. Khối lượng của cốc + đũa + mẫu là G_1 .
- Đem sấy cốc + mẫu + đũa vừa cân khoảng 3 giờ (trong quá trình sấy khoảng 30 phút lấy mẫu ra, nhanh chóng dùng đũa này đảo trộn đều xong đưa vào sấy tiếp ngay), làm nguội, đem cân, ghi kết quả.
- Cho cốc + mẫu + đũa vào sấy tiếp trong 30 phút, làm nguội, cân. Tiếp tục sấy lại như trên cho đến khi kết quả cân được không đổi. Khối lượng cốc + mẫu + đũa sau khi sấy là G_2 .

1.4. Kết quả:**1.4.1. Kết quả thô:**

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

G (g)	G ₁ (g)	G ₂ (g)				
		Lần 1	Lần 2	Lần	Lần n	Lần cuối

1.4.2. Tính kết quả:

Độ ẩm X₁(%) của mẫu thí nghiệm tính bằng công thức:

$$X_1 = 100 \cdot \frac{G_1 - G_2}{G_1 - G} (\%)$$

Bài 2:**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO TOÀN PHẦN CỦA MẪU BÁNH NGỌT****2.1. Nguyên lý:**

Xác định khối lượng của mẫu bánh đã nghiền nhỏ trước và sau khi nung thành tro trắng ở 550 – 600°C. Từ kết quả cân được ta tính ra phần trăm của tro toàn phần có trong mẫu bánh.

2.2. Dụng cụ, hóa chất sử dụng:

- Chén nung bằng sứ hoặc bằng kim loại (Nikel hoặc bạch kim).
- Đèn cồn hay bếp điện.
- Lò nung điều chỉnh được nhiệt độ (550 – 600°C).
- Cân phân tích.
- Bình hút ẩm, phía dưới để chất hút ẩm.
- H₂O₂ 10 thể tích hoặc HNO₃ đậm đặc.

2.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 9):

- Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm.
- Nung chén nung + nắp đậy (gọi chung là chén) ở khoảng 550 - 600°C trong 10 phút. Để nguội, đem cân. Khối lượng của chén là G.
- Cho khoảng 20g mẫu bánh đã nghiền nhỏ vào chén, đậy nắp, đem cân chén + mẫu. Khối lượng của chén + mẫu là G₁.
- Cho toàn bộ phần vừa cân vào lò nung ở 550 – 600°C khoảng 3 giờ. Làm nguội, đem cân, ghi kết quả khối lượng chén + tro.
- Nếu thấy tro chưa trắng, cho thêm H₂O₂ 10 thể tích hoặc HNO₃ đậm đặc vào chén cho đến khi tro được làm ướt đều. Cho vào lò nung tiếp cho đến khi được tro trắng. Làm nguội, cân. Khối lượng chén + tro là G₂.

Chú ý:

Tiến hành làm song song 2 mẫu thí nghiệm, tro thu được trong 2 thí nghiệm này phải giữ kỹ để làm bài thí nghiệm sau.

2.4. Kết quả:**2.4.1. Kết quả thô:**

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

	G (g)	G₁ (g)	G₂ (g)
Mẫu 1			
Mẫu 2			

2.4.2. Tính kết quả:

Hàm lượng tro toàn phần tính theo phần trăm $X_1(\%)$ của mẫu thí nghiệm tính bằng công thức:

$$X_1 = 100 \cdot \frac{G_2 - G}{G_1 - G} (\%)$$

Bài 3:**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO KHÔNG TAN TRONG HCl, ĐỘ KIỂM CỬA TRO CỦA MẪU BÁNH NGỌT**

Tro làm trong bài thí nghiệm này được lấy từ 2 mẫu tro của bài thí nghiệm số 2, mẫu 1 làm cho thí nghiệm phần 3.1 và mẫu 2 làm cho phần 3.2

3.1. Xác định hàm lượng tro không tan trong HCl:**3.1.1 Nguyên lý:**

Hòa tan tro toàn phần của mẫu trong dung dịch HCl, sau đó đem lọc. Rửa phần tro không tan nhiều lần bằng nước cất, nung và cân, từ đó tính ra % tro không tan.

3.1.2. Dụng cụ, hóa chất sử dụng:

- Nồi cách thủy.
- Lò nung điều chỉnh nhiệt độ được 550 – 600°C.
- Phễu.
- Bình hút ẩm.
- Chén sứ.
- Cân phân tích.
- Giấy lọc không tro.
- Dung dịch HCl 4N.
- HNO₃ đậm đặc.
- AgNO₃ 0,1N.

3.1.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 11):

- Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm.
- Hòa tan tro trong 25 ml dung dịch HCl 4N, cho vào nồi cách thủy đun trong 15 phút.
- Đem lọc hỗn hợp vừa đun cách thủy trên giấy lọc không tro. Rửa phần tro không tan nhiều lần bằng nước cất đun sôi để nguội cho đến khi nước qua giấy lọc không còn Cl⁻ (thử bằng dung dịch AgNO₃ và HNO₃).

- Sấy chén nung, nắp đậy (gọi chung là chén) đến khối lượng không đổi. Để nguội, đem cân được khối lượng chén là G' .
- Cho giấy lọc và phần tro không tan trong HCl vào chén nung, đậy nắp, đem sấy ở 105°C cho đến khô.
- Cho toàn bộ chén vừa sấy vào nung ở $550 - 600^{\circ}\text{C}$ trong 30 phút. Để nguội, đem cân. Khối lượng chén + tro không tan trong HCl là G_3 .

3.1.4. Kết quả:

a. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

G (g)	G_1 (g)	G' (g)	G_3 (g)

Trị số G và G_1 lấy từ mẫu thí nghiệm 1 của Bài 2: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO TOÀN PHẦN CỦA MẪU BÁNH NGỌT

b. Tính kết quả:

Hàm lượng tro không tan trong HCl $X_3(\%)$ được tính theo công thức:

$$X_3 = 100 \cdot \frac{G_3 - G'}{G_1 - G} (\%)$$

3.2. Xác định độ kiềm của tro:

3.2.1 Nguyên lý:

Hòa tan tro toàn phần trong một lượng acid thừa để trung hòa hết kiềm của tro, sau đó chuẩn độ lượng acid thừa bằng một dung dịch kiềm chuẩn. Từ đó xác định độ kiềm của tro trong mẫu.

3.2.2. Dụng cụ, hóa chất sử dụng:

- Nồi cách thủy.
- Erlen dung tích 100 – 150 ml.
- Burette.
- Nước cất.
- H_2SO_4 0,5N.
- NaOH 0,1N hoặc KOH 0,1N.
- Phenolphthalein 1% trong cồn 90° .

3.2.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 12):

- Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm.
- Hòa tan tro toàn phần trong chén nung bằng một thể tích $V_A = 20$ ml dung dịch H_2SO_4 có nồng độ $N_A = 0,5N$.
- Đun nóng trên nồi cách thủy sôi 10 – 15 phút, chuyển dung dịch vào erlen. Rửa sạch chén nung nhiều lần với nước cất cho đến khi nước rửa không còn phản ứng acid với giấy quỳ. Nước rửa tập trung hết vào erlen, để nguội.
- Cho vài giọt phenolphthalein vào dung dịch trong erlen này và chuẩn độ bằng dung dịch NaOH có nồng độ $N_B = 0,1N$ cho đến khi dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt. Đọc thể tích V_B sử dụng.

3.2.4. Kết quả:

a. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

G (g)	G_1 (g)	V_A (ml)	N_A	V_B (ml)	N_B

Trị số G và G_1 lấy từ mẫu thí nghiệm 2 của Bài 2: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO TOÀN PHẦN CỦA MẪU BÁNH NGỌT

b. Tính kết quả:

Độ kiềm của tro X_4 (%) được tính theo công thức:

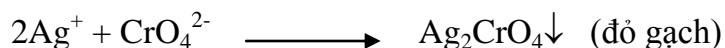
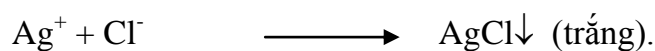
$$X_4 = 100 \cdot \frac{N_A \cdot V_A - N_B \cdot V_B}{G_1 - G} (\%)$$

Trong đó G, G_1 là trọng lượng mẫu bánh ngọt (mẫu 2 của bài thí nghiệm 2: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO TOÀN PHẦN).

Bài 4:**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG MUỐI ĂN TRONG MẪU NƯỚC MẮM****4.1 Nguyên lý:**

Chuẩn độ dung dịch mẫu bằng dung dịch AgNO_3 trong môi trường trung tính hoặc kiềm yếu ($\text{pH} = 6,5 - 10,5$) với chất chỉ thị là K_2CrO_4 . Khi Ag^+ tác dụng hết Cl^- trong mẫu chuẩn độ sẽ tiếp tục phản ứng với CrO_4^{2-} tạo kết tủa màu đỏ gạch, phản ứng chuẩn độ kết thúc.

Các phản ứng xảy ra:



Dựa vào nồng độ và thể tích của dung dịch AgNO_3 dùng, người ta tính hàm lượng của muối ăn (NaCl) trong mẫu.

4.2. Dụng cụ, hóa chất sử dụng:

- Erlen dung tích 200 – 250 ml
- Bình định mức dung tích 100 ml.
- Phễu.
- Burette.
- Pipette có bầu 10 ml, một hoặc hai vạch.
- Giấy lọc.
- Dung dịch AgNO_3 0,1N.
- CaCO_3 .
- HNO_3 loãng.
- K_2CrO_4 10% trong nước trung tính.
- Dung dịch NaHCO_3 0,01N và dung dịch acid acêtic 0,01N.
- Dung dịch phenolphtalein 1% trong etanol 60%.

4.3. Cách tiến hành:**4.3.1. Chuẩn bị mẫu phân tích:**

Dung dịch để xác định các chỉ tiêu hóa học là nước mắm nguyên được pha loãng 20 lần. Cách tiến hành như sau: lắc kỹ chai đựng mẫu thử, lọc tất cả nước

mắm qua giấy lọc vào một bình sạch, khô. Dùng pipette lấy chính xác lấy $V = 10\text{ml}$ nước mắm đã lọc và chuyển vào một bình định mức có thể tích $V_{\text{dm}} = 200\text{ml}$. Thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Dung dịch này chỉ được sử dụng trong thời gian 4 giờ kể từ khi pha xong.

4.3.2. Xác định hàm lượng muối ăn NaCl trong mẫu phân tích:

- Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm.
- Dùng pipette lấy $V_{\text{dm}} = 5\text{ml}$ nước mắm đã pha loãng cho vào erlen 150. Cho tiếp 20ml nước cất, 0,5ml phenolphtalein.
 - Nếu dung dịch trong erlen không màu thì dùng natri hydro carbonat 0,01N để trung hòa cho đến khi dung dịch có màu hồng. Sau đó nhỏ acid acêtic 0,01N cho đến khi mất màu hồng.
 - Nếu dung dịch trong erlen có màu hồng thì dùng acid acêtic 0,01N trung hòa cho đến khi mất màu.
- Thêm 0,5 ml dung dịch kali cromat.
- Dùng dung dịch AgNO_3 có nồng độ $C_N = 0,1\text{N}$ chuẩn dung dịch trong erlen đến khi toàn bộ dung dịch có màu đỏ nâu bền vững. Khi gần đến điểm tương đương phải thêm thật chậm AgNO_3 vào từng giọt một và lắc dung dịch chuẩn độ thật mạnh.
- Ghi thể tích V_{tt} của dung dịch AgNO_3 dùng trong chuẩn độ.

Làm tối thiểu 3 thí nghiệm.

4.4. Kết quả:

4.4.1. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

	Thí nghiệm 1	Thí nghiệm 2	Thí nghiệm 3	Trị số trung bình
V(ml)				
V_{dm}(ml)				
V_{cd}(ml)				
V_{tt}(ml)				
C_N				

4.4.2. Tính kết quả:

Hàm lượng muối ăn NaCl trong mẫu X(mg/1000 ml mẫu) được tính bằng công thức:

$$X = 1000 \cdot \frac{58,5 \cdot C_N \cdot V_{tt}}{V} \cdot \frac{V_{dm}}{V_{cd}} \quad (\text{mg/1.000 ml mẫu})$$

Trong đó:

58,5 : Phân tử lượng của NaCl.

C_N : Nồng độ đương lượng của dung dịch AgNO₃.

V_{tt} : Thể tích dung dịch AgNO₃ dùng trong chuẩn độ, ml.

V : Thể tích mẫu nước mắm ban đầu lấy đem chuẩn bị mẫu thử, ml.

V_{dm} : Thể tích dung dịch mẫu pha trong bình định mức, ml.

V_{cd} : Thể tích dung dịch mẫu lấy đi chuẩn độ, ml.

Bài 5:**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ACID TỔNG SỐ, ACID CỐ ĐỊNH, ACID ĐỂ BAY HƠI TRONG MẪU NƯỚC TRÁI CÂY****5.1. Xác định hàm lượng acid tổng số:****5.1.1 Nguyên lý:**

Dùng một dung dịch kiềm chuẩn (NaOH hoặc KOH) để trung hòa hết các acid trong thực phẩm, với phenolphtalein làm chỉ thị màu.

5.1.2. Dụng cụ, hóa chất sử dụng:

- Các dụng cụ thông thường dùng trong phân tích thể tích ở phòng thí nghiệm như : pipette, burette, erlen, becher, bình tia.
- Dung dịch NaOH 0,1N hoặc KOH 0,1N.
- Dung dịch phenolphtalein 1% trong cồn 90°.

5.1.3. Cách tiến hành:**a. Chuẩn bị mẫu thử:**

Nếu mẫu nước trái cây có màu sáng, có thể lấy trực tiếp V ml mẫu đem đi chuẩn độ trực tiếp. Nếu mẫu có màu sẫm, lấy V ml mẫu pha loãng với nước trung tính hoặc cồn trung tính để dễ nhận điểm chuyển màu khi chuẩn độ.

b. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 19):

- Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm.
- Dùng pipette lấy $V = 20\text{ml}$ mẫu nước trái cây cho vào erlen 150.
 - Nếu dung dịch trong erlen có màu sáng, thêm vào erlen vài giọt phenolphtalein.
 - Nếu dung dịch trong erlen có màu sẫm, pha loãng dung dịch mẫu này với nước trung tính hoặc cồn trung tính cho đến khi màu dung dịch nhạt bớt đi (thường pha loãng 2 hoặc 3 lần). Thêm vào erlen 2 - 4 giọt phenolphtalein.

- Lắc đều, đem chuẩn độ bằng dung dịch NaOH có nồng độ $C_B = 0,1N$ cho đến khi dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt bền vững, dùng chuẩn độ lại.
- Ghi thể tích V_B của dung dịch NaOH dùng trong chuẩn độ.

Làm lại thí nghiệm tối thiểu 3 lần.

5.1.4. Kết quả:

a. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

- Thể tích dung dịch mẫu dùng trong thí nghiệm: $V =$ (ml)
- Thể tích dung dịch NaOH dùng trong thí nghiệm: $V_B =$ (ml)

Thí nghiệm 1	Thí nghiệm 2	Thí nghiệm 3	Trị số trung bình

b. Tính kết quả:

Độ acid toàn phần X_1 (mg acid/100 ml mẫu) được tính bằng công thức:

$$X_1 = K.V_B.N_B \cdot \frac{100}{V} \text{ (mg acid/100 ml mẫu)}$$

Trong đó:

V_B , N_B : thể tích (ml) và nồng độ đương lượng dung dịch NaOH dùng trong chuẩn độ.

V : thể tích dung dịch mẫu lấy đi chuẩn độ, ml

K : hệ số của loại acid.

Với các loại nước trái cây, độ acid toàn phần được tính theo acid citric. Trong trường hợp này $K = 64$

5.2. Xác định hàm lượng acid cố định:

5.2.1 Nguyên lý:

Cô đến cạn mẫu nước trái cây ở nồi cách thủy sôi để các acid dễ bay hơi bốc hết, hòa tan cạn vào nước cất trung tính và chuẩn độ bằng một dung dịch kiềm chuẩn với Phenolphthalein làm chỉ thị màu.

5.2.2. Dụng cụ, hóa chất sử dụng:

- Các dụng cụ thông thường dùng trong phân tích thể tích ở phòng thí nghiệm như : pipette, burette, erlen, becher, bình tia.
- Dung dịch NaOH 0,1N hoặc KOH 0,1N.
- Nồi cách thủy.
- Dung dịch phenolphtalein 1% trong cồn 90°.

5.2.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 23):

- Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm.
- Dùng pipette lấy $V = 20\text{ml}$ mẫu nước trái cây cho vào erlen 150.
- Cô cạn dịch nước trái cây trong erlen này trên nồi cách thủy sôi.
- Lấy erlen ra, để nguội.
- Cho vào erlen này khoảng 20 ml nước cất trung tính để hòa tan cặn còn lại trong erlen. Thêm vào erlen 2 - 4 giọt phenolphtalein, lắc đều.
- Đem chuẩn độ dung dịch trong erlen bằng dung dịch NaOH có nồng độ $C_B = 0,1\text{N}$ cho đến khi dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt bền vững, dùng chuẩn độ lại.
- Ghi thể tích V_B của dung dịch NaOH dùng trong chuẩn độ.

Làm lại thí nghiệm tối thiểu 3 lần.

5.2.4. Kết quả:

a. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

- Thể tích dung dịch mẫu dùng trong thí nghiệm: $V =$ (ml)
- Thể tích dung dịch NaOH dùng trong thí nghiệm: $V_B =$ (ml)

Thí nghiệm 1	Thí nghiệm 2	Thí nghiệm 3	Trị số trung bình

b. Tính kết quả:

Độ acid cố định X_2 (mg acid/100 ml mẫu) tính bằng công thức:

$$X_2 = K \cdot N_B \cdot V_B \cdot \frac{100}{V} \quad (\text{mg acid/100 ml mẫu})$$

Trong đó:

V_B , N_B : thể tích (ml) và nồng độ đương lượng dung dịch NaOH dùng trong chuẩn độ.

V : thể tích dung dịch mẫu lấy đi làm thí nghiệm, ml

K : hệ số của loại acid.

Với các loại nước trái cây, độ acid toàn phần được tính theo acid citric. Trong trường hợp này $K = 64$

5.3. Xác định hàm lượng acid dễ bay hơi:**5.3.1 Nguyên lý:**

Các acid dễ bay hơi trong mẫu nước trái cây được tách ra bằng phương pháp cất kéo hơi nước rồi cho ngưng tụ lại trong một cốc thủy tinh. Chuẩn độ dung dịch ngưng tụ này bằng một dung dịch kiềm với phenolphthalein làm chỉ thị màu.

5.3.2. Dụng cụ, hóa chất sử dụng:

- Các dụng cụ thông thường dùng trong phân tích thể tích ở phòng thí nghiệm như : pipette, burette, erlen, becher, bình tia.
- Dụng cụ cất acid dễ bay hơi bằng hơi nước (hình 5.1 trang)
- Dung dịch NaOH 0,1N hoặc KOH 0,1N.
- Dung dịch phenolphthalein 1% trong cồn 90°.

5.3.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 21):

- Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm.
- Dùng pipette lấy $V = 20\text{ml}$ mẫu nước trái cây cho vào bình chứa của dụng cụ cất acid dễ bay hơi.
- Thêm nước cất vào để được thể tích dung dịch khoảng 50 ml.

- Đun nhẹ bình chứa dung dịch này đồng thời cho hơi nước sục vào dung dịch trong bình.
- Tiếp tục cất cho đến khi lượng dịch cất thu được khoảng 300 ml.
- Đun đến vừa sôi dịch cất để loại CO₂.
- Để nguội dịch cất, thêm vào 2 - 4 giọt phenolphthalein, lắc đều.
- Chuẩn độ dịch cất này bằng dung dịch NaOH có nồng độ C_B = 0,1N cho đến khi dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt bền vững, dùng chuẩn độ lại.
- Ghi thể tích V_B của dung dịch NaOH sử dụng.

Làm lại thí nghiệm tối thiểu 3 lần.

5.3.4. Kết quả:

a. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

- Thể tích dung dịch mẫu dùng trong thí nghiệm: V = (ml)
- Thể tích dung dịch NaOH dùng trong thí nghiệm: V_B = (ml)

Thí nghiệm 1	Thí nghiệm 2	Thí nghiệm 3	Trị số trung bình

b. Tính kết quả:

Độ acid dễ bay hơi X₃ (mg acid/100 ml mẫu) tính bằng công thức:

$$X_3 = K \cdot N_B \cdot V_B \cdot \frac{100}{V} \text{ (mg acid/100 ml mẫu)}$$

Trong đó:

V_B , N_B : thể tích (ml) và nồng độ đương lượng dung dịch NaOH dùng trong chuẩn độ.

V : thể tích dung dịch mẫu lấy đi làm thí nghiệm, ml

K : hệ số của loại acid.

Với các loại nước trái cây, độ acid toàn phần được tính theo acid citric. Trong trường hợp này K = 64

Bài 6:**ĐỊNH LƯỢNG PROTID THÔ TRONG MẪU NƯỚC MẮM BẰNG PHƯƠNG PHÁP KJELDAHL****6.1. Nguyên lý:**

Vô cơ hóa mẫu nước mắm bằng cách đun nóng mẫu với H_2SO_4 đậm đặc cùng chất xúc tác, sản phẩm thu được là dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Dùng NaOH để đuổi NH_3 ra khỏi dung dịch này bằng cách cất và thu NH_3 bằng một lượng dư dung dịch H_2SO_4 chuẩn, sau đó phần H_2SO_4 chuẩn dư sẽ được chuẩn độ bằng dung dịch NaOH chuẩn.

6.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử:

- Các dụng cụ thông thường dùng trong phân tích thể tích ở phòng thí nghiệm như : pipette, burette, erlen, becher, bình tia.
- Bình Kjeldahl.
- Bếp đun
- Bộ chung cất Kjeldahl (hình 6.1 hoặc 6.2 trang 30)
- H_2SO_4 đậm đặc ($d = 1,84$).
- Chất xúc tác:

K_2SO_4	50 g.
CuSO_4	3,5g
- NaOH 50% ($d = 1,33$) , không chứa carbonat.
- Chỉ thị màu Tashiro gồm:
 - Dung dịch A: Metil đỏ 0,10 g
Cồn 95° vừa đủ 100 ml.
Hòa tan ở nồi cách thủy sôi.
 - Dung dịch B: Dung dịch Metilen xanh 1% trong nước 4 ml.
Cồn 95° vừa đủ 100 ml

Khi dùng pha 1 thể tích dung dịch A với 1 thể tích dung dịch B.

Hỗn hợp chỉ thị màu này có màu xanh lục ở $\text{pH} > 5,5$, chuyển thành tím ở $\text{pH} < 5,5$. Chuyển màu ở giai đoạn màu xám bản ($\text{pH} = 5,5$). Trong trường hợp chuyển màu không rõ ràng, có thể thay đổi tỷ lệ pha chế giữa hai dung dịch để làm sao, khi chuyển màu thì màu xanh lục giảm từ từ và một giọt dung dịch chuẩn NaOH 0,1 N làm màu chuyển sang xám bản đột ngột và thêm một giọt nữa màu chuyển sang tím.

- Dung dịch Acid boric có pH = 5,5.
 Acid boric 40 g.
 Nước cất vừa đủ 1000 ml.

Hòa tan 40 g acid boric vào trong một ít nước nóng, sau khi để nguội, cho thêm nước vừa đủ 1000 ml. Điều chỉnh đến pH = 5,5 bằng NaOH 0,1N với hỗn hợp chỉ thị màu Tashiro cho đến màu xám bản (khoảng 13 ml).

- Dung dịch chuẩn H₂SO₄ 0,1 N hoặc HCl 0,1 N.
- Natri hyposulfit tinh khiết (Na₂S₂O₃) hoặc natri hypophosphit (NaH₂PO₄).

6.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 31):

- Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm.
- Dùng pipette lấy V = 10ml mẫu nước mẫu cho vào bình Kjeldahl.
- Thêm vào bình Kjeldahl 10 ml H₂SO₄ đậm đặc và khoảng 1g hỗn hợp CuSO₄ và K₂SO₄ (1 : 3).
- Thêm nước cất vào để được thể tích dung dịch khoảng 50 ml.
- Để nghiêng bình Kjeldahl trên bếp và đun từ từ cho đến khi dung dịch sôi. Tiếp tục đun cho đến khi dung dịch trong suốt, không màu hoặc có màu xanh lơ của CuSO₄. Để nguội.
- Chuyển dung dịch đã vô cơ hóa vào bình cầu của máy cất đạm, rửa bình Kjeldahl 2 lần với nước cất, nước rửa chuyển vào bình cầu.
- Trung hòa dung dịch trong bình cầu bằng NaOH 50% với chất chỉ thị màu là Tashiro), sau đó cho thêm 5 ml NaOH 50%.
- Tiến hành cất kéo hơi nước dung dịch trong bình trên bằng cách đun nhẹ bình chứa dung dịch đồng thời cho hơi nước sục vào dung dịch trong bình.
- Hơi nước ngưng tụ và NH₃ bay ra được hấp thu bằng một lượng thừa dung dịch H₂SO₄ có N_A = 0,1N chứa trong erlen, lưu ý đầu ống thiết bị ngưng tụ phải được cắm ngập sâu trong dung dịch.
- Khi nước ngưng tụ đi ra không còn NH₃ (thử bằng giấy pH), ngưng cất và lấy erlen ra.
- Thêm vào erlen 2 - 4 giọt phenolphthalein, lắc đều.

- Chuẩn độ dung dịch này bằng dung dịch NaOH có nồng độ $C_B = 0,1N$ cho đến khi dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt bền vững, dùng chuẩn độ lại.
- Ghi thể tích V_B của dung dịch NaOH sử dụng.

6.4. Tính kết quả:

6.4.1. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

V(ml)	V_A (ml)	N_A	V_B (ml)	N_B

6.4.2. Tính kết quả:

Hàm lượng nitơ toàn phần X (mg/100 ml mẫu) tính bằng công thức:

$$X = 14.(N_A V_A - N_B V_B) \frac{100}{V} \text{ (mg/100 ml mẫu)}$$

Trong đó:

N_A , V_A : nồng độ đương lượng và thể tích dung dịch H_2SO_4 cho vào erlen trước để kết hợp với NH_3 .

N_B , V_B : nồng độ đương lượng và thể tích dung dịch NaOH dùng để chuẩn độ H_2SO_4 thừa.

V : Thể tích mẫu lấy đi làm thí nghiệm, ml.

Bài 7:**ĐỊNH LƯỢNG PROTEIN TRONG MẪU THỰC PHẨM BẰNG
PHƯƠNG PHÁP STUTZER - BARNSTEIN.****7.1. Nguyên lý:**

Dùng nước để chiết protein trong thực phẩm sau đó kết tủa protein ở dịch chiết bằng CuSO_4 . Tách kết tủa, rửa sạch và định lượng ni tơ toàn phần trong kết tủa bằng phương pháp Kjeldahl.

7.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử:

- Các dụng cụ thông thường dùng trong phân tích thể tích ở phòng thí nghiệm như : pipette, burette, erlen, becher, bình tia,...
- Cân phân tích.
- Phễu và giấy lọc.
- Dung dịch CuSO_4 :

- CuSO_4	60 g
- Nước cất vừa đủ	1000ml
- Dung dịch NaOH:

- NaOH	12,5 g
- Nước cất vừa đủ	1000ml
- Dung dịch Kali ferocyanur:

- Kali ferocyanur	5 g
- Nước cất vừa đủ	100ml
- Dung dịch BaCl_2 :

- BaCl_2	10 g
- Nước cất vừa đủ	100ml

6.3.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau:

- Cân thật chính xác khoảng $P = 10\text{g}$ mẫu thực phẩm đã nghiền nhuyễn, cho vào cốc thủy tinh với 50 ml nước cất. Đun sôi.
- Cho vào dịch chiết 25 ml dung dịch CuSO_4 sau đó vừa khuấy vừa cho từ từ 25 ml dung dịch NaOH.

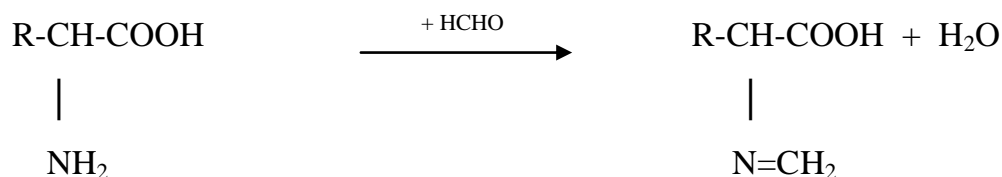
- Sau khi để kết tủa lắng yên, nước ở phía trên phải có phản ứng kiềm (thử với giấy quỳ) và phải có thừa Cu^{++} (phản ứng lên màu nâu với Kali ferocyanur).
- Gạn lọc bỏ lớp nước trên qua giấy lọc.
- Rửa tủa bằng nước cất và gạn lọc bỏ lớp nước trên qua giấy lọc.
- Khi nước lọc không còn Cu^{++} (thử bằng dung dịch Kali ferocyanur) hoặc SO_4^- (thử bằng dung dịch BaCl_2), đổ hết cả tủa lẫn nước trên giấy lọc. Tráng cốc nhiều lần với nước cất và đổ hết lên giấy lọc.
- Để ráo nước, cho kết tủa protein cùng với giấy lọc vào bình Kjeldahl và tiến hành định lượng ni tơ trong kết tủa theo phương pháp Kjeldahl.
- Tiến hành tiếp như bài 6.

6.4. Tính kết quả:

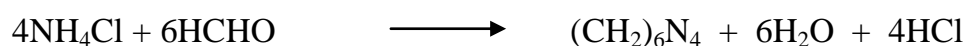
(Như bài 6)

Bài 8:**ĐỊNH LƯỢNG NITƠ ACID AMIN – ĐỊNH LƯỢNG NITƠ FORMOL.****8.1. Nguyên lý:**

Khi gặp formol (HCHO), nhóm $-NH_2$ của acid amin kết hợp với formol thành nhóm $-N=CH_2$ mất tính chất kiềm, làm cho nhóm $-COOH$ nổi bật lên và có thể được định lượng bằng một chất kiềm với P.P. làm chất chỉ thị.



Cần lưu ý các muối amonium (như NH_4Cl) ở dung dịch trung tính khi gặp formol cũng làm cho dung dịch trở thành acid do hình thành hexametylen tetramin và HCl theo phản ứng:



Do đó cũng định lượng được bằng một chất kiềm.

Do đó nếu trong mẫu thử có cả acid amin lẫn muối amonium thì nitơ formol là tổng của nitơ acid amin và nitơ amonium. Muốn có nitơ acid amin ta phải trừ đi nitơ amonium.

8.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử:

- Các dụng cụ thông thường dùng trong phân tích thể tích ở phòng thí nghiệm như : pipette, burette, erlen, becher, bình tia,...
- Formol trung tính. Trước khi sử dụng, formol cần được trung hòa bằng NaOH 0,2N với chất chỉ thị là P.P.
- Dung dịch phenolphthalein 1% trong cồn 90°.
- Dung dịch dinatri phosphat 0,1N (chứa 17,91g $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ / lít)
- Dung dịch NaOH 0,2N.
- Dung dịch $Ba(OH)_2$ bão hòa trong cồn metylic.
- $BaCl_2$ tinh thể.

6.4.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 35):

- Dùng pipette lấy chính xác $V = 20$ ml mẫu nước mắm cho vào bình định mức có thể tích $V_{dm} = 100$ ml với 50 ml nước cất, lắc mạnh trong 10 phút để hòa tan.
- Cho thêm vào bình 8 - 10 giọt phenolphthalein, khoảng 2g $BaCl_2$ và từng giọt $Ba(OH)_2$ cho đến khi có màu hồng nhạt.
- Thêm tiếp 5 ml $Ba(OH)_2$ để kết tủa các muối phosphat và carbonat.
- Cho nước cất vừa đủ 100 ml. Lắc đều và lọc.
- Lấy một thể tích $V_{cd} = 25$ ml dịch lọc, cho vào erlen với 20 ml dung dịch formol trung tính xong đem chuẩn độ bằng NaOH có nồng độ $N_B = 0,2N$ cho đến màu đỏ tươi ($pH = 9 - 9,5$). Đọc thể tích V_B của dung dịch NaOH sử dụng.
- Làm thêm 2 thí nghiệm nữa từ dung dịch lọc phần trên. Ghi kết quả.

6.4.4. Tính kết quả:

a. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

V(ml)	$V_{dm}(ml)$	$V_{cd}(ml)$	N_B

Thể tích dung dịch NaOH dùng trong thí nghiệm: $V_B =$ (ml)

V_B			
Thí nghiệm 1	Thí nghiệm 2	Thí nghiệm 3	Trị số trung bình

b. Tính kết quả:

Hàm lượng nitơ formol X(mg/100 ml chất thử):

$$X = 14 \cdot N_B \cdot V_B \cdot \frac{V_{dm}}{V_{cd}} \cdot \frac{100}{V} \text{ (mg/100 ml mẫu)}$$

Bài 9:**ĐỊNH LƯỢNG ĐƯỜNG LACTOZA VÀ SACCAROZA TRONG SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG****9.1. Nguyên lý:**

Lactoza là đường khử nên có thể định lượng trực tiếp bằng phương pháp Bertrand. Từ số ml KMnO_4 0,1 N dùng để chuẩn độ FeSO_4 hình thành trong thí nghiệm, tra bảng để có số mg đường lactoza có trong mẫu sữa đặc.

Saccaroza không có tính chất khử nên phải thủy phân thành glucoza và fructoza, sau đó tiến hành định lượng hai loại đường khử này. Từ kết quả định lượng trước và sau khi thủy phân mẫu có thể tính được hàm lượng đường lactoza và saccaroza trong mẫu sữa đặc có đường.

9.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử:

- Dụng cụ, vật liệu thông thường trong phòng thí nghiệm như: pipet, buret các loại, erlen, bêcher, phễu, giấy lọc,.....
- Cân phân tích.
- Phễu lọc thủy tinh G_4 .
- Nồi cách thủy.
- Nhiệt kế đo được đến 100°C .
- Dung dịch NaOH 20% ; 10% ; 1%.
- HCl tinh khiết ($d = 1,19$).
- Dung dịch khử tạp : Chì acêtat 30% hoặc Kali ferrocyanur 15% và kẽm acêtat 30%.
- Thuốc thử Fehling gồm:

Thuốc thử Fehling A:

- CuSO_4 tinh thể 69,28 g
- Nước cất vừa đủ 1000 ml

Lắc kỹ cho tan, nếu không tan thì cho thêm acid sulfuric và lắc kỹ.

Thuốc thử Fehling B:

- Kali natri tartrat 346 g
- NaOH 100 g
- Nước cất vừa đủ 1000 ml

Hòa tan 346 g kali natri tartrat trong 400 – 500 ml nước cất. Mặt khác, hòa tan 100 g NaOH trong 200 – 300 ml nước cất. Trộn hai dung dịch với nhau và thêm nước cất vừa đủ 1000 ml.

- Dung dịch sắt (III) sulfat :

- $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 50 g
- H_2SO_4 đậm đặc 200g
- Nước cất vừa đủ 1000 ml.

Hòa tan sắt (III) sulfat trong một lượng nước đủ để tan. Thêm vào từ từ, vừa cho vừa lắc đều 200 g acid sulfuric đậm đặc, để nguội và thêm nước vừa đủ 1000ml. Dung dịch này không được chứa sắt (II) oxyt hoặc sắt (II) muối do đó cần oxy hóa sắt (II) bằng cách nhỏ dung dịch KMnO_4 0,1 N vào cho đến khi có màu phớt hồng.

- Dung dịch KMnO_4 0,1 N.

- Dung dịch phenolphthalein 1% trong cồn 90°.

9.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 41):

9.3.1. Chuẩn bị mẫu thử:

- Cân chính xác khoảng $P = 25$ g mẫu sữa đặc có đường trong chén cân.
- Hòa tan lượng sữa vừa cân vào một ít nước nóng, đổ vào bình định mức dung tích $V_1 = 100$ ml.
- Rửa chén cân với một ít nước nóng, nước rửa dồn tất cả vào bình định mức.
- Cho nước cất nguội đến khoảng ba phần tư bình, lắc đều.
- Thêm 10 ml dung dịch chỉ acetat hoặc 5 ml dung dịch kali ferrocianur 15% và 5 ml dung dịch kẽm acetat 30% để khử tạp chất, lắc mạnh đều, làm nguội dưới vòi nước chảy.
- Trung hòa acid hữu cơ có trong dung dịch mẫu bằng dung dịch NaOH 10% đến pH 7 (kiểm tra bằng giấy pH).
- Thêm nước đến vạch định mức.
- Lắc đều, lọc.
- Lấy $v_1 = 10$ ml dung dịch lọc này cho vào bình định mức A có thể tích $V_2 = 100$ ml và pha thêm nước cất đến vạch định mức.

- Lấy $v_2 = 50$ ml dung dịch lọc cho vào bình định mức B có thể tích $V_3 = 100$ ml và pha thêm nước cất đến vạch định mức (dùng để định lượng đường saccarosa).

9.3.2. Cách thực hiện:

A. Định lượng lactoza:

- Cho vào erlen 250 ml:

Dung dịch Fehling A	10 ml
Dung dịch Fehling B	10 ml
- Đun sôi. Cho $v_3 = 10$ ml dung dịch trong bình A và khoảng 20 ml nước cất. Sau 3 phút toàn bộ dung dịch phải sôi.
- Giữ cho sôi đúng 2 phút kể từ khi bắt đầu sôi lại.
- Lấy bình ra và để nghiêng cho cặn đồng (I) oxyt lắng xuống. Dung dịch bên trên lớp cặn phải có màu xanh của đồng (II) hydroxyd.
- Khi kết tủa đồng (I) oxyd lắng xuống, gạn lấy phần nước bên trên và lọc qua phễu có lót giấy lọc.
- Cho nước đã đun sôi vào erlen và tiếp tục gạn lọc vào phễu cho đến khi nước trong bình erlen hết màu xanh. Trong quá trình gạn lọc chú ý tránh dùng để cho kết tủa rơi vào phễu và luôn luôn giữ một lớp nước đã đun sôi trên mặt kết tủa trong erlen và trong phễu.
- Lần gạn lọc cuối cùng, gạn hết nước và cho ngay vào erlen 20 ml dung dịch sắt (III) sulfat để hòa tan kết tủa đồng (I) oxyt.
- Rút hết nước trên phễu.
- Thay erlen cũ bằng bình mới. Đổ dung dịch sắt (III) sulfat đã hòa tan hết kết tủa đồng (I) oxit trong erlen lên trên lớp cặn còn lại trên phễu.
- Tráng erlen và rửa phễu bằng dung dịch sắt (III) sulfat cho đến khi không còn vết đồng (I) oxyt trong erlen và phễu.
- Cho nước chảy xuống hết bình lọc và rửa lại bằng nước cất đun sôi, hút cả xuống bình lọc. Chú ý là chỉ dùng khoảng 30 – 50 ml sắt (III) sulfat để hòa tan kết tủa đồng (I) oxyt, tráng bình và rửa phễu.
- Lấy bình lọc ra và chuẩn độ dung dịch sắt (II) hình thành bằng dung dịch KMnO_4 0,1 N cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt bền trong 15 giây.
- Ghi thể tích n_1 (ml) của dung dịch KMnO_4 0,1 N dùng.

6.4.4. Tính kết quả:**a. Kết quả thô:**

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

P(g)	V₁(ml)	v₁(ml)	V₂(ml)	v₃(ml)	n₁(ml)

b. Tính kết quả:

Từ thể tích n_1 (ml) của dung dịch KMnO_4 0,1 N dùng, tra bảng ta biết được lượng đường lactoza G (mg) có trong thể tích v_3 .

Hàm lượng lactoza X_1 (g) trong 100 g sữa đặc có đường:

$$X_1 = \frac{G \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot 100}{v_1 \cdot v_3 \cdot P \cdot 1000} \text{ (g/100g sữa đặc)}$$

B. Định lượng saccaroza:

Thực hiện các bước tương tự như trong phần định lượng đường lactoza, lượng mẫu làm thí nghiệm lấy trong bình B với thể tích là $v_4 = 10\text{ml}$.

- Ghi thể tích n_2 (ml) của dung dịch KMnO_4 0,1 N dùng.

6.4.4. Tính kết quả:**a. Kết quả thô:**

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

v₂(ml)	V₃(ml)	v₄(ml)	n₂(ml)

b. Tính kết quả:

Hàm lượng saccaroza X_2 (g) trong 100 g sữa đặc có đường:

$$X_2 = G' \times 0,95 / 1000$$

Trong đó:

G' là số mg đường nghịch chuyển tương ứng với số ml KMnO_4 sử dụng để định lượng đường saccaroza sau khi đã thủy phân thành đường nghịch chuyển, tính như sau:

* Thể tích V (ml) KMnO_4 dùng để định lượng lactoza trong 100 g mẫu là:

$$V = \frac{n_1 \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot 100}{v_1 \cdot v_3 \cdot P} \text{ (ml)}$$

* Thể tích V' (ml) KMnO_4 dùng để định lượng lactoza trong 100 g mẫu là:

$$V' = \frac{n_2 \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot 100}{v_1 \cdot v_2 \cdot v_4 \cdot P} \text{ (ml)}$$

Thể tích KMnO_4 0,1 N dùng để định lượng đường nghịch chuyển do thủy phân đường saccaroza trong 100 g sữa đặc có đường là $V' - V$.

0,95 là hệ số dùng để chuyển đường nghịch chuyển sang đường saccaroza.

Bài 10:**ĐỊNH LƯỢNG TINH BỘT THẬT TRONG MỘT MẪU BỘT.****10.1. Nguyên lý:**

Dùng cồn và ête để rửa sạch các tạp chất trong mẫu bột, xong đem mẫu bột hòa tan trong dung dịch HCl rồi kết tủa bằng cồn 96°. Rửa sạch, cân và từ đó tính ra hàm lượng tinh bột trong 100 g mẫu.

10.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử:

- Bình hút chân không bằng sứ: hút với vòi nước chảy.
- Phễu lọc sứ (Buchner).
- Bình định mức 100 ml.
- Giấy lọc tròn vừa với đáy phễu.
- Cân phân tích.
- Cồn tinh khiết 96°.
- Dung dịch cồn 10° ; 70°.
- Ete.
- HCl đậm đặc.

10.3. Cách tiến hành:

- Cân 2 g mẫu bột cho vào phễu sứ ở đáy đã lót lớp giấy lọc cắt tròn.
- Rửa mẫu bằng ete, bằng cồn rồi bằng nước, mỗi thứ hai lần, bằng cách hút chân không.
- Cho cạn và giấy lọc vào cốc thủy tinh + 11 ml nước cất + 14 ml HCl đậm đặc, khuấy kỹ.
- Chuyển dung dịch vừa khuấy vào bình định mức 100 ml. Rửa cốc thủy tinh và dồn hết nước rửa vào bình định mức, sau đó cho nước vừa đủ 100 ml và lọc.
- Hút 50 ml dịch lọc trên cho vào cốc thủy tinh, thêm 110 ml cồn 96° khuấy đều và để yên một đêm trong tủ lạnh (khoảng 10 – 12 giờ) để cho tinh bột kết tủa hết.
- Chuẩn bị hai miếng giấy lọc tròn bằng nhau, sấy khô trong cùng một điều kiện và cân.

- Lồng hai miếng giấy lọc với nhau, giấy số 1 để ở trên giấy số 2, để vào đáy phễu cho thật khít.
- Lọc kết tủa tinh bột bằng chân không và bằng cách lọc gạn. Rửa kết tủa với 200 ml cồn 70°, sau đó với cồn 96° cho đến khi hết phản ứng Cl^- (thử với bạc nitrat ở môi trường acid nitric).
- Tách thật khéo để hai miếng giấy lọc riêng rẽ (giấy số 1 phải giữ đầy đủ kết tủa, giấy số 2 làm mẫu đối chứng trắng). Sấy ở nhiệt độ 130°C trong một giờ, để nguội trong bình hút ẩm và cân.

10.4. Tính kết quả:

Với kết quả 2 lần cân:

Lần 1: Giấy lọc số 2 + 2 g = giấy lọc số 1 + P(g).

Lần 2: Giấy lọc số 2 + 2 g = giấy lọc số 1 + kết tủa + P'(g)

Thì hàm lượng tinh bột trong 100 g mẫu thực phẩm là:

$$X = (P - P') \cdot 100 (\%)$$

Bài 11:**ĐỊNH LƯỢNG CHẤT BÉO TỰ DO TRONG MẪU ĐẬU PHỘNG
BẰNG PHƯƠNG PHÁP SOXHLET.****11.1. Nguyên tắc:**

Dùng các dung môi hữu cơ như ete etylic, ete dầu hỏa, cloroform, benzen,... để hòa tan tất cả chất béo tự do trong mẫu đậu phộng. Sau khi để bay hơi hết dung môi, cân lượng mẫu còn lại sau khi chiết rút hết chất béo, từ đó tính ra được hàm lượng chất béo có trong 100g mẫu đậu phộng.

11.2. Hóa chất và thiết bị, dụng cụ:

- Ete.
- Thiết bị: Máy Soxhlet với ống giấy ép đựng mẫu thử (xem hình 8.1 trang 51).
- Cối chày sứ.
- Mặt kính đồng hồ.
- Cân phân tích.
- Bình hút ẩm.

11.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau (nội dung chi tiết xem ở phần lý thuyết trang 50):

11.3.1. Chuẩn bị mẫu để chiết rút lipid:

- Sấy mẫu đậu phộng ở nhiệt độ 105°C trong 3 giờ, để nguội trong bình hút ẩm, đậy nắp.
- Sấy ống giấy ép dùng đựng mẫu ở nhiệt độ 105°C trong 30 phút, để nguội trong bình hút ẩm, cân khối lượng ống giấy (G_b).
- Cho mẫu đã chuẩn bị trên vào ống giấy, cân chính xác khoảng 10g mẫu. Cân khối lượng ống giấy + mẫu (G_m).

11.3.2. Chuẩn bị mẫu trên máy Soxhlet:

- Đặt bình đun (1) lên nồi cách thủy (4).
- Lắp bình chiết (2) khớp với miệng của bình đun (1).
- Đặt ống giấy đựng mẫu vào đáy của bình chiết (2); lắp ống sinh hàn (3) khớp với miệng của bình chiết (2).
- Lắp các ống cao su cấp và thoát nước cho hệ thống sinh hàn.

- Cho ete vào bình đun (1) đến khoảng 2/3 dung tích của bình.
- Cho nước chảy vào hệ thống sinh hàn.

11.3.3. Chiết rút lipid trên máy Soxhlet:

- Bật bếp cách thủy, duy trì ở nhiệt độ 45°C – 50°C để đun sôi dung môi hữu cơ ở bình đun (1).
- Hơi dung môi theo xi phông (2a) vào ống sinh hàn gặp lạnh, ngưng thành giọt chảy xuống bình chiết (2), hòa tan chất béo trong nguyên liệu.
- Khi ete hòa tan chất béo trong bình chiết ngập xi phông (2b), ete chảy xuống bình đun (1).
- Ete được đun sôi tiếp tục, quá trình lặp lại như trên.
- Thời gian chiết rút chất béo trong khoảng từ 1 giờ 30 phút đến 2 giờ.
- Tháo bình chiết ra, hứng vài giọt ete trên lam kính, hơ nhẹ trên ngọn lửa đèn cồn để hơi ete bay hết, soi kính, nếu lam kính trong suốt là chất béo trong đậu phộng đã được chiết rút hết.
- Tắt bếp cách thủy, khóa nước máy, tháo ống sinh hàn.
- Lấy ống giấy đựng mẫu ra khỏi bình chiết, đặt vào nơi thoáng gió để ete bay hết. Sấy khô ống giấy đựng mẫu ở nhiệt độ 105°C cho đến khi khối lượng không đổi (khoảng 30 phút).
- Để nguội trong bình hút ẩm, cân, xác định khối lượng của ống và mẫu đã rút hết chất béo ở độ khô tuyệt đối (G_c).

11.4. Tính kết quả:

11.4.1. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

G_b	G_m	G_c

11.4.2. Tính kết quả:

Hàm lượng chất béo tự do X(%) trong mẫu đậu phộng:

$$X = 100 \frac{G_m - G_c}{G_m - G_b} (\%)$$

X : Hàm lượng chất béo tự do có trong nguyên liệu ở độ khô tuyệt đối (%).

G_m : Khối lượng ống giấy và mẫu ở độ khô tuyệt đối (gam).

G_c : Khối lượng ống giấy và mẫu đã chiết rút chất béo ở độ khô tuyệt đối (gam).

Bài 12:**ĐỊNH LƯỢNG CHẤT BÉO TỰ DO BẰNG PHƯƠNG PHÁP ADAM – ROSE - GOTTLIEB.**

(Thường dùng để định lượng chất béo trong thực phẩm lỏng.)

12.1. Nguyên lý:

Ở môi trường ammoniac và cồn, chiết xuất lipid bằng ête và ête dầu hỏa. Để bay hơi hết ête và ête dầu hỏa, cân lipid và từ đó tính ra hàm lượng lipid trong 100 g thực phẩm.

12.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử:

- Bình lắng gạn.
- Chén thủy tinh hoặc cốc cân có nút mài.
- Bình hút ẩm.
- Cân phân tích.
- Tủ sấy.
- Ete thường.
- Ete dầu hỏa.
- Dung dịch nước màu cochenille (cosoni) hoặc dung dịch phenolphtalein 1%.
- Dung dịch cồn amoniac:

* Cồn 90°	208,5 ml
* NH ₄ OH đậm đặc	7,5 ml
* Nước cất vừa đủ	250 ml

12.3. Cách tiến hành:

Thí nghiệm tiến hành qua các bước chính sau:

- Lấy một thể tích thực phẩm lỏng $V = 10$ ml cho vào bình lắng gạn chứa:
 - * Dung dịch cồn amoniac 10 ml
 - * Ete 11 ml
 - * Dung dịch nước màu cochenille hoặc 1 giọt dung dịch Phenolphtalein.
- Lúc đầu lắc khẽ, sau lắc mạnh dần và cuối cùng lắc thật mạnh.
- Để yên trong 30 phút, trong bình sẽ chia làm hai lớp:

- Lớp dưới là lớp amoniac hòa tan protid và các thành phần khác của thực phẩm.
 - Lớp trên là ête hòa tan chất béo và có lẫn một số chất khác.
- Tách lấy lớp ête, bỏ lớp dung dịch ammoniac hoặc giữ lấy để định lượng protid theo phương pháp kết tủa bởi acid.
 - Cho thêm vào lớp ête 10 ml ête dầu hỏa, lắc thật mạnh, rồi để yên 15 phút.
 - Phần lắng dưới đáy bình lắng gạn được lấy ra cho vào chung với lớp dung dịch amoniac đã lấy ra ở trên để định lượng protid nếu cần.
 - Chuyển hết phần ête vào chén thủy tinh đã sấy khô, cân. Khối lượng chén thủy tinh là P(g).
 - Rửa bình lắng gạn hai lần, mỗi lần với 5 ml ête và dồn hết cả vào chén thủy tinh.
 - Để bốc hơi ête ở nhiệt độ thường, sau đó cho vào tủ sấy 105°C trong 30 phút.
 - Lấy ra, để vào bình hút ẩm cho đến nguội và cân. Khối lượng chén thủy tinh có chứa lipid là P'(g).

12.4. Tính kết quả:

12.4.1. Kết quả thô:

Các kết quả có được khi thực hiện thí nghiệm:

V(ml)	P(g)	P'(g)

12.4.2. Tính kết quả:

Hàm lượng chất béo trong 100 ml thực phẩm lỏng, X(g/100 ml thực phẩm):

$$X = 100 \cdot \frac{P' - P}{V} \text{ (g/100 ml thực phẩm)}$$

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Bùi Quang Vinh, *Phân tích và quản lý hóa học mía đường*, NXB Nông nghiệp, TP Hồ Chí Minh- 1998.
2. Nguyễn Văn Đạt, Ngô Văn Tám, *Phân tích lương thực thực phẩm*, Bộ Lương Thực Thực Phẩm- 1974.
3. Phạm văn Sổ và Bùi Thị Như Thuận, *Kiểm nghiệm Lương thực Thực phẩm* Trường Đại Học Bách Khoa Hà Nội, Hà Nội- 1991.
4. GS.TS. Phạm Xuân Vượng, *Giáo trình kiểm tra chất lượng thực phẩm*, Sở Giáo dục và Đào tạo Hà nội, NXB Hà Nội- 2007.
5. *Thực hành Phân tích – Kiểm nghiệm Thực Phẩm* (Tài liệu của Khoa Công Nghệ Lương Thực Phẩm).

MỤC LỤC

Chương 1

PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU KIỂM NGHIỆM

1.1. Mục đích kiểm nghiệm	3
1.2. Phương pháp lấy mẫu	3
1.2.1. Các yêu cầu và phương pháp chung về lấy mẫu	3
1.2.2. Nguyên tắc gửi mẫu	4
1.2.3. Cách chuẩn bị mẫu thử	5
1.2.4. Các điều cần lưu ý thực hiện khi tiếp nhận mẫu thử	6

Chương 2

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM

2.1. Định nghĩa	7
2.2. Phương pháp kiểm nghiệm	7
2.2.1. Nguyên lý	7
2.2.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	7
2.2.3. Tiến hành thử	7
2.2.4. Tính kết quả	8

Chương 3

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO VÀ ĐỘ KIỀM CỦA TRO

3.1. Xác định hàm lượng tro	9
3.1.1. Định nghĩa	9
3.1.2. Phương pháp kiểm nghiệm	9
1.- Hàm lượng tro toàn phần	9
2.- Tro dưới dạng sulfat (tro sulfat)	10
3.- Hàm lượng tro không tan	11
3.2. Độ kiềm của tro	12
3.2.1. Định nghĩa	12
3.2.2. Xác định độ kiềm của tro	12
1. Nguyên lý	12
2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	12
3. Chuẩn bị mẫu thử	13
4. Tiến hành thử	13

Chương 4

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG MUỐI ĂN (NaCl)

4.1. Đại cương về phương pháp Mohr	15
------------------------------------	----

4.2. Xác định hàm lượng NaCl - Phương pháp Mohr	16
4.2.1. Nguyên lý	16
4.2.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	16
4.2.3. Chuẩn bị mẫu thử	17
4.2.4. Tiến hành thử	17
4.2.5. Tính kết quả	17

Chương 5

XÁC ĐỊNH ĐỘ CHUA (ĐỘ ACID)

5.1. Xác định độ acid toàn phần (acid chung)	19
5.1.1. Nguyên lý	19
5.1.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	19
5.1.3. Tiến hành thử	19
5.1.4. Tính kết quả	20
5.2. Xác định độ acid dễ bay hơi	20
5.1.1. Nguyên lý	21
5.1.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	21
5.1.3. Tiến hành thử	21
5.1.4. Tính kết quả	21
5.3. Xác định độ acid cố định	22
5.3.1. Nguyên lý	22
5.3.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	22
5.3.3. Tiến hành thử	22
5.3.4. Tính kết quả	22
5.4. Độ acid tự do của dầu mỡ	23
5.4.1. Nguyên lý	23
5.4.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	24
5.4.3. Tiến hành thử	24
5.4.4. Tính kết quả	24
5.5. Định tính các acid vô cơ (đặc biệt cho dấm)	25
5.5.1. Nguyên lý	25
5.5.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	25
5.5.3. Cách tiến hành	26

Chương 6

ĐỊNH LƯỢNG PROTID

6.1. Đại cương về Protid	28
6.2. Định lượng Protid thô – Phương pháp Kjeldahl	28
6.2.1. Nguyên tắc của phương pháp	28

6.2.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	29
6.2.3. Cách tiến hành	31
6.2.4. Tính kết quả	32
6.3. Định lượng Protein - Phương pháp Stutzer – Barnstein	33
6.3.1. Nguyên lý	33
6.3.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	34
6.3.3. Tiến hành thử	34
6.4. Định lượng nitơ acid amin - Phương pháp định lượng nitơ formol	34
6.4.1. Nguyên lý	34
6.4.2. Dụng cụ, vật liệu, thuốc thử	35
6.4.3. Tiến hành thử	35
6.4.4. Tính kết quả	35
6.5. Định lượng amoniac NH_3	36
6.5.1. Phương pháp định lượng bằng formol	36
6.5.2. Phương pháp định lượng bằng cách cất kéo hơi nước	36

Chương 7:

ĐỊNH LƯỢNG GLUCID

7.1. Đại cương	41
7.2. Các phương pháp kiểm nghiệm Glucid	41
7.2.1. Trường hợp trong thực phẩm chỉ chứa một loại đường	41
Phương pháp BERTRAND	
7.2.2. Trường hợp trong thực phẩm chứa nhiều loại đường	44
1.- Định lượng lactoza và saccaroza (như trường hợp sữa đặc có đường)	44
2.- Định lượng glucoza và saccaroza trong cùng một mẫu thực phẩm	45
7.2.3. Định lượng tinh bột thật	45

Bài 8

ĐỊNH LƯỢNG LIPID

8.1. Đại cương về Lipid	50
8.2. Nguyên nhân biến chất của Lipid	50
8.3. Định lượng Lipid	50
8.3.1. Định lượng chất béo tự do bằng phương pháp Soxlet	50
8.3.2. Định lượng Lipid toàn phần theo WEIBULL – STOLDT	53
8.3.3. Phương pháp xác định nhanh chóng theo GERBER	53
8.3.4. Phương pháp ADAM – ROSE – GOTTLIEB	54
8.4. Các kiểm nghiệm xác định tính chất đặc hiệu của dầu mỡ	56
8.4.1. Xác định tỷ trọng	56
8.4.2. Xác định chỉ số khúc xạ	57

8.4.3. Xác định chỉ số xà phòng hóa	58
8.4.4. Xác định chỉ số acid	59
8.4.5. Xác định chỉ số este	60
8.4.6. Xác định chất không xà phòng hóa:	60
8.5. Kiểm nghiệm xác định tình trạng hư hỏng của dầu mỡ.	63
8.5.1. Xác định độ chua	63
8.5.2. Xác định chỉ số peroxyd	63
8.5.3. Phản ứng Aldehyd (phản ứng Kreiss).	65

PHẦN THỰC HÀNH

Bài 1: XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM CỦA MỘT MẪU BÁNH NGỌT	68
Bài 2: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO TOÀN PHẦN CỦA MẪU BÁNH NGỌT	70
Bài 3: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO KHÔNG TAN TRONG HCl, ĐỘ KIỂM CỦA TRO CỦA MẪU BÁNH NGỌT	72
Bài 4: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG MUỐI ĂN TRONG MẪU NƯỚC MẮM	75
Bài 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ACID TỔNG SỐ, ACID CỐ ĐỊNH, ACID DỄ BAY HƠI TRONG MẪU NƯỚC TRÁI CÂY	78
Bài 6: ĐỊNH LƯỢNG PROTID THÔ TRONG MẪU NƯỚC MẮM BẰNG PHƯƠNG PHÁP KJELDAHL	83
Bài 7: ĐỊNH LƯỢNG PROTEIN TRONG MẪU THỰC PHẨM BẰNG PHƯƠNG PHÁP STUTZER – BARNSTEIN	86
Bài 8: ĐỊNH LƯỢNG NITƠ ACID AMIN – ĐỊNH LƯỢNG NITƠ FORMOL	88
Bài 9: ĐỊNH LƯỢNG ĐƯỜNG LACTOZA VÀ SACCAROZA TRONG SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG	90
Bài 10: ĐỊNH LƯỢNG TINH BỘT THẬT TRONG MỘT MẪU BỘT	95
Bài 11: ĐỊNH LƯỢNG CHẤT BÉO TỰ DO TRONG MẪU ĐẬU PHỘNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP SOXHLET.	97
Bài 12: ĐỊNH LƯỢNG CHẤT BÉO TỰ DO BẰNG PHƯƠNG PHÁP ADAM – ROSE - GOTTLIEB.	100