

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10494 : 2014

Xuất bản lần 1

**THỨC ĂN CHĂN NUÔI –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ AMONIAC**

Animal feeding stuffs – Determination of ammonia nitrogen content

HÀ NỘI - 2014

Lời nói đầu

TCVN 10494:2014 do Viện Chăn nuôi biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thức ăn chăn nuôi - Xác định hàm lượng nitơ amoniac

Animal feeding stuffs - Determination of ammonia nitrogen content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chung để xác định hàm lượng nitơ amoniac trong các loại thức ăn chăn nuôi giàu protein động vật (bột cá, bột thịt, bột thịt xương, bột lông vũ, bột phụ phẩm gia cầm...).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6952 (ISO 6498). *Thức ăn chăn nuôi. Chuẩn bị mẫu thử.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

3.1 Hàm lượng nitơ amoniac (ammonia nitrogen content).

Phần khối lượng của nitơ amoniac xác định được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Hàm lượng nitơ amoniac được biểu thị bằng số miligam nitơ trong 100 gam mẫu thử. Hàm lượng nitơ amoniac cũng có thể được biểu thị bằng phần trăm theo khối lượng.

4 Nguyên tắc

Dùng kiềm nhẹ và ít tan (MgO) đẩy các dạng nitơ bay hơi như amoniac, amin ra khỏi mẫu thử, chưng cất và thu dịch cất vào dung dịch chứa một lượng dư axit boric. Xác định hàm lượng nitơ amoniac bằng phương pháp chuẩn độ với dung dịch chuẩn axit sulfuric hoặc axit clohydric.

5 Thuốc thử và vật liệu thử

Tất cả hóa chất và thuốc thử được sử dụng phải thuộc loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương.

TCVN 10494:2014

5.1 Magie oxit, hỗn dịch 1 % (dạng đục như sữa).

Cho 1,0 g magie oxit vào bình nón, thêm 100 ml nước cất, lắc đều.

5.2 Dung dịch hấp thu, axit boric (H_3BO_3), 20 g/l.

5.3 Dung dịch chuẩn axit sulfuric (H_2SO_4), 0,005 M.

Có thể sử dụng dung dịch chuẩn là axit clohydric (HCl) 0,005 M.

5.4 Dung dịch chỉ thị hỗn hợp

5.4.1 Dung dịch metyl đỏ trong etanol 96 % (2 g/l)

5.4.2 Dung dịch metylen xanh trong etanol 96 % (1 g/l)

5.4.3 Chỉ thị hỗn hợp

Trước khi sử dụng, trộn hai dung dịch chỉ thị 5.4.1 và 5.4.2 trên với tỉ lệ thể tích bằng nhau để được dung dịch chỉ thị hỗn hợp.

5.5 Giấy chỉ thị pH

5.6 Chất chống sùi bọt (ví dụ như dầu parafin).

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thí nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

6.1 Cân phân tích có khả năng cân chính xác đến 0,001 g.

6.2 Máy nghiền phòng thí nghiệm

6.3 Sàng, có đường kính lỗ sàng 1,0 mm.

6.4 Thiết bị chưng cất Kjeldahl, loại bán vi lượng.

6.5 Máy lắc quay, vận hành ở tần số quay khoảng 35 r/min đến 40 r/min.

6.6 Bình nón, dung tích 100 ml.

6.7 Bình định mức, dung tích 100 ml.

6.8 Pipet bầu, dung tích 5 ml.

6.9 Micro buret, có khoảng chia độ 0,01 ml.

6.10 Phễu lọc, bằng thủy tinh, đường kính 75 cm.

6.11 Giấy lọc không chứa nitơ, loại trung bình (ví dụ Whatman No1 hoặc loại tương đương).

7 Lấy mẫu

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

Phương pháp lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 4325 (ISO 6497 [1]).

8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6952 (ISO 6498).

Từ mẫu phòng thử nghiệm (thường là 500 g), trộn đều, lấy ít nhất 100 g mẫu thử cho ngay vào hộp đựng mẫu và đậy nút thật kín.

CHÚ THÍCH: Nên tiến hành phân tích ngay sau khi mẫu được chuyển đến phòng thí nghiệm.

9 Cách tiến hành

9.1 Phân mẫu thử

Cân một lượng mẫu thử, tùy theo hàm lượng nitơ amoniac có trong mẫu.

Khối lượng phần mẫu thử nên lấy khoảng từ 5 g đến 10 g. Cân mẫu thử chính xác đến 1 mg.

9.2 Tiến hành xác định

9.2.1 Chuẩn bị dịch lọc mẫu

Cho toàn bộ lượng mẫu thử vào bình định mức dung tích 100 ml (6.7), thêm khoảng 50 ml nước cất, lắc nhẹ bằng tay trong 1 min, rồi lắc tiếp bằng máy lắc (6.5) trong 15 min hoặc để lắng 30 min ở nhiệt độ phòng. Thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều và lọc trên giấy lọc (6.11).

9.2.2 Chưng cất amoniac

Dùng pipet (6.8) lấy chính xác 5 ml dịch lọc mẫu thử (9.2.1) chuyển ngay vào bình cất của máy thiết bị chưng cất Kjeldahl (6.4), thêm tiếp 5 ml hỗn dịch magie oxit (5.1). Dung dịch phải có môi trường kiềm, thử bằng giấy chỉ thị pH (5.5), nếu không đạt yêu cầu thì phải thêm tiếp một lượng nhỏ magie oxit nữa. Thêm vài giọt chất chống sùi bọt (5.6), tráng phễu bằng một ít nước cất rồi nhanh chóng khóa máy lại và tiến hành chưng cất, thu hồi nitơ amoniac vào bình nón (6.6) đã chứa sẵn 10 ml dung dịch hấp thu (5.2) và 5 đến 6 giọt chỉ thị hỗn hợp (5.4). Tiến hành chưng cất trong 5 min. Khi kết thúc thời gian

TCVN 10494:2014

chưng cất, dùng giấy chỉ thị pH (5.5) để kiểm tra pH của dịch cất ở đầu ống ngưng. Nếu phản ứng vẫn kiềm tính thì tiếp tục chưng cất.

CHÚ Ý: Lấy ngay bình hứng ra khỏi thiết bị sau khi kết thúc quá trình chưng cất để tránh hiện tượng sục ngược trở lại của dịch cất.

9.2.3 Chuẩn độ

Chuẩn độ ngay lượng nitơ amoniac được giải phóng trong dịch cất (9.2.2) bằng dung dịch chuẩn axit sulfuric 0,005 M (5.3) đến khi dung dịch chuyển sang màu xanh tím.

9.2.4 Mẫu trắng

Tiến hành xác định mẫu trắng với các lượng hóa chất, theo trình tự tương tự như trên nhưng thay lượng mẫu thử bằng nước cất.

CHÚ THÍCH: Quy trình phân tích mẫu cũng có thể sử dụng dung dịch hứng là dung dịch chuẩn axit sulfuric 0,01 N thay cho dung dịch axit boric và chuẩn độ lượng axit sulfuric dư bằng dung dịch chuẩn natri hydroxit 0,01 N, khi đó điểm kết thúc chuẩn độ là khi dung dịch chuyển từ màu hồng sang màu xanh bền.

10 Tính kết quả

Tính hàm lượng nitơ amoniac của mẫu thử theo công thức sau:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,14}{m \times 5/100} \times 100$$

Trong đó:

- X là hàm lượng nitơ amoniac của mẫu thử, tính bằng miligam trên 100 gam (mg/100 g);
- V_1 là thể tích dung dịch axit sulfuric đã sử dụng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (ml);
- V_2 là thể tích dung dịch axit sulfuric đã sử dụng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);
- m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);
- 0,14 là số miligam nitơ ứng với 1 ml dung dịch axit sulfuric 0,005 M;

Kết quả của phép thử là trị số trung bình cộng của hai lần xác định đồng thời trên cùng một mẫu thử.
Báo cáo kết quả chính xác đến 1 mg/100 g.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ :

- Tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- Phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- Phương pháp đã sử dụng cũng như viện dẫn trong tiêu chuẩn này;
- Phương pháp xử lý mẫu đối với những mẫu đặc biệt, nếu có;

- Kết quả thu được;
- Tất cả các chi tiết về thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này cùng với chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.



THƯ MỤC TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] TCVN 4325 (ISO 6497). Thức ăn chăn nuôi - Lấy mẫu.
 - [2] Commission Directive 71/393/EEC.1971. Determination of volatile nitrogenous bases.B-Distillation.
-