

# Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng canxi

## Phần 1: Phương pháp chuẩn độ

### *Animal feeding stuffs – Determination of calcium content*

#### *Part 1: Titrimetric method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng canxi trong thức ăn chăn nuôi.

Phương pháp này có thể áp dụng cho tất cả các loại thức ăn chăn nuôi có hàm lượng canxi lớn hơn 1 g/kg.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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.

TCVN 4325:2007 (ISO 6497:2002), Thức ăn chăn nuôi – Lấy mẫu.

TCVN 6952:2001 (ISO 6498:1998), Thức ăn chăn nuôi – Chuẩn bị mẫu thử.

ISO 6490/2, Animal feeding stuffs – Determination of calcium content – Part 2: Atomic absorption spectrometric method (Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng canxi – Phần 2: Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử).

### 3 Nguyên tắc

Tro hoá phần mẫu thử, xử lý tro bằng axit clohydric và cho kết tủa canxi về dạng canxi oxalat. Hoà tan kết tủa trong axit sulfuric và chuẩn độ axit oxalic tạo thành bằng dung dịch kali permanganat thể tích chuẩn.

## 4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước ít nhất có độ tinh khiết tương đương.

4.1 **Axit clohydric**, khoảng 30 % (theo khối lượng) ( $\rho_{20} = 1,15$  g/ml).

4.2 **Axit nitric**, đậm đặc ( $\rho_{20} = 1,40$  g/ml).

4.3 **Axit sulfuric**, xấp xỉ 20 % (theo khối lượng), ( $\rho_{20} = 1,13$  g/ml).

4.4 **Dung dịch amoniac**, xấp xỉ 33 % (theo khối lượng) ( $\rho_{20} = 0,89$  g/ml).

4.5 **Amoni oxalat**, dung dịch bão hoà lạnh.

4.6 **Axit xitric ngậm một phân tử nước**, dung dịch 300 g/l.

4.7 **Amoni clorua**, dung dịch 50 g/l.

4.8 **Xanh bromocresol**, dung dịch 0,4 g/l.

4.9 **Kali permanganat**, dung dịch thể tích chuẩn,  $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1$  mol/l.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 **Lò nung điện**, có bộ phận thông khí, có khả năng duy trì ở  $550 \text{ }^\circ\text{C} \pm 20 \text{ }^\circ\text{C}$ .

5.2 **Chén nung**, làm bằng platin, silica hoặc bằng sứ.

5.3 **Phễu lọc thủy tinh**, loại có độ xốp P.16 (cỡ lỗ từ 10  $\mu\text{m}$  đến 16  $\mu\text{m}$ ).

5.4 **Nồi cách thủy**.

5.5 **Cốc có mỏ**, dung tích 250 ml.

5.6 **Bình định mức**, dung tích 250 ml.

5.7 **Cân phân tích**.

## 6 Lấy mẫu

Lấy mẫu phòng thử nghiệm theo qui định trong TCVN 4325:2007 (ISO 6497:2002).

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6952:2001 (ISO 6498:1998).

### 7.2 Phân mẫu thử

Cân khoảng 5 g phần mẫu thử (hoặc nhiều hơn, nếu cần) chính xác đến 1 mg, cho vào chén nung (5.2).

### 7.3 Xác định

**7.3.1** Tro hoá phần mẫu thử trong lò nung điện (5.1), được duy trì ở nhiệt độ  $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  cho đến khi các chất hữu cơ bị phá huỷ (thường 4 giờ là đủ). Nếu một số chất hữu cơ vẫn còn (các hạt màu đen), thì cho vài giọt axit nitric (4.2), làm khô trên bếp điện và hoá tro lại trong lò nung ở nhiệt độ  $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong 30 phút. Lặp lại thao tác này cho đến khi tất cả các chất hữu cơ bị phá huỷ. Chuyển tro vào cốc có mỏ 250 ml (5.5).

**7.3.2** Cho thêm 40 ml axit clohydric (4.1), 60 ml nước và một vài giọt axit nitric (4.2). Đem đun sôi và để sôi trong 30 phút. Làm nguội dung dịch và chuyển vào trong bình định mức một vạch 250 ml (5.6). Tráng, pha loãng bằng nước đến vạch, lắc đều và lọc để có được dung dịch thử.

**7.3.3** Dùng pipet, chuyển phần dung dịch thử (7.3.2) chứa từ 10 mg đến 40 mg canxi tương ứng với hàm lượng canxi mong muốn vào cốc có mỏ 250 ml (5.5). Thêm 1 ml dung dịch axit xitric (4.6) và 5 ml dung dịch amoni clorua (4.7). Pha loãng bằng nước đến khoảng 100 ml. Đun sôi, cho 10 giọt dung dịch xanh bromocresol (4.8) và 30 ml dung dịch amoni oxalat ấm (4.5). Nếu hình thành kết tủa, thì hoà tan bằng cách cho vài giọt axit clohydric (4.1).

Trung hoà bằng dung dịch amoniac (4.4) từ từ, khuấy liên tục cho đến khi pH đạt được từ 4,4 đến 4,6 (nghĩa là khi có dấu hiệu thay đổi màu). Đặt cốc có mỏ vào nổi cách thuỷ (5.4) và đun sôi 30 phút cho kết tủa lắng xuống. Lấy cốc có mỏ ra khỏi nổi cách thuỷ. Để 1 giờ và lọc qua phễu lọc thủy tinh (5.3).

Rửa cốc có mỏ và phễu lọc thủy tinh bằng nước cho đến khi loại bỏ hết amoni oxalat còn sót lại chứng tỏ không có mặt của clorua trong nước rửa.

Đặt phễu lọc thủy tinh vào cốc có mỏ 250 ml (5.5) hoặc bình cầu miệng rộng. Cho thêm 80 ml axit sulfuric (4.3) và đun nóng đến nhiệt độ từ  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  để hoà tan kết tủa.

**7.3.4** Chuẩn độ dung dịch nóng bằng dung dịch kali permanganat thể tích chuẩn (4.9) cho đến khi có màu hồng ổn định trong 1 phút.

### 7.4 Số lần xác định

Tiến hành hai lần xác định trên các phần mẫu thử được lấy từ cùng một mẫu thử.

## 8 Biểu thị kết quả

### 8.1 Phương pháp tính và công thức

Hàm lượng canxi, được biểu thị bằng gam trên kilogram mẫu, tính bằng công thức sau đây:

$$\frac{20,04 \times V \times c}{m} \times \frac{250}{V'}$$

trong đó

$V$  là thể tích của dung dịch kali permanganat thể tích chuẩn được dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit;

$c$  là nồng độ chính xác của dung dịch kali permanganat thể tích chuẩn, tính bằng mol trên lít.

$m$  là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;

$V'$  là thể tích của phần dịch lỏng lấy trong 7.3.3, tính bằng mililit;

Kết quả là trung bình cộng của các giá trị thu được trong hai lần xác định (xem 7.4) khi thỏa mãn yêu cầu về độ lặp lại (xem 8.2).

Báo cáo kết quả chính xác đến 1 g/kg.

### 8.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các giá trị thu được trong hai lần xác định, tiến hành đồng thời hoặc liên tục nhanh do cùng một người phân tích sẽ không được vượt quá:

1 g/kg (tuyệt đối) đối với các hàm lượng canxi nhỏ hơn 50 g/kg;

2 % (tương đối) đối với các hàm lượng canxi lớn hơn hoặc bằng 50 g/kg.

## 9 Chú ý cách tiến hành

9.1 Khi hàm lượng canxi rất thấp thì sử dụng phương pháp qui định trong ISO 6490/2.

9.2 Nếu mẫu chỉ chứa các chất khoáng, thì hoà tan chúng trong axit clohydric mà không tro hoá.

Đối với các sản phẩm như canxi nhôm phosphat khó hoà tan trong axit, thì trộn phần mẫu thử trong đĩa platin với một lượng hỗn hợp gồm các phần bằng nhau của kali cacbonat và natri cacbonat lớn gấp năm lần khối lượng phần mẫu thử. Đun nóng cẩn thận cho đến khi hỗn hợp tan chảy hoàn toàn. Để nguội rồi hoà tan trong axit clohydric.

**9.3** Nếu hàm lượng magiê của mẫu vượt quá hàm lượng canxi, hoặc trường hợp nhiều gấp đôi, thì cho kết tủa canxi oxalat lần thứ hai.

Xuất bản lần 2

## **10 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ các phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo cũng phải đề cập đến mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết các quả thử.

Báo cáo thử nghiệm cũng bao gồm mọi chi tiết nhận biết đầy đủ về mẫu thử.