

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6600:2000

ISO 6654:1991

THỨC ĂN CHĂN NUÔI – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG URE

Animal feeding stuffs – Determination of urea content

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 6600:2000 hoàn toàn tương đương với ISO 6654:1991;

TCVN 6600:2000 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F17 *Thức ăn chăn nuôi* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành;

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng ure

Animal feeding stuffs – Determination of urea content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp đo phổ để xác định hàm lượng ure trong thức ăn chăn nuôi.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 6498:1983, Thức ăn chăn nuôi – Chuẩn bị mẫu thử.

3 Định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này, áp dụng định nghĩa dưới đây:

Hàm lượng ure: Phần lượng chất thu được khi xác định theo qui trình qui định trong tiêu chuẩn này.

Phần lượng này được biểu thị dưới dạng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Làm mất màu dung dịch huyền phù của mẫu thử. Khuấy dung dịch và lọc. Thêm vào dịch lọc dung dịch 4-dimetyl-amino-benzaldehyd (4-DMAB) và đo độ hấp thụ bằng máy đo phổ ở bước sóng 420 nm.

5 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử đều phải có chất lượng tinh khiết phân tích. Nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Than hoạt hóa: không hấp phụ ure.

5.2 Dung dịch 4-dimetyl-amino-benzaldehyd (4-DMAB) được chuẩn bị như sau:

Hòa tan 1,6 g 4-DMAB trong 100 ml etanol 96 % (phần thể tích), thêm 10 ml axit clohydric đậm đặc ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) và khuấy đều.

TCVN 6600:2000

Dung dịch có thể giữ tối đa 2 tuần.

5.3 Dung dịch Carrez I

Hòa tan trong nước 24 g kẽm axetat dihydrat [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$] và 3 g axit axetic băng. Thêm nước cất cho đủ 100 ml và khuấy đều.

5.4 Dung dịch Carrez II

Hòa tan trong nước 10,6 g kali hexacyanoferrat (II) trihydrat (kali feroxyanua trihydrat) [$K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$]. Thêm nước cho đủ 100 ml và khuấy đều.

5.5 Ure, dung dịch chuẩn chứa 1 g ure trong 1 l.

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và đặc biệt là các loại sau đây:

6.1 Máy lắc, có khả năng làm việc ở tốc độ từ 30 r/min đến 40 r/min.

6.2 Phổ kế, thích hợp cho việc đo độ hấp thụ ở bước sóng 420 nm với cuvet có chiều dày là 10 mm.

6.3 Ống nghiệm, kích thước 160 mm x 16 mm, có nút mài thủy tinh.

6.4 Bình định mức, dung tích 100 ml và 500 ml.

6.5 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ ở 20 °C.

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu được đề cập đến trong một tiêu chuẩn khác.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu theo ISO 6498.

9 Cách tiến hành

9.1 Phần mẫu thử

Cân, chính xác đến 1 mg, khoảng 2 g mẫu thử (điều 8).

Đối với mẫu có hàm lượng ure lớn hơn 3 % (phần khối lượng), có thể giảm phần mẫu thử xuống 1 g hoặc pha loãng dung dịch mẫu (xem 9.2) để nồng độ không vượt quá 50 mg ure/500 ml.

Đối với mẫu có hàm lượng ure thấp, phần mẫu thử có thể tăng lên sao cho dịch lọc thu được phải trong và không có màu.

9.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

9.2.1 Chuyển phần mẫu thử (9.1) cùng 1 g than hoạt hóa (5.1) vào bình định mức 500 ml (6.4). Thêm 400 ml nước, 5 ml dung dịch Carrez I (5.3) và 5 ml dung dịch Carrez II (5.4). Lắc đều bình trên máy lắc (6.1) trong 30 min. Định mức đến vạch bằng nước, lắc đều và lọc từ từ qua giấy lọc định tinh.

9.2.2 Nếu dịch lọc vẫn có màu thì chuẩn bị lại dịch lọc như 9.2.1 nhưng tăng thêm lượng than hoạt hóa.

9.3 Lên màu

Dùng pipét hút 5 ml dịch lọc trong, không màu (9.2) cho vào ống nghiệm (6.3), dùng pipet hút thêm vào đó 5 ml dung dịch 4-DMAB (5.2).

Lắc đều và để đứng ống nghiệm trong nồi cách thủy 15 min ở nhiệt độ 20 °C.

9.4 Mẫu trắng

Chuẩn bị mẫu trắng song song với mẫu kiểm tra, các bước tiến hành tương tự và lượng các thuốc thử cho vào cũng tương đương như chuẩn bị mẫu thử chỉ khác là không có dịch mẫu.

9.5 Chuẩn bị đồ thị chuẩn

9.5.1 Dùng pipét lần lượt hút 1 ml, 2 ml, 4 ml, 5 ml và 10 ml dung dịch ure chuẩn (5.5) vào 5 bình định mức 100 ml (6.4). Định mức đến vạch bằng nước cất. Như vậy 1 ml dung dịch chuẩn này chứa lần lượt 10 µg, 20 µg, 40 µg, 50 µg và 100 µg ure.

9.5.2 Từ các dung dịch chuẩn này (9.5.1) dùng pipét hút chính xác lần lượt mỗi bình 5 ml cho vào 5 ống nghiệm (6.3). Thêm vào mỗi ống nghiệm 5 ml thuốc thử 4-DMAB (5.2) và lắc đều. Đo độ hấp thụ của các dung dịch ở bước sóng 420 nm trên máy đo phổ kế (6.2). Hiệu chỉnh với dung dịch chuẩn 5 ml thuốc thử 4-DMAB và 5 ml nước.

9.5.3 Dụng đồ thị chuẩn với trục tung là các giá trị độ hấp thụ và trục hoành là nồng độ ure tính theo µg/ml.

9.6 Đo phổ

Chuyển dung dịch mẫu thử đã chuẩn bị theo 9.3 vào cuvét và đo độ hấp thụ trên máy phổ kế ở bước sóng 420 nm, hiệu chỉnh với mẫu trắng (9.4).

CHÚ THÍCH Nếu mẫu chứa các hợp chất nitơ như các axit amin, thì tiến hành đo độ hấp thụ ở bước sóng 435 nm.

TCVN 6600:2000

9.7 Số phép xác định

Tiến hành xác định hai phép xác định các phần mẫu thử trên cùng một mẫu thử.

10 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ure có trong mẫu thử, tính theo phần trăm khối lượng, được biểu thị bằng công thức sau:

$$\frac{c}{20 \times m}$$

trong đó

c là lượng ure có trong dịch lọc của mẫu thử được xác định từ đường chuẩn (9.5.3), tính bằng $\mu\text{g/ml}$.

m là khối lượng mẫu thử (9.1), tính bằng g.

11 Báo cáo kết quả

Trong báo cáo kết quả phải ghi rõ phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo cũng phải đề cập đến những chi tiết thao tác không được nêu ra trong tiêu chuẩn này hoặc được phép lựa chọn, cùng với các chi tiết của bất kỳ yếu tố nào có ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo phải bao gồm tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết được toàn diện mẫu thử.
