**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO KHÔNG TAN TRONG AXÍT HCl TRONG THỨC ĂN CHĂN NUÔI BẲNG PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG**

**(DETRMINATION OF ASH INSOLUBLE HCl IN ANIMAL FEEDING STUFFS BY GRAVIMETRIC METHOD)**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Nhân viên biên soạn | Nhân viên xem xét | Nhân viên phê duyệt |
| Phạm Thị Kim Cúc | Trịnh Thị Minh Nguyệt | Trịnh Thị Minh Nguyệt |

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| STT | Vị trí | Nội dung sửa đổi | Ngày sửa đổi |
| **1** |  | Thay đổi format SOP | **20/10/2017** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

**A. GIỚI THIỆU**

**1. Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng tro không tan trong HCl trong thức ăn chăn nuôi bằng phương pháp trọng lượng.

**2. Tài liệu tham khảo**

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: ISO 5985:2002.

**3. Nguyên tắc**

Tro không tan trong acid: hòa tan phần tro tổng trong acid, lọc qua giấy lọc băng xanh, nung phần cặn thu được, cân.

**B. AN TOÀN TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM**

Nhân viên phân tích phải tuân thủ các quy định về an toàn khi làm việc trong phòng thí nghiêm sau:

* Phải mặc bảo hộ lao động khi làm việc trong phòng thí nghiệm: áo Blouse, găng tay, mắt kính và khẩu trang.
* Các hóa chất phải được để đúng nơi quy định.
* Các hóa chất phải được thao tác trong tủ hút.
* Các hóa chất thải phải được thu hồi vào bình thu hồi đúng chủng loại để chuyển giao cho đơn vị có chức năng xử lý.
* Tuân thủ các quy tắc về phòng chống cháy nổ trong công ty.

**C. THIẾT BỊ, DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT**

**Thiết bị**

a. Cân phân tích, độ chính xác 0,0001 mg

### b. Lò nung.

c. Chén sứ.

d. Bếp điện.

e. Bình hút ẩm.

f. Bộ lọc chân không

**Hóa chất**

           a. HCl

           b. Cát

**Dung dịch hóa chất:**

            a. HCl 3M: hút 250ml HCl đậm đặc vào bình định mức 1L đã chứa 500ml nước và định mức tới vạch bằng nước cất.

            b. Cát được sử lý bằng acid, sau đó sấy khô rồi nung 550oC trong 6 giờ.

HCl 3M

## D. KIỂM SOÁT QA/QC

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

* Mẫu Blank hóa chất
* Mẫu Lặp
* Mẫu recovery

## E. QUI TRÌNH THÍ NGHIỆM

**1. Chuẩn bị mẫu:**

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

**2. Xử lý mẫu:**

* Cân khoảng 5 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g, cho vào chén nung.
* Xác định phần tro tổng theo TCVN 4327:2007 hoặc AOC 942.05
* Chuyển tro được xác định ở trên vào cốc dung tích 250 ml đến 400 ml bằng 75 ml axit clohydric 3M.
* Đun cẩn thận đến sôi trên bếp điện và để sôi trong 15 min.
* Lọc dung dịch nóng qua giấy lọc không tro, rửa giấy lọc và cặn bằng nước nóng đến khi hết axit.
* Chuyển giấy lọc cùng với phần cặn vào chén nung mà chén nung này đã được đốt nóng trước ít nhất 30 min trong lò nung ở nhiệt độ 550 oC, được làm nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001 g
* Sấy chén chứa giấy lọc và cặn trong tủ sấy ở 103 oC trong 2 h, sau đó nung 30 min trong lò nung ở nhiệt độ 550 oC. Làm nguội chén đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm rồi cân nhanh với độ chính xác đến 0,001 g.

**2. Mẫu blank:**

Tiến hành giống E.2 nhưng chén không có chứa phần mẫu thử

**3. Mẫu recovery:**

Cân khoảng 20mg cát (ghi lại khối lượng cát) vào chén và tiến hành giống E.2

**4. Tính kết quả**

Hàm lượng tro không tan trong HCl tính bằng phần trăm theo công thức:

Tro không tan trong HCl, %=

Trong đó:

G: khối lượng chén nung, tính bằng (g)

G2: khối lượng chén nung + tro không tan trong HCl, tính bằng (g)

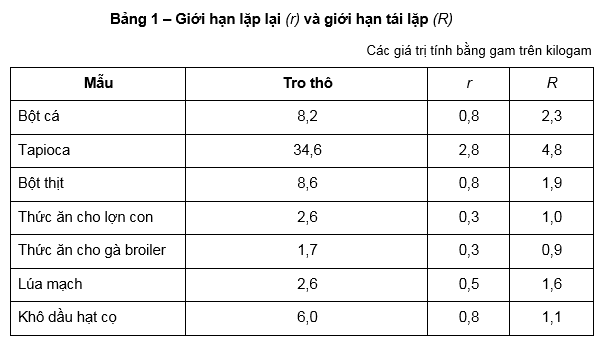
m: khối lượng mẫu thử, tính bằng (g)

100: hệ số tính ra phần trăm.

**D. ĐẢM BẢO KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM**

* Độ lập lại: chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, cùng một thiết bị, không quá 5% các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại (r) được nêu trong bảng 1

Bảng 1: giới hạn lập lại r và giới hạn tái lập R



* Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên vật liệu thử giống nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn tái lập (*R*) được nêu trong Bảng 1.

### **D. BÁO CÁO KẾT QUẢ**

### Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong bm.15.04b và BM.15.06