**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PROTEIN (CRUDE)**

**TRONG THỨC ĂN CHĂN NUÔI BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT (EA-IRMS)**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Nhân viên biên soạn | Nhân viên xem xét | Nhân viên phê duyệt |
| Nguyễn Ngọc Quân | Trần Minh Thứ | Trần Thái Vũ |

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| STT | Vị trí | Nội dung sửa đổi | Ngày sửa đổi |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. **TỔNG QUAN**
2. **Phạm vi áp dụng.**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng protein trong thức ăn chăn nuôi bằng phương pháp đốt được đo bởi đầu dò TCD( thermo conductivity detection).

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **STT** | **Chỉ tiêu** | **LOD, %** | **LOQ, %** |
| 1 | Protein | 1 | 3 |

1. **Tài liệu tham khảo.**

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo:

* Ref. AOAC 990.03

1. **Nguyên tắc.**

### Nito được giải phóng bằng cách đốt ở nhiệt dộ cao trong oxy tinh khiết được đo bằng đầu dò dẫn nhiệt và chuyển thành protein tương đương bằng hệ số thích hợp.

1. **Thông tin an toàn phòng thí nghiệm**

Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.

Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

1. **PHÂN TÍCH**
2. **Thiết bị và dụng cụ phân tích**
3. Thiết bị cơ bản

Cân phân tích 5 số.

Máy lắc nghiền mẫu

1. Thiết bị phân tích

EA-IRMS ( Thermo Fisher)

1. **Hoá chất và chất chuẩn**
2. Hoá chất.

* Khí helium 5.0 (carrier gas).
* Khí O2 5.0 (flash combustion gas).
* Khí N2 (working standard reference gas).

1. Chất chuẩn

* Chất chuẩn:

Protein standard OAS/Isotope (Element Microanalysis).

Acetanilide STD (Thermo Scientific)

Lysine-Monohydrochloride (SIGMA, 99%)

* Dãy chuẩn làm việc dựng theo chuân Acetanilide

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| ***Stt*** | ***Khôi lượng cân, mg*** | ***%N trong chuẩn*** | ***% N dãy chuẩn*** |
| 1 | 0.28 | 10.357 | 2.9 |
| 2 | 0.52 | 5.39 |
| 3 | 1.04 | 10.77 |
| 4 | 1.59 | 16.47 |
| 5 | 2.12 | 21.96 |
| 6 | 3.22 | 33.35 |

1. **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 method
* Mẫu QC phòng thí nghiệm: do trương nhóm quyết định

**VI. Xử lý mẫu**

1. Chuẩn bị mẫu.

Trích dẫn “Hướng dẫn công việc đồng nhất mẫu trong phòng thí nghiệm – HD.KT.022”

Điều kiện bảo quản mẫu.

1. Phương pháp tiến hành.

Mẫu được xay đồng nhất. Sau đó được ray qua màng 0.5mm. Nếu thấy mẫu vẫn chưa được đồng nhất hoàn toàn thì tiếp tục cho vào máy nghiền mẫu

**V. Phân tích**

1. Thông số thiết bị:

|  |  |
| --- | --- |
| **Ms** | |
| HV (KV) | 3.02 |
| Vac (mBar) | 1.4-1.8e-006 |
| **Temperature** | |
| Left Furnace ( oC) | 1020 |
| Right Furnace (oC) | 650 |
| Oven (oC) | 47 |
| **Flow/Timing** | |
| Carrier (ml/min) | 140 |
| Oxygen (ml/min) | 175 |
| Reference (ml/min) | 120 |
| Cycle( run time) (sec) | 400 |
| Sampling delay (sec) | 12 |
| Oxygen Injection End (sec) | 5 |

* Mẫu được cân với khối lượng phù hợp để tiến hành phân tích

1. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

Kết quả sẽ được nhân với hệ số thích hợp tuy nền mẫu đê xác định hàm lượng protein trong mẫu

protein, % (w/w) = % N 6.25



Or

% N 5.70 đối với hạt lúa mì



1. **KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

* Đồ thị thuyến tính tuyến tính ít nhất 5 điểm chuẩn với r2 ≥ 0.995
* Độ thu hồi: giá trị từ XNGTSD của phương pháp.

1. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

* Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:
* BM.15.04a/BM.15.04b
* BM.15.06