

# TỐI ƯU HÓA QUY TRÌNH PHÂN TÍCH TỔNG NITROGEN TRONG THỨC ĂN CHĂN NUÔI BẰNG THIẾT BỊ VELP-UDK 142

Optimize the process of determination of Nitrogen (total) in animal feed by VELP-UDK 142

Trần Thế Nam<sup>1</sup>

Lê Thị Thu Hà<sup>2</sup>

## Tóm tắt

Nghiên cứu tối ưu hóa quy trình phân tích tổng Nitrogen trong thức ăn chăn nuôi là nhiệm vụ cần thiết để nâng cao hiệu suất của thiết bị Velp-UDK 142. Với việc tối ưu acid  $H_2SO_4$  còn 7,0 (mL), khối lượng mẫu là 0,3 (gam), hỗn hợp xúc tác  $CuSO_4 \cdot K_2SO_4$  còn 1,0 (gam), dung dịch NaOH 20 (%) còn 50,0 (mL) và thời gian chưng cất là 3 (phút). Quy trình đã tiết kiệm được một lượng hóa chất và thời gian đáng kể, góp phần tăng lợi nhuận cho Trung tâm Phân tích – Kiểm nghiệm Trường Đại học Trà Vinh..

Từ khóa: Nito trong thức ăn chăn nuôi, phương pháp xác định Nito, thiết bị Velp-UDK 142, protein trong thức ăn chăn nuôi, phương pháp phân tích protein.

## 1. Đặt vấn đề

Là nguyên tố tồn tại dạng khí ở điều kiện bình thường và chiếm khoảng 78% khí quyển của trái đất, nitrogen giữ vai trò rất quan trọng trong thành phần của các hợp chất cấu tạo nên sự sống như các acid amin, acid nucleic, protein, ammonia, nitrate ...

Vì thế, nitrogen trở thành một trong những chỉ tiêu được quan tâm hàng đầu trong mọi hoạt động sống của con người: thực phẩm, nước uống, thức ăn chăn nuôi, ... Việc xác định hàm lượng nitrogen trong thức ăn chăn nuôi giúp quá trình kiểm soát hàm lượng dinh dưỡng được tối ưu và tiết kiệm hơn.

Ngày nay, các trung tâm phân tích – kiểm nghiệm thường sử dụng phương pháp Kjeldahl

<sup>1</sup> Kỹ sư Công nghệ Hóa học, Chuyên viên Phòng Thí nghiệm Trung tâm Phân tích – Kiểm nghiệm TVU, Khoa Hóa học Ứng dụng

<sup>2</sup> Cử nhân Hóa học, Chuyên viên Phòng Thí nghiệm Trung tâm Phân tích – Kiểm nghiệm TVU, Khoa Hóa học Ứng dụng

## Abstract

Optimizing the process of determination of Nitrogen (Total) in animal feed is essential in order to increase the efficiency of Velp-UDK 142 equipment. By optimizing, the amount of acid sulfuric  $H_2SO_4$  is down to 7,0 (mL), mass of sample is 0,3 (gam), mixed  $CuSO_4 \cdot K_2SO_4$  is 1,0 (gam), sodium hydroxide 20 (%) is down to 50,0 (mL) and the time of distillation is 3 (minutes). The process has saved a substantial amount of chemicals and time contributing to the increase of profits for TVU's Analysis-Testing Center.

Keywords: Nitrogen in animal feed, method to determination of nitrogen, Velp-UDK 142 equipment, Protein in animal feed, method to determination of protein.

để xác định hàm lượng nitrogen trong thức ăn chăn nuôi theo các tiêu chuẩn khác nhau như TCVN 4328-1:2007, ISO 5983-1:2005, AOAC 954.01:2007,... Tuy nhiên, hầu hết các tiêu chuẩn đều hướng dẫn những nguyên lý cơ bản nên khi vận dụng vào từng phòng thí nghiệm khác nhau, thiết bị khác nhau sẽ cần có những thay đổi sao cho phù. Do đó, nghiên cứu “Tối ưu hóa quy trình phân tích tổng Nitrogen trong thức ăn chăn nuôi bằng thiết bị Velp-UDK 142” góp phần giúp cho quá trình phân tích tiết kiệm hơn và lợi nhuận kinh doanh được tăng lên.

## 2. Nội dung nghiên cứu

### 2.1. Phương pháp nghiên cứu

Quá trình nghiên cứu dựa trên phương pháp phân tích Nitrogen theo TCVN 4328-1:2007.

Bảng 1. Các thao tác phân tích Nitrogen theo TCVN 4328-1:2007

Các bước thực hiện	Vấn đề	Hướng giải quyết
- Cân mẫu: 0,5 – 2,0 (gam)	Lượng mẫu quá nhiều sẽ làm thời gian phá mẫu tăng và hao tổn lượng acid phá mẫu.	Khảo sát lượng mẫu tối ưu để giảm thời gian phá mẫu và lượng acid phá mẫu.
- Thêm xúc tác: 15 (gam) $K_2SO_4$ , 1,2 (gam) $CuSO_4$ , bi thủy tinh	Lượng xúc tác thường dư rất nhiều, đôi khi kết tinh lại.	Khảo sát lượng xúc tác tối ưu để tránh lãng phí hóa chất.
- Thêm 25 (mL) $H_2SO_4$ đậm đặc	Lượng acid thường dư nhiều, nên cân một lượng lớn dung dịch NaOH 33% để trung hòa.	Khảo sát lượng acid tối ưu nhằm tiết kiệm $H_2SO_4$ .
- Gia nhiệt phá mẫu bằng thiết bị DK6 của Velp	Không vấn đề.	Không khảo sát.
- Trung hòa $H_2SO_4$ còn dư sau khi phá mẫu bằng dung dịch NaOH 33%	Dung dịch NaOH quá đậm đặc, thường làm cho đường ống và bơm bị nghẹt, phải tốn nhiều nước cất để xúc rửa sau mỗi lần phân tích.	Cần giảm nồng độ NaOH và khảo sát thể tích tối ưu để trung hòa lượng acid dư.
- Chung cất Ammonia trong 3 phút 30 giây	Thời gian chung cất vẫn còn lâu.	Khảo sát để tìm thời gian tối ưu nhằm rút ngắn thời gian phân tích.

## 2.2. Thiết bị - dụng cụ - hóa chất

Bảng 2. Thiết bị - dụng cụ - hóa chất sử dụng

Tên gọi	Số lượng	Xuất xứ
<b>Thiết bị</b>		
Thiết bị phá mẫu DK6	01	Velp – Ý
Thiết bị chung cất mẫu UDK 142	01	Velp – Ý
<b>Dụng cụ</b>		
Ống Kjeldahl	06	Velp – Ý
Beaker 250 mL	02	Merck
Pipet 50 mL	01	Merck
Pipet 10 mL	01	Merck
Pipet nhựa	02	Việt Nam
Buret 50 mL	01	Merck
Erlen 250 mL	02	Việt Nam
Bình định mức 1000 mL	01	Merck
Muỗng thủy tinh	01	Việt Nam
Bi thủy tinh	500 gam	Việt Nam
<b>Hóa chất</b>		
Acid $H_2SO_4$ đậm đặc	500 mL	Việt Nam
$K_2SO_4$	500 gam	Việt Nam
$CuSO_4$	500 gam	Việt Nam
NaOH	500 gam	Việt Nam
Acid $H_2SO_4$ chuẩn 0,1 M	Ống	Việt Nam
Methyl red	100 gam	Merck
Bromcresol green	100 gam	Merck

### 2.3. Bố trí thí nghiệm

- Khảo sát lượng mẫu phân hủy khi cố định lượng acid  $H_2SO_4$  và xúc tác.

Quá trình khảo sát được thực hiện trên nền mẫu thức ăn chăn nuôi có hàm lượng nitrogen là 137,1 (g/kg) tương ứng với 13,71 (%). Thể tích  $H_2SO_4$  được chọn là 7 (mL) và khối lượng hỗn hợp xúc tác được giảm còn 1 (gam).

**Bảng 3. Bố trí thí nghiệm khảo sát khối lượng mẫu tối ưu**

Thí nghiệm	Thể tích $H_2SO_4$ (mL)	Khối lượng hỗn hợp xúc tác (gam)	Khối lượng mẫu (gam)
01	7,0 mL	1,0 gam	0,1
02			0,3
03			0,5
04			0,7
05			0,9

- Khảo sát lượng hỗn hợp xúc tác tối ưu cho quá trình phân hủy mẫu

Thí nghiệm được thực hiện trên nền mẫu 137,1 (g/kg) nitrogen, acid  $H_2SO_4$  là 7 (mL) và khối lượng mẫu từ bố trí thí nghiệm lượng mẫu tối ưu.

**Bảng 4. Bố trí thí nghiệm khảo sát khối lượng hỗn hợp xúc tác tối ưu**

Thí nghiệm	Thể tích $H_2SO_4$ (mL)	Khối lượng hỗn hợp xúc tác (gam)	Khối lượng mẫu (gam)
01	7,0 mL	0,5	Khối lượng mẫu tối ưu
02		1,0	
03		1,5	
04		2,0	
05		2,5	

- Khảo sát lượng dung dịch NaOH tối ưu trung hòa acid  $H_2SO_4$  dư.

Dung dịch trung hòa lượng acid dư có hai thông số chính: nồng độ và thể tích. Quá trình tăng hay giảm nồng độ sẽ làm cho thể tích giảm hoặc tăng theo. Do nồng độ NaOH 33 (%) quá đậm đặc nên nồng độ được chọn để dung dịch NaOH phù hợp với đường ống và bơm của thiết bị là 20 (%). Từ đây, quá trình khảo sát dung dịch NaOH sẽ dựa trên thể tích sử dụng.

Các thí nghiệm được tiến hành với thể tích acid  $H_2SO_4$  vẫn là 7 (mL), hỗn hợp xúc tác tối ưu, cùng với khối lượng mẫu tối ưu.

**Bảng 5. Bố trí thí nghiệm khảo sát lượng NaOH tối ưu**

Thí nghiệm	Thể tích $H_2SO_4$ phân hủy mẫu (mL)	Thể tích NaOH 20% (mL)
01	7,0 mL	10,0
02		20,0
03		30,0
04		40,0
05		50,0

- Khảo sát thời gian chưng cất tối ưu

Thời gian khảo sát được tiến hành trên nền mẫu 137,1 (g/kg) nitrogen, 7 (mL) acid  $H_2SO_4$ , khối lượng tối ưu của hỗn hợp xúc tác, thể tích dung dịch NaOH 20 (%) tối ưu và khối lượng mẫu tối ưu.

**Bảng 6. Bố trí thí nghiệm khảo sát thời gian chưng cất tối ưu**

Thí nghiệm	Thời gian chưng cất (phút)
01	2 phút
02	2 phút 30 giây
03	3 phút
04	3 phút 30 giây
05	4 phút

### 2.4. Đánh giá kết quả

Kết quả mẫu nền trong quá trình nghiên cứu được phân tích song song với mẫu chuẩn, từ đó thu được kết quả chính xác của mẫu nền. Các kết quả khảo sát được đánh giá dựa trên hiệu suất thu hồi của mẫu nền. Hiệu suất thu hồi cao thì đạt, nếu hiệu suất thu hồi thấp thì không đạt.

## 3. Kết quả nghiên cứu

### 3.1. Khảo sát lượng mẫu phân hủy khi cố định lượng acid $H_2SO_4$ và xúc tác

Với 7 (mL)  $H_2SO_4$ , 1 (gam) hỗn hợp xúc tác thì lượng mẫu tối ưu là 0,3 đối với nền mẫu có hàm lượng nitrogen là 137,1 (g/kg). Khi tăng khối lượng mẫu thì lượng acid và xúc tác không đủ để phân hủy mẫu hoàn toàn nên hiệu suất thu hồi không đạt. Ngược lại, lượng mẫu ít hơn 0,3 có thể làm tăng sai số cân cũng như tính chất đồng đều của mẫu.

**Bảng 7. Kết quả thí nghiệm khảo sát khối lượng mẫu tối ưu**

Thí nghiệm	Thể tích $H_2SO_4$ (mL)	Khối lượng hỗn hợp xúc tác (gam)	Khối lượng mẫu (gam)	Hiệu suất thu hồi (%)
01	7,0 mL	1,0 gam	0,1	99,5
02			0,3	99,4
03			0,5	99,1
04			0,7	85,4
05			0,9	80,2

Thể tích acid được chọn tối thiểu là 7 (mL) vì nếu thấp hơn sẽ không đảm bảo điều kiện ngâm mẫu và thời gian gia nhiệt phá mẫu sẽ làm cho ống mẫu khô đi. Ngược lại, thể tích acid lớn hơn 7 (mL) sẽ làm dư thừa acid quá nhiều. Điều đó làm tổn thất lượng dung dịch NaOH trung hòa.

Lượng hỗn hợp xúc tác cũng được giảm còn 1 (gam) đủ để hỗ trợ phân hủy mẫu và tránh sự lãng phí khi cho quá nhiều.

### 3.2. Khảo sát lượng hỗn hợp xúc tác tối ưu cho quá trình phân hủy mẫu

Qua quá trình khảo sát, lượng hỗn hợp xúc tác lớn hơn 1 (gam) thì dung dịch sau khi phá mẫu vẫn còn tình trạng đông đặc do dư xúc tác. Trong khi đó, lượng xúc tác thấp hơn 1 (gam) thì hiệu suất thu hồi không cao do không đủ lượng xúc tác.

**Bảng 8. Kết quả thí nghiệm khảo sát lượng hỗn hợp xúc tác tối ưu**

Thí nghiệm	Khối lượng hỗn hợp xúc tác (gam)	Hiệu suất thu hồi (%)
01	0,5	92,4
02	1,0	99,5
03	1,5	99,5
04	2,0	99,5
05	2,5	99,5

### 3.3. Khảo sát lượng dung dịch NaOH tối ưu trung hòa acid H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dư

Để trung hòa lượng acid dùng để phân hủy 0,3 gam mẫu chứa 137,1 (g/kg) nitrogen, thì cần 50 (mL) dung dịch NaOH 20 (%). Lượng NaOH thấp hơn 50 (mL) không đủ để trung hòa hết acid và tạo môi trường kiềm để chưng cất ammonium, nên không có ammonia bay ra trong suốt quá trình chưng cất. Vì vậy, hiệu suất thu hồi bằng không. Tránh sử dụng quá nhiều lượng NaOH nhằm tiết kiệm

chi phí phân tích nitrogen trong thức ăn gia súc.

**Bảng 9. Kết quả thí nghiệm khảo sát lượng NaOH tối ưu**

Thí nghiệm	Thể tích NaOH 20% (mL)	Hiệu suất thu hồi (%)
01	10,0	0
02	20,0	0
03	30,0	0
04	40,0	0
05	50,0	99,5

### 3.4. Khảo sát thời gian chưng cất tối ưu

Ba phút là thời gian tối ưu để chưng cất 0,3 (gam) mẫu có hàm lượng nitrogen là 137,1 g/kg. Tương ứng với các thông số 7 (mL) acid, 50 (mL) dung dịch NaOH 20 (%).

**Bảng 10. Kết quả thí nghiệm khảo sát lượng NaOH tối ưu**

Thí nghiệm	Thời gian chưng cất	Hiệu suất thu hồi (%)
01	2 phút	95,1
02	2 phút 30 giây	98,9
03	3 phút	99,6
04	3 phút 30 giây	99,6
05	4 phút	99,5

## 4. Kết luận

Quá trình tối ưu hóa quy trình phân tích tổng nitrogen trong thức ăn chăn nuôi bằng thiết bị Velp – UDK 142 đạt được kết quả khả quan như sau: hàm lượng acid H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> giảm xuống còn 7 (mL), lượng hỗn hợp xúc tác còn 1 (gam), khối lượng mẫu tối ưu là 0,3 (gam), nồng độ dung dịch NaOH giảm xuống còn 20 (%) với thể tích trung hòa acid dư là 50 (mL) và thời gian chưng cất là 3 phút. Nghiên cứu đã giúp Trung tâm Phân tích – Kiểm nghiệm TVU tiết kiệm đáng kể lượng hóa chất sử dụng và thời gian phân tích mẫu, góp phần tăng lợi nhuận cho Trung tâm trong tương lai.

## Tài liệu tham khảo

- AOAC international. 2007. *Protein (Crude) in Animal Feed and Pet Food*.
- Behr Labor-Technik. 2010. *Determination of Nitrogen with the Kjeldahl method*.
- Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng Việt Nam. 2007. *Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng Nito và tính hàm lượng Protein thô*.
- Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng Việt Nam. 2013. *Thực phẩm và thức ăn chăn nuôi – Hướng dẫn chung về xác định hàm lượng Nito bằng phương pháp Kjeldahl*.