استاندارد روش اندازه‌گیری اوره و ازت آمونیاکی در خوراک دام و طیور

1 ـ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشهای اندازه‌گیری اوره و ازت آمونیاکی در خوراک دام و طیور می‌باشد .

2 ـ دامنه کاربرد

این استاندارد جهت اندازه‌گیری اوره و ازت آمونیاکی در خوراک دام و طیور کاربرد دارد .

3 ـ نمونه‌برداری

طبق استانداردهای روش نمونه‌برداری در مواد غذائی عمل شود .

4 ـ روش کار

4-1- اندازه‌گیری اوره به طریق اسپکتروفتومتری

4-1-1- وسایل مورد نیاز

ـ اسپکتروفتومتر با حداکثر باند 2/4 در طول موج 420^{nm} با سلهای یک سانتیمتری

4-1-2- معرفها و مواد مورد نیاز :

4-1-2-1- محلول پارادی متیل آمینوبنزالدئید [1]

16 گرم پارادی متیل آمینو بنزالدئید را در یک لیتر الکل و 100 میلی‌لیتر اسید کلریدریک حل نمائید . این محلول برای یک ماده پایدار می‌ماند .

4-1-2-2- اسید استیک

4-1-2-3- محلول استات روی : 22 گرم استات روی $Zn(OAC,)_2\ 2H2O$ را در آب حل کرده و 3 میلی‌لیتر اسید استیک بآن اضافه نمائید سپس آن را تا حجم 100 میلی‌لیتر رقیق نمائید .

4-1-2-4- محلول فروسیانور پتاسیم : 10/6 گرم فروسیانور پتاسیم $K_2Fe(CN,)_6$ 3H2O را در آب حل کرده و به حجم 100 میلی‌لیتر برسانید .

4-1-2-5- زغال اکتیو ـ (G - 60)

4-1-2-6- محلول بافر فسفات با PH = 7

4-1-2-7- محلولهای استاندارد اوره :

الف : محلول استاندارد اولیه با غلظت 5ml/mg

5 گرم اوره را با دقت یک میلی‌گرم در آب حل کرده و سپس آن را تا حجم یک لیتر برسانید .

ب : محلولهای استاندارد مورد استفاده با غلظتهای 0/2 , 0/4 , 0/6 , 0/8 , 1 , 1/2 , 1/4 , 1/6 , 1/8 و 2 میلی‌گرم اوره در 5 میلی‌لیتر : به ترتیب 20,18,16,14,12,10,8,6,4,2 میلی‌لیتر از محلول اولیه (5ml/mg) را برداشته و در بالن ژوژه‌های 50 میلی‌لیتری ریخته و هر کدام را با محلول بافر فسفات 7 به حجم برسانید .

ج : محلول مرجع : محلول اوره استاندارد با غلظت 1/mg5ml را که بشرح فوق تهیه گردیده بعنوان استاندارد مرجع بکار ببرید . این محلول در حرارت کمتر از 24 درجه سلسیوس به مدت یک هفته ثابت می‌ماند .

4-1-3- رسم منحنی استاندارد اوره :

از هر یک از محلولهای استاندارد اوره (طبق بند ب) 5 میلی‌لیتر برداشته و در لوله‌های 25 میلی‌لیتری ریخته و به هر کدام 5 میلی‌لیتر محلول DMAB اضافه نمائید و یک محلول شاهد نیز حاوی 5 میلی‌لیتر محلول بافر 7 باضافه 5 میلی‌لیتر محلول DMAB تهیه نمائید . لوله‌ها را کاملا تکان داده و بگذارید 10 دقیقه در بن ماری 25 درجه سلسیوس بماند . سپس جذب هر یک از محلول‌ها را در طول موج 420^{nm}

با استفاده از سلهای یک سانتیمتری در مقابل شاهد (با جذب صفر) بخوانید . آنگاه میزان جذب محلولها را در مقابل غلظت‌ها رسم نمائید . منحنی بدست آمده بایستی به صورت خط راست باشد در غیر این صورت آزمایش بایستی تکرار شده و محلول DMAB نیز تازه تهیه گردد .

4-1-4- روش اندازه‌گیری نمونه :

یک گرم از نمونه آسیاب شده را وزن نموده و در یک بالن ژوژه 500 میلی‌لیتری ریخته و بآن یک گرم زغال اکتیو و حدود 250 میلی‌لیتر آب , 5 میلی‌لیتر محلول استات روی و 5 میلی‌لیتر محلول فروسیانور پتاسیم اضافه نمائید . سپس مخلوط را به مدت 30 دقیقه کاملا با تکان دهنده تکان دهید و پس از آن حجم آن را با آب به 500 میلی‌لیتر برسانید . آنگاه بگذارید بماند تا رسوب ته نشین گردد . سپس آن را با استفاده از کاغذ صافی واتمن شماره 40 صاف کرده بطوریکه محلول صاف شده کاملاؤ شفاف باشد .

5 میلی‌لیتر از محلول صاف شده را در یک لوله آزمایش ریخته و بآن 5 میلی‌لیتر محلول DMAB اضافه کرده و کاملا تکان دهید . همراه با نمونه یک محلول استاندارد مرجع (طبق بند ج) و یک محلول شاهد نیز تهیه نموده و آنها را در بن‌ماری با حرارت 25 درجه سلسیوس به مدت 10 دقیقه قرار دهید سپس میزان جذب نمونه و استاندارد را در مقابل شاهد در طول موج 420^{nm} قرائت نموده و درصد اوره را طبق فرمول زیر محاسبه نمائید .

$$\text{درصد اوره} = \frac{1 \times A \times 100}{A_1 \times W}$$

A_1 = میزان جذب استاندارد مرجع

W = وزن نمونه بر حسب میلی‌گرم در حجم مورد آزمایش می‌باشد .

4-2- روش اندازه‌گیری ازت اوره‌ای و آمونیاکی در خوراک دام و طیور

4-2-1- وسایل مورد نیاز

ـ بالنهای کجدال با ظرفیت 500 میلی‌لیتر

4-2-2- معرفها و مواد مورد نیاز

4-2-2-1- محلول ضد کف

4-2-2-2- محلول کلرور کلسیم :

25 گرم کلرور کلسیم ($CaCl_2$) را در 100 میلی‌لیتر آب حل نمائید .

4-2-2-3- معرف متیل رد :

یک گرم متیل رد را در 200 میلی‌لیتر الکل حل نمائید .

4-2-2-4- اسید کلریدریک $\frac{1}{10}$ نرمال

4-2-2-5- محلول سود $\frac{1}{10}$ نرمال

4-2-2-6- اوره خالص به فرمول شیمیائی $(Co(NH2)_2$

4-2-2-7- محلول اوره آز :

محلول تازه اوره آز در آب را با غلظتی تهیه کنید که هر 10 میلی‌لیتر محلول خنثی اوره آز , ازت موجود در 0/1 گرم یا بیشتر اوره خالص را تغییر دهد . برای این منظور باید ابتدا میزان قلیائیت و همچنین فعالیت آنزیم اوره آز تعیین گردد .

الف : تعیین قلیائیت محلول اوره آز

میزان قلیائیت اوره آز تجارتی را بشرح زیر تعیین نمائید .

0/1 گرم از اوره آز را در 50 میلی‌لیتر آب حل کرده و با محلول 0/1 نرمال اسید کلریدریک در مقابل معرف متیل رد تیتره نمائید . پس از بدست آوردن حجم اسید کلریدریک 0/1 نرمال مصرف شده یعنی میزان قلیائیت آنزیم , در موقع تهیه محلول اوره آز به ازاء هر 0/1 گرم اوره آز حل شده در آب , همان حجم اسید کلریدریک 0/1 نرمال که در بالا بدست آورده‌اید , اضافه نمائید و بدین ترتیب محلول خنثی تهیه شده است

ب : تعیین میزان فعالیت آنزیم اوره آز

ابتدا یک محلول یک درصد خنثی اوره آز تهیه کنید (حدود 50 میلی‌لیتر) سپس چند نمونه 0/1 گرمی اوره خالص توزین نموده و به بالن کجدال منتقل نمائید و به هر کدام از بالنهای محتوی 0/1 گرم اوره خالص حجم‌های متفاوتی از محلول یک درصد اوره آز خنثی اضافه کنید و مانند آنچه که در روش آزمایش شرح داده می‌شود مراحل هضم و تقطیر را ادامه دهید .

میزان فعالیت اوره آز را از روی مقدار محلول اوره آزی که اوره را به طور کامل تبدیل کرده است محاسبه کنید . تبدیل کامل اوره آز از طریق بازیابی کامل ازت به وسیله تقطیر تعیین می‌گردد .

4-2-3- روش اندازه‌گیری نمونه مورد آزمایش

2 گرم نمونه را در بالن کجدال ریخته و حدود 250 میلی‌لیتر آب و 100 میلی‌لیتر محلول اوره آز بآن اضافه نمائید . در بالن را کاملا بسته و بگذارید یکساعت در حرارت آزمایشگاه و یا 20 دقیقه در حرارت 40 درجه سلسیوس باقی بماند . سپس خنک نمائید .

(اگر نمونه بیش از 5 درصد اوره داشته باشد مقداری محلول اوره آز به آن اضافه کنید .) سپس درب و گردن بالن را با چند میلی‌لیتر آب شسته و حدود 2 گرم اکسید منیزیم و 5 میلی‌لیتر محلول کلرورکلسیم و 3 میلی‌لیتر ضد کف اضافه نمائید . و عمل تقطیر را در بالن کجدال انجام دهید و در قسمت گیرنده

حجم معینی اسید کلریدریک $\frac{1}{10}$ نرمال قرار دهید و عمل تقطیر را ادامه داده تا حجم ظرف محتوی

اسید کلریدریک به 100 میلی‌لیتر برسد آنگاه محلول اسید را در مقابل متیل رد با سود $\frac{1}{10}$ نرمال تیتر

نمائید و میزان ازت را طبق فرمول زیر محاسبه نمائید .

$$\text{درصد ازت اوره ای و آمونیاکی} = \frac{(A-B)\times 14}{\text{وزن نمونه}\times 100}$$

که در آن :

A = حجم اسید کلریدریک $\frac{1}{10}$ نرمال بکار برده شده

B = حجم سود $\frac{1}{10}$ مصرفی

خوراک دام و طیور و آبزیان-اکسید منیزیم مورد مصرف در مکمل های معدنی

ویژگی ها و روش های آزمون

۱ هدف

هدف ازتدوین این استاندارد تعیین ویژگی های فیزیکی ، شیمیایی ، نمونه برداری ، روش های آزمون، بسته بندی ، نشانه گذاری و شرایط نگهداری و انبارداری اکسید منیزیم است .

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد در مورد اکسید منیزیم برای مصرف در مکمل های معدنی خوراک دام و طیور و آبزیان بسته بندی شده کاربرد دارد .

۳ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در این مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و یا تجدید نظر اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظرها ی الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و یا تجدید نظر آخرین چاپ و یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربران این استاندارد الزامی است.

1- ISO 6497.2 2001 Animal feeding stuffs – sampling .

2- ISO 5515.1979 De composition of organic matter prior to analysis - wetmethod

۳- استاندارد ملی ایران ۶۲۷۵ : سال ۱۳۸۱ ویژگیها وروشهای آزمون زئولیت درخوراک دام و طیور و آبزیان

۴- استاندارد ملی ایران ۱۳۲۰ : سال ۱۳۷۲ ویژگیها و روشهای آزمون اکسید منیزیم جهت مصرف در صنایع آرایشی

۵- استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸ : سال ۱۳۵۶ ویژگیها و روشهای آزمون آب برای مصارف آزمایشگاهی

٤ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و/یا واژه ها با تعاریف زیر به کار می رود :

٤-۱ مکمل معدنی

مجموعه ای از املاح معدنی و افزودنی های مجاز است که به دلیل کمبود آنها در جیره غذایی دام و طیور و آبزیان , اضافه نمودن آنها به جیره باتوجه به احتیاجات دام ضروری است .

٤-٢ افزودنی های مجاز

به موادی گفته می شود که شامل مواد اشتهاآور ، رنگهای خوراکی مجاز ، طعم دهنده های مجاز ، اسیدهای آمینه ، آنزیم ها ، داروهای ضد باکتریایی ، انگلی ، قارچی ، آنتی اکسیدان ها و سایر مواد افزودنی مجاز می باشد .

٤-٣ قابلیت دسترسی زیستی مکمل ها

بخشی است از مواد مکمل خوراک دام که می تواند برای نگهداری , تولید و تولید مثل مورد استفاده دام قرار گیرد .

٤-٤ افت حرارتی[1] (L.O.I)

تغییر وزن نمونه خشک شده پس از عمل سوزاندن افت حرارتی نامیده می شود که شامل کاهش آب پیوسته ، دی اکسید کربن به شکل کربنات های فرار ، کربن و مواد آلی ، اکسیدهای سولفور و ترکیبات قلیایی فرار است . قبل از گذاشتن نمونه در کوره بایستی آنرا در دمای ۲±۱۱۰ درجه سلسیوس خشک نموده و پس از قرار دادن در خشکانه توزین نمود . دو گرم از نمونه خشک توسط کوره الکتریکی ودر دمای ۲۵±۱۰۰۰ درجه سلسیوس سوزانده و L.O.I محاسبه می شود.

٤-٥ اکسید منیزیم

یک ماده معدنی با فرمول شیمیایی MgO (magnesium oxide) می باشد که از سنگ های معدنی کربناته (سنگ آتش)[2] می باشد که با روش زیر فرآیند می شود : سنگها پس از استخراج توسط آسیاب

1- Loss on Ignition
2- Calcinated magnesite

چکشی به اندازه های موردنظر تقسیم شده به داخل کوره های گردان کلسینه کننده هدایت می گردد . در کوره کلسینه کننده ، پس از جدا شدن دی اکسید کربن، به حالت اکسید در آمده سپس با استفاده از آسیاب به پودر نرم تبدیل می شود و به عنوان منبع منیزیم در مکمل های معدنی خوراک دام مورد استفاده قرار می گیرد .

٤-٦ دام

منظور از دام در این استاندارد گاو ، گوساله ، گوسفند ، بز ، طیور و آبزیان پرورشی است .

٥ ویژگی ها

٥-١ ویژگی های فیزیکی اکسید منیزیم

٥-١-١ اندازه ذرات

تمام ذرات اکسید منیزیم باید حداکثر ۲۰۰ میکرومتر (حدود ۸۰ مش) باشد . همچنین اندازه ذرات باید به طور کامل یکنواخت باشد.

٥-١-٢ رنگ و بو

رنگ اکسید منیزیم باید سفید تا سفید متمایل به صورتی کم رنگ باشد . اکسید منیزیم باید بی بو بوده و اگر در آب مقطر به صورت تعلیق درآید نباید هیچگونه بوی نامطبوعی تولید کند .

٥-٢ ویژگی های شیمیایی اکسید منیزیم

ویژگی های شیمیایی اکسید منیزیم باید مطابق جدول شماره ۱ باشد .

جدول شماره ۱- ویژگی های شیمیایی اکسید منیزیم

ردیف	ویژگی براساس ماده خشک	میزان	روش آزمون
۱	رطوبت	۳/۰ (بیشینه) درصد	طبق بند ۷-۱ این استاندارد
۲	اکسید منیزیم	۹۰/۰(بیشینه) درصد	طبق بند ۷-۴ این استاندارد
۳	سرب	۱۰۰ (بیشینه) میلی گرم در کیلوگرم	طبق بند ۷-۲ این استاندارد
۴	کادمیوم	۲۰ (بیشینه) میلی گرم در کیلوگرم	طبق بند ۷-۲ این استاندارد
۵	فلوئور	۲۰۰ (بیشینه) میلی گرم در کیلوگرم	طبق بند ۷-۳ این استاندارد
۶	جیوه	۳۰ (بیشینه) میلی گرم در کیلوگرم	طبق بند ۷-۲ این استاندارد
۷	آرسنیک	۴۰ (بیشینه) میلی گرم در کیلوگرم	طبق بند ۷-۲ این استاندارد
۸	افت حرارتی	۳ (بیشینه) درصد	طبق بند ۷-۵ این استاندارد

یادآوری : در جدول شماره ۱ بیشینه میز ان فلوئور برای طیور ٦٠ میلی گرم در کیلوگرم و برای آبزیان پرورشی ۲۰ میلی گرم در کیلوگرم باید باشد .

٦ نمونه برداری

٦-١ مقررات کلی

در انتخاب نمونه , حفظ و حمل نمونه های آزمایشی دستورات زیر باید رعایت شود :

٦-١-١ نمونه ها نباید در فضای آزاد که امکان آلودگی نمونه ها وجود دارد برداشته شود .

٦-١-٢ وسایل نمونه برداری باید خشک و تمیز باشد .

٦-١-٣ بـاید دقت شود که نمـونه های از توده اصلی جنسی که مورد نمونه برداری واقع می شود , باشد و وسایل نمونه برداری آلودگی پیدا نکنند .

٦-١-٤ برای اینکه نمونه برداری واقعی باشد محتوی هر ظرف را در هنگام نمونه برداری باید به طور کامل مخلوط نمایند .

٦-١-٥ نمونه ها باید در ظروف شیشه ای به طور کامل در بسته , خشک و تمیز و یا ظروف مناسب دیگر گذاشته شود . اندازه ظروف نمونه باید طوری باشد که تمام حجم آن بوسیله نمونه پر شود .

٦-١-٦ هر ظرف محتوی نمونه باید با سرپوش مناسبی بعد از پرکردن بسته و مهر شود و یا کلیه اطلاعات راجع به نمونه برداری نشانه گذاری شود و همچنین تاریخ نمونه برداری و تاریخ تولید باید در روی ظروف نمونه نوشته شود .

٦-٢ مقدار و تعداد نمونه

در صورتی که محموله بصورت فله باشد تا ۲/۵ تن حداقل ۷ نمونه و بیش از ۲/۵ تن بصورت ریشه دوم تعداد تا حداکثر ۱۰۰ نمونه برداشت شود .

در صورتی که محموله بصورت بسته بنـدی شده باشد باید به شرح جدول ۲ نمونه گیری انجام شود .

جدول شماره ۲

تعداد بسته ها	حداقل تعداد نمونه
۱-۴	همه بسته ها
۵-۱۶	۴
بیش از ۱۶	ریشه دوم تعداد تا حداکثر ۱۰۰ بسته

لازم به اشاره است که مقدار نمونه های برداشت شده را باید بخوبی مخلوط نموده و از آن یک نمونه جهت انجام آزمون های لازم به میزان حداقل نیم کیلوگرم تهیه نمود .

۷ روش های آزمون

کلیه مواد مصرفی باید با خلوص تجزیه ای[1] بوده و آب مقطر نیز باید مطابق استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸ سال ۱۳۵۶ : ویژگیها و روشهای آزمون آب برای مصارف آزمایشگاهی باشد .

۷-۱ روش اندازه گیری رطوبت

۷-۱-۱ وسایل لازم

۷-۱-۱-۱ ترازوی دقیق آزمایشگاهی با دقت ۰/۰۰۱ گرم

۷-۱-۱-۲ گرمخانه (آون)

1- Analytical grade

۷-۱-۱-۳ خشکانه

۷-۱-۲ روش اجرای آزمون

ابتدا یک ظرف توزین نمونه را در گرمخانه قرار داده تا به وزن ثابت برسد سپس ظرف را در خشکانه قرار داده و پس از خنک شدن وزن کنید. سپـس تعداد ۲ گرم نمونه به دقت وزن نموده و در دمای ۲ ± ۱۰۵ درجه سلسیوس بمدت ۲ ساعت داخل گرمخانه قرار دهید. بعد از این مدت نمونه را بیرون آورده و در خشکانه قرار داده پس از خنک شدن وزن کرده و از فرمول ۱ به شرح زیر ماده خشک و رطوبت را محاسبه کنید .

$$\text{درصد ماده خشک} = \frac{(m_1 + w_1) - (m_1 + w_1 + w_2)}{w} \qquad \text{فرمول ۱}$$

درصد رطوبت = درصد ماده خشک - ۱۰۰

m_1 = وزن ظرف توزین نمونه

w_1 = وزن اولیه

w_2 = وزن نمونه

۷-۲ تعیین مقدار سرب , کادمیوم , جیوه و آرسنیک

۷-۲-۱ وسایل لازم

۷-۲-۱-۱ دستگاه جذب اتمی (اتمیک ابزورپشن)

۷-۲-۱-۲ ترازوی دقیق آزمایشگاهی با دقت ۰/۰۰۱ گرم

۷-۲-۱-۳ اجاق برقی

۷-۲-۲ مواد لازم

۷-۲-۲-۱ اسید کلریدریک غلیظ

۷-۲-۲-۲ اسید نیتریک غلیظ

۷-۲-۲-۳ محلولهای استاندارد با غلظت های مشخص

۷-۲-۳ روش آماده سازی نمونه

ابتدا ۲ گرم از نمونه موردنظر به ارلن منتقل کرده و به آن ۲۰ میلی لیتر آب مقطر دوبار تقطیر شده (به طور ترجیحی آب یون زدایی شده) و ۱۰ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ اضافه کرده , ارلن روی اجاق برقی (هات پلیت) قرار دهید(تا زمانی که تشکیل دود خرمایی رنگ NO_2 قطع شود). در صورت عدم حل شدن نمونه، اضافه کردن اسید نیتریک تا ۵۰ میلی لیتر به دفعات ادامه یابد . پس از حل شدن کامل نمونه (در این حالت نمونه باید به طور کامل زلال و شفاف باشد) در بالن ۱۰۰ میلی لیتری به حجم رسیده شود. سپس به روش خاص دستگاه جذب اتمی, مقدار جذب آنها را اندازه گیری و یادداشت کنید. جذب فوق را با سری استانداردهای موردنظر مقایسه کرده و غلظت را به دست آورید .

۷-۳ اندازه گیری فلوئور به روش یون سنجی

۷-۳-۱ وسایل لازم

۷-۳-۱-۱ دستگاه یون سنج

۷-۳-۱-۲ ترازوی دقیق آزمایشگاهی با دقت ۰/۰۰۱ گرم

۷-۳-۲ مواد لازم

۷-۳-۲-۱ کربنات سدیم

۷-۳-۲-۲ کربنات پتاسیم

۷-۳-۲-۳ اسید کلریدریک غلیظ

۷-۳-۲-٤ کلرید سـدیم

۷-۳-۲-۵ اسید استیک

۷-۳-۲-٦ محلول بافر

۷-۳-۲-۷ سیکلو هگزان دی آمین ترا استیک اسید (C.D.T.A)

۷-۳-۲-۸ محلول سود ده مولار

۷-۳-۳ روش اجرای آزمون

حدود ۱ گرم نمونه را وزن کرده سپس داخل ارلن در پیچ دار ریخته و به آن ۹۰ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ به اضافه ۱۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه کرده در حمام آب ۷۰ درجه سلسیوس بمدت ۱۵ دقیقه قرار دهید تا محلول شفافی بدست آید . می توان آنرا داخل یک بشر آب گرم که روی اجاق برقی است قرار داد. سپس محلول حاصل را تا حدود دمای محیط سرد نموده و در یک بالن به حجم ۲۵۰ میلی لیتر رسانده می شود ۲۵ میلی لیتر از این محلول داخل بالن ژوژه ۱۰۰ ریخته می شود .

طرز تهیه محلول های استاندارد فلوئور :

۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد فلوئور ۱۰۰۰ در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته می شود.

۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد ۱۰۰ را در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته می شود .

به ۲۵ میلی لیتر از محلول نمونه ، ۴-۳ میلی لیتر کربنات سدیم ۱۰ درصد اضافه می شود. از محلول بافر مخصوص با pH =۶-۷ به همه , ۵۰ میلی لیتر اضافه می شود و سپس همه به حجم ۱۰۰ رسانده می شود. هر کدام را در بشر خودش قرار دهید. اول استاندارد ۱۰ و سپس استاندارد ۱۰۰ به دستگاه داده می شود. دستگاه باید کالیبره شده باشد و نمونه را که داخل بشر است روی بهم زن مغناطیسی قرار داده ، الکترود

مربوط به فلوئور داخل آن قرار داده می شود و عـدد بدست آمده یادداشت می شود . از فرمول ۲ درصد فلوئور محاسبه می شود.

$$\text{درصد فلوئور} = \frac{\text{عدد خوانده شده}}{\text{وزن نمونه} \times ۱۰} \quad \text{فرمول ۲}$$

۷-٤ روش اندازه گیری اکسید منیزیم (MgO)

۷-٤-۱ اساس روش

در این روش از تفاوت حجم EDTA مصرفی برای تیتر کردن مجموع کلسیم و منیزیم و EDTA مصرفی برای تیتر کردن کلسیم در حضور شناساگرهای مناسب اکسید منیزیم محاسبه می شود .

۷-٤-۲ مواد لازم

۷-٤-۲-۱ محلول اسید کلریدریک ۱ : ۱

حجم مشخصی از اسید کلریدریک غلیظ با حجم مساوی آب مقطر رقیق می شود .

۷-٤-۲-۲ محلول اسید تارتاریک ۲ درصد

۲ گرم از اسید تارتاریک در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل می شود .

۷-٤-۲-۳ محلول گلیسیرین ۱ : ۱

حجم مشخصی از گلیسیرین با حجم مساوی آب مقطر رقیق می شود.

۷-٤-۲-٤ محلول هیدروکسید پتاسیم ٤ مولار (۲۲٤ گرم در لیتر)

۲۲۴ گرم هیدروکسید پتاسیم وزن شده و داخل یک بشر ۵۰۰ میلـی لیتـری قـرار گیـرد و در حـدود ۳۰۰ میلی لیتر آب حل شود و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رسانده شود .

۷-٤-۲-۵ محلول تامپون pH=۱۰

۵۴ گرم کلرید آمونیوم در حدود ۳۰۰ میلی لیتر آب حل شده و ۴۵۰ میلی لیتر آمونیاک غلیظ به آن اضافه و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رسانده شود .

۷-٤-۲-٦ محلول تری اتانول آمین ۱ : ۱

حجم مشخصی از تری اتانول آمین با حجم مساوی آب رقیق شود .

۷-٤-۲-۷ شناساگر کلسین

۰/۱ گرم کلسین داخل هاون با ۱۰ گرم کلرید سدیم به طور کامل ساییده و مخلوط شود .

۷-٤-۲-۸ شناساگر اریوکروم بلک T

۰/۱ گرم اریوکروم بلک T با ۱۰ گرم کلرید آمونیوم به طور کامل ساییده و مخلوط شود .

۷-٤-۲-۹ محلول استاندارد نمک سدیم EDTA دی سدیم اتیلن دی آمین تترا استیک ا سید ۰/۰۵ مولار

۷-٤-۳ آماده کردن آزمونه

۷-٤-۳-۱ روش اجرای آزمون

۰/۵ گرم از نمونه پودر شده که در دمای ۱۱۰ درجه سلسیوس خشک شده (طبق بند ۷-۱) با دقت ۰/۱ میلی گرم وزن و به بشر ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کرده و با کمی آب مقطر مرطوب کرده و حدود ۲۰ میلی لیتر اسید کلریدریک ۱ : ۱ طبق(بند ۷-۴-۲-۱) به آرامی به آن اضافه و جوشانده شود. چنانچه رسوبی باقیمانده باشد باید پس از خنک شدن محلول با کاغذ صافی واتمن ۴۲ صاف کرده محلول زیر صافی را به طور کامل به بالن حجمی ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کرده و با آب مقطر به حجم برسانید و خوب به هم بزنید .

۷-٤-۳-۲ اندازه گیری کلسیم

۱۰ میلی لیتر از آزمونه (طبق بند ۷-۴-۳) بوسیله پی پت حبابدار به یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری منتقل شده و تا حدود ۵۰ میلی لیتر رقیق شود. سپس ۱۰ میلی لیتر اسید تارتاریک (بند ۷-۴-۲-۲) و ۱۵ میلی لیتر گلیسیرین (بند ۷-۴-۲-۳) و ۱۵ میلی لیتر هیدروکسید پتاسیم (بند ۷-۴-۲-۴) به آن اضافه شود. در این شرایط pH محلول حدود ۱۳ یا ۱۴ است . حدود ۱۰ میلی گرم شناساگر کلبسین (بند ۷-۴-۲-۷) به محلول اضافه شده و با محلول استاندارد EDTA ۰/۰۵ مولار (بند ۷-۴-۲-۹) تا پیدایش رنگ صورتی تیتر کنید. حجم EDTA مصرفی را باید یادداشت نمود(A) .

۷-٤-۳-۳ اندازه گیری مجموع کلسیم و منیزیم

۱۰ میلی لیتر از آزمونه (بند ۷-۴-۳) به وسیله پی پت حبابدار به یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتر منتقل و تا حدود ۵۰ میلی لیتر رقیق شود. به آن حدود ۲۰ میلی لیتر تری اتانول آمین اضافه شود و به اندازه ای از محلول تامپون pH=۱۰ باید اضافه نمود تا pH محلول به حدود ۱۰ برسد (برای کنترل pH از کاغذ pH استفاده می شود). ۱۰ میلی لیتر دیگر از محلول تامپون باید افزوده شود. حدود ۱۰ میلی گرم از شناساگر اریوکروم بلاک T (بند ۷-۴-۲-۸)به محلول افزوده و با محلول استاندارد EDTA ۰٫۵٪ مولار تا ازبین رفتن رنگ بنفش تیتر شود. حجم EDTA مصرفی را باید یادداشت نمود(B) .

۷-٤-۳-٤ بیان نتایج

مقدار اکسید منیزیم برحسب درصد جرمی از فرمول ۳ بدست می آید :

$$\text{درصد اکسید منیزیم} = \frac{۲/۰۲ \times ۲۵۰ \times ۱۰۰ \times ۰/۰۵ \times (B-A)}{\text{فرمول ۳}}$$

$$۱۰۰۰\times۱۰\times M$$

در این رابطه B حجم EDTA ۰/۰۵ مولار مصرفی برای کلسیم و منیزیم برحسب میلی لیتر

A= حجم EDTA ۵٪ مولار مصرفی برای منیزیم برحسب میلی لیتر

M= جرم نمونه برحسب گرم است .

۷-۵ اندازه گیری افت حرارتی (L.O.I)

۷-۵-۱ روش اجرای آزمون

ابتدا ظرف پلاتینی در دمای ۱۰۵۰ درجه سلسیوس حرارت داده و پس از خنک شدن در خشکانه توزین کنید. ده گرم از نمونه با ترازوی با دقت ۰/۰۰۱ گرم در داخل ظرف پلاتینی توزین نمائید. سپس نمونه به داخل کوره الکتریکی منتقل شود وتا دمای ۲۵±۱۰۰۰ درجه سلسیوس حرارت داده تا سوزانده شود. پس از نیم ساعت نمونه به خشکانه منتقل شده و با ترازوی با دقت ۰/۰۰۱ گرم توزین شود. این عمل را تا زمانی که اختلاف بین دو توزین متوالی بیش از ۰/۰۰۱ گرم نباشد باید تکرار نمود .

یادآوری: موادی را که دارای L.O.I زیاد هستند باید از ابتدا به کوره سرد منتقل نمود و به آرامی حرارت داد تا بسوزند .

محاسبه : درصد L.O.I از فرمول ۴ محاسبه می شود :

$$\text{درصد } L.O.I = \frac{M_A - M_B}{M_A} \times ۱۰۰$$

M_B= وزن نمونه خشک شده برحسب گرم قبل از سوزاندن

فرمول ۴

M_A=

وزن نمونه برحسب گرم پس از سوزاندنM_B=

۸ بسته بندی

اکسید منیزیم باید در کیسه های نو و استفاده نشده و سالم که عاری از عوامل بیماری زا باشد بسته بندی شود . از آنجا که اکسید منیزیم هنگام ذخیره سازی قادر به جذب آب و دی اکسید کربن می باشد در اینصورت تأثیر منیزیم کاسته می شود . بنابراین جنس آنها باید طوری باشد که روی محتویات خود اثر نداشته و عوامل خارجی ، به ویژه رطوبت به داخل محصول نفوذ ننماید . سربسته ها باید با ماشین دوخته شود و استفاده مجدد از کیسه ها و پاکت ها مجاز نمی باشد . وزن بسته ها باید حداکثر ۴۰ کیلوگرم باشد .

۹ نشانه گذاری

روی هر بسته حاوی اکسید منیزیم باید آگاهی های زیر به زبان فارسی برای مصارف داخلی و به زبان خارجی برای صادرات نوشته و یا برچسب شود :

۹-۱ نام و نوع محصول

۹-۲ نام و نشانی کامل تولیدکننده و علامت تجاری آن

۹-۳ وزن خالص برحسب کیلوگرم

۹-٤ شماره سری ساخت

۹-۵ ترکیب شیمیایی محصول

۹-٦ ذکر درصد خلوص اکسید منیزیم

۹-۷ روش مصرف (مثلاً برای مصرف طیور یا آبزیان)

۹-۸ تاریخ تولید به (روز- ماه - سال)

۹-۹ تاریخ انقضاء قابلیت مصرف

۹-۱۰ شماره پروانه ساخت صادره از وزارت صنایع و شماره پروانه بهره برداری بهداشتی صادره از سازمان دامپزشکی به (روز- ماه - سال)

۹-۱۱ ذکر عبارت محصول ایران

۱۰ شرایط نگهداری و انبارداری

۱۰-۱ حرارت انبار باید حداکثر ۳۵ درجه سلسیوس باشد

۱۰-۲ رطوبت انبار حداکثر ۴۰ درصد باشد

۱۰-۳ محل نگهداری اکسید منیزیم باید از عوامل نامساعد جوی (مانند باد- باران وغیره) دور باشد

۱۰-٤ کیسه های بسته بندی باید به صورتی چیده شود که تماس مستقیم با دیوارهای انبار نداشته و باید روی پالت باشند

۱۰-۵ محل نگهداری باید به دور از آلاینده های زیست محیطی , رطوبت و گازهای مختلف مانند آمونیاک و غیره باشد