

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11282:2016

Xuất bản lần 1

**THỨC ĂN CHĂN NUÔI –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ETHOXYQUIN –
PHƯƠNG PHÁP ĐO HUỖNH QUANG**

*Animal feeding stuffs – Determination of ethoxyquin content –
Fluorometric method*

HÀ NỘI – 2016

Lời nói đầu

TCVN 11282:2016 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 963.07
Ethoxyquin in animal feed. Fluorometric method,

TCVN 11282:2016 do Viện Chăn nuôi biên soạn, Bộ Nông nghiệp và
Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng
thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thức ăn chăn nuôi - Xác định hàm lượng ethoxyquin - Phương pháp đo huỳnh quang

Animal feeding stuffs - Determination of ethoxyquin content - Fluorometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo huỳnh quang để xác định hàm lượng ethoxyquin trong thức ăn chăn nuôi.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6952 (ISO 9498), *Thức ăn chăn nuôi – Chuẩn bị mẫu thử*.

3 Nguyên tắc

Ethoxyquin có trong mẫu thử được chiết bằng metanol và ete dầu mỏ. Dịch chiết được đo huỳnh quang ở bước sóng thích hợp.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích, trừ khi có quy định khác.

4.1 Dung dịch so sánh quinin sulfat ($C_{40}H_{50}N_4O_6S$), 1 $\mu\text{g/ml}$ trong axit sulfuric 0,05 M

Cân 0,100 g quinin sulfat đã được sấy khô 3 h ở 120 °C, chính xác đến 0,1 mg, hòa tan trong 1 lít dung dịch axit sulfuric (H_2SO_4) 0,05 M.

Pha loãng 10 ml dung dịch này đến 1 lít bằng dung dịch axit sulfuric 0,05 M. Sử dụng dung dịch này để hiệu chuẩn máy đo huỳnh quang.

TCVN 11282:2016

4.2 Dung dịch chuẩn ethoxyquin ($C_{14}H_{19}NO$)

4.2.1 Dung dịch chuẩn gốc, nồng độ 1 mg/ml

Cân 100,0 mg ethoxyquin lỏng, chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình định mức 100 ml và thêm ete dầu mỡ đến vạch.

4.2.2 Dung dịch chuẩn trung gian 1, nồng độ 50 µg/ml

Chuyển 5 ml dung dịch chuẩn gốc (4.2.1) vào bình định mức 100 ml và thêm ete dầu mỡ đến vạch.

4.2.3 Dung dịch chuẩn trung gian 2, nồng độ 2,5 µg/ml

Chuyển 5 ml dung dịch chuẩn trung gian 1 (4.2.2) vào bình định mức 100 ml và thêm ete dầu mỡ đến vạch.

4.2.4 Dung dịch chuẩn làm việc, nồng độ 1,25 µg/ml và 0,50 µg/ml

Chuyển 10 ml dung dịch chuẩn trung gian 2 (4.2.3) vào bình định mức 20 ml và thêm ete dầu mỡ đến vạch để thu được dung dịch có nồng độ 1,25 µg/ml; chuyển 5 ml dung dịch chuẩn trung gian 2 (4.2.3) vào bình định mức 25 ml và thêm ete dầu mỡ đến vạch để thu được dung dịch có nồng độ 0,50 µg/ml.

4.3 Ete dầu mỡ.

4.4 Metanol (CH_3OH).

4.5 Bông thủy tinh.

4.6 Natri clorua ($NaCl$), dạng tinh thể.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và cụ thể như sau:

5.1 Cốc có mỏ, dung tích 100 ml và 250 ml.

5.2 Bình định mức, dung tích 20 ml, 25 ml, 100 ml, 250 ml và 1 000 ml.

5.3 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.4 Bộ lọc.

5.5 Bình chiết, dung tích 250 ml.

5.6 Pipet.

5.7 Máy đo huỳnh quang, có bước sóng kích thích 365 nm và bước sóng phát xạ từ 420 nm đến 500-nm.

6 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 4325 (ISO 6497) *Thực ăn chăn nuôi – Lấy mẫu*.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6952 (ISO 9498).

8 Cách tiến hành

8.1 Dụng cụ chuẩn

Chỉnh máy đo huỳnh quang (5.7) đến số đọc 0 bằng ete dầu mỡ (4.3) và đến số đọc 100 bằng dung dịch so sánh quinin sulfat (4.1). Ghi lại các số đọc huỳnh quang đối với các dung dịch chuẩn ethoxyquin (4.2.4) nồng độ từ 0 $\mu\text{g/ml}$ đến 2,5 $\mu\text{g/ml}$. Dụng cụ chuẩn của các số đọc huỳnh quang theo nồng độ ethoxyquin (microgam trên mililit).

Nếu có sẵn mẫu chưa xử lí (không chứa ethoxyquin) thì dụng cụ chuẩn từ dãy mẫu thêm chuẩn ethoxyquin với nồng độ từ 0 $\mu\text{g/g}$ đến 250 $\mu\text{g/g}$.

8.2 Xác định

Cân 10 g \pm 0,1 g phần mẫu thử đã nghiền mịn, chính xác đến 1 mg, cho vào cốc có mỏ 100 ml (5.1) và hòa thành bột nhão với 50 ml metanol (4.4). Khuấy trộn và để yên 10 min. Gạn qua nút bông thủy tinh (4.5) vào bình định mức 250 ml (5.2). Dùng hai phần, mỗi phần 50 ml metanol (4.4) để hòa lại phần cặn, gạn và lọc rồi gộp tất cả các phần dịch lọc. Thêm metanol đến vạch. Chuyển 25 ml dịch lỏng sang bình chiết 250 ml (5.5), thêm 100 ml nước và trộn đều. Thêm 50 ml ete dầu mỡ (4.3), đậy nút bình và lắc nhẹ trong 1 min. Để yên vài phút cho tách lớp.

Nếu tạo thành nhũ tương thì thêm khoảng 100 mg tinh thể natri clorua (4.6). Sau khi hệ nhũ tương bị phá vỡ, cho lớp chất lỏng phía dưới vào cốc có mỏ 250 ml (5.1).

Chuyển lớp chiết bằng ete dầu mỡ vào bộ chiết 250 ml thứ hai, cho phần nước quay trở lại bộ chiết thứ nhất và chiết lại 2 lần, mỗi lần dùng 25 ml ete dầu mỡ.

Cho 50 ml nước vào phần dịch chiết bằng ete dầu mỡ đã gộp trong bộ chiết, đậy nút và lắc mạnh. Để cho tách lớp, tháo và loại bỏ lớp nước phía dưới. Chuyển lớp chiết bằng ete dầu mỡ sang bình định mức 100 ml (5.2) và thêm ete dầu mỡ đến vạch.

TCVN 11282:2016

Chỉnh máy đo huỳnh quang (5.7) như trong 8.1 và ghi lại các số đọc huỳnh quang ở bước sóng kích thích 365 nm và bước sóng phát xạ từ 420 nm đến 500 nm.

9. Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng ethoxyquin trong phần mẫu thử, X , tính bằng microgam trên gam ($\mu\text{g/g}$) theo công thức sau:

$$X = X_0 \times 100$$

Trong đó:

X_0 là nồng độ ethoxyquin có trong dịch pha loãng cuối cùng, xác định từ đường chuẩn (xem 8.1), tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);

100 là hệ số pha loãng phần mẫu thử đến dịch pha loãng cuối cùng, tính bằng mililit trên gam (ml/g).

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- Mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
 - Phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
 - Phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - Tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - Kết quả thử nghiệm thu được.
-