

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8763:2012

Xuất bản lần 1

**THỨC ĂN CHĂN NUÔI –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG AXIT XYANHYDRIC –
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ**

Animal feeding stuffs – Determination of hydrocyanic acid content – Titrimetric method

HÀ NỘI – 2012

Lời nói đầu

TCVN 8763:2012 do Cục 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 axit xyanhydric – Phương pháp chuẩn độ

Animal feeding stuffs – Determination of hydrocyanic acid content – Titrimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ xác định hàm lượng axit xyanhydric tự do và liên kết ở dạng glycozit trong các loại thức ăn chăn nuôi có nguồn gốc thực vật như sắn củ ở dạng tươi, khô, bột hoặc lát; các loại đậu hạt; thân lá thực vật (lá sắn, thân lá đậu dạng tươi, khô hay ủ chua).

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: 2001 (ISO 6498:1998), *Thức ăn chăn nuôi – Chuẩn bị mẫu thử.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

3.1 Hàm lượng axit xyanhydric (hydrocyanic acid content)

Là phần khối lượng axit xyanhydric xác định được theo phương pháp qui định theo tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Hàm lượng axit xyanhydric được biểu thị bằng số miligam trong 1 kg mẫu thử.

4 Nguyên tắc

Ngâm mẫu thử ở dạng huyền phù trong nước với sự có mặt của natri axetat. Chưng cất lôi cuốn hơi nước để tách axit xyanhydric và chuyển vào một thể tích xác định dung dịch chuẩn bạc nitrat. Bạc xyanua được tách loại bằng cách lọc và chuẩn độ ngược bạc nitrat dư bằng dung dịch chuẩn amoni thioxianat.

5 Thuốc thử và hóa chất

Tất cả thuốc thử và hóa chất phải có chất lượng tinh khiết phân tích, nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Natri axetat (NaCH_3COO), dung dịch 10% (phần khối lượng), được trung hòa với chỉ thị phenolphtalein.

5.2 Axit nitric (HNO_3), đậm đặc $d = 1,40 \text{ g/ml}$.

5.3 Bạc nitrat, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,02 \text{ mol/l}$.

5.4 Amoni thioxyanat, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,02 \text{ mol/l}$.

5.5 Amoni sắt (III) sulfat, dung dịch bão hòa.

Chuẩn bị từ $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

5.6 Chất chống tạo bọt (ví dụ silicon).

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Cân phân tích, có khả năng cân chính xác đến $0,01 \text{ g}$.

6.2 Máy nghiền phòng thí nghiệm

6.3 Sàng, có đường kính lỗ sàng $1,0 \text{ mm}$.

6.4 Thiết bị chưng cất lôi cuốn hơi nước, được gắn với một sinh hàn đối lưu.

6.5 Bình cầu đáy bằng, dung tích 1000 ml , cổ nhám nút mài.

6.6 Bình nón, dung tích 250 ml và 500 ml .

6.7 Bình định mức, dung tích 500 ml .

6.8 Buret, chia độ $1/20 \text{ ml}$.

6.9 Pipet, có dung tích thích hợp.

6.10 Bể dầu, có khả năng duy trì ở nhiệt độ đảm bảo cho việc đối lưu ($120 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $130 \text{ }^\circ\text{C}$).

6.11 Tủ ấm, có khả năng duy trì ở nhiệt độ $38 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$

7 Lấy mẫu

Phương pháp lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 4325: 2007 (ISO 6497: 2002) [1].

Mẫu gửi đến phòng thí nghiệm phải là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc biến đổi trong quá trình vận chuyển và bảo quản.

8 Chuẩn bị mẫu thử

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

Với mẫu sản củ tươi hoặc khô, từ mẫu phòng thử nghiệm dùng dao sắc bổ dọc từng củ thành bốn hoặc tám phần bằng nhau. Lấy ở mỗi củ một phần đã cắt để lập mẫu trung bình. Sau đó dùng dao sắc cắt lát mỏng 4 mm. Trộn đều và lấy ít nhất 100 g mẫu thử.

Với mẫu thức ăn thô như lá sắn, lá đậu (dạng tươi, khô hoặc ủ chua...) dùng máy cắt hoặc dao sắc để cắt mẫu đến độ dài khoảng 5 mm đến 6 mm. Trộn đều và lấy ít nhất 100 g mẫu thử.

Mẫu thử cho ngay vào hộp đựng mẫu và đậy nút thật kín.

Nên tiến hành phân tích mẫu ngay sau khi được chuyển tới phòng thí nghiệm.

9 Cách tiến hành

9.1 Phần mẫu thử, cân khoảng 10 g đến 20 g mẫu thử đã được chuẩn bị (8) chính xác đến 0,01 g.

9.2 Thủy phân

Chuyển phần mẫu thử (9.1) vào bình cầu dung tích 1000 ml (6.5), thêm 50 ml nước cất và 10 ml dung dịch natri axetat (5.1). Đậy nút bình thật chặt, lắc đều và cho bình vào tủ ấm (6.11) ở nhiệt độ $38^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 12 h đến 16 h. Lấy bình ra và làm nguội bình đến nhiệt độ phòng.

9.3 Chưng cất

Thêm 80 ml nước cất và vài giọt chất chống tạo bọt (5.6) vào bình cầu chứa mẫu sau thủy phân (9.2). Lắp ngay bình vào thiết bị chưng cất (6.4) và đặt lên bể dầu (6.10) mà trước đó đã được đun nóng đến hơn 100°C . Tiến hành cất lôi cuốn hơi nước đến khi thu được khoảng 150 ml dịch cất.

Dịch cất được thu vào bình nón (tránh ánh sáng) dung tích 250 ml có chứa sẵn một thể tích chính xác (20 ml đến 50 ml) dung dịch bạc nitrat 0,02 mol/l (5.3) và 1 ml axit nitric (5.2). Thể tích dung dịch bạc nitrat được dùng phụ thuộc vào lượng axit xyanhydric có trong mẫu thử.

CHÚ THÍCH: Cần làm sạch hệ thống chưng cất trước khi tiến hành đối với mẫu thử, luôn để phần cuối của ống sinh hàn ngập trong dung dịch bạc nitrat.

9.4 Chuẩn độ

Chuyển toàn bộ dịch cất thu được trong bình nón (9.3) vào bình định mức dung tích 500 ml (6.7), pha loãng bằng nước cất đến vạch mức, khuấy đều và lọc hoàn toàn qua giấy lọc khô. Thu dịch lọc vào bình khô.

Lấy 250 ml dịch lọc (sử dụng bình định mức 6.7) cho vào bình nón dung tích 500 ml (6.6), thêm 2 ml chất chỉ thị amoni sắt (III) sunfat (5.5), lắc đều và chuẩn độ ngược bạc nitrat dư bằng dung dịch chuẩn amoni thioxyanat 0,02 mol/l (5.4) từ buret (6.8) đến khi dung dịch xuất hiện màu đỏ bền.

Tiến hành hai lần xác định trên các phần mẫu thử được lấy từ cùng một mẫu.

9.5 Mẫu trắng

Tiến hành phép thử mẫu trắng theo cùng một quy trình với lượng hóa chất và thuốc thử như trên nhưng không sử dụng phần mẫu thử.

10 Tính kết quả

Hàm lượng axit xyanhydric (X) tính bằng miligam trong 1kg mẫu thử được tính theo công thức:

$$X = 0,54 \times (V_1 - V_2) \frac{500}{250} \times \frac{1000}{m}$$

Trong đó:

V_1 là thể tích dung dịch amoni thioxyanat dùng cho phép thử mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V_2 là thể tích dung dịch amoni thioxyanat dùng cho phép thử mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

0,54 là số mg axit xyanhydric ứng với 1 ml dung dịch bạc nitrat 0,02 mol/l;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

1000 là hệ số chuyển về 1 kg.

Kết quả của phép thử là trị số trung bình cộng của hai lần xác định đồng thời trên cùng một mẫu thử. Biểu thị kết quả chính xác đến một chữ số thập phân.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ :

- tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết toàn diện về mẫu thử;

- phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- phương pháp đã sử dụng cũng như viện dẫn trong tiêu chuẩn;
- phương pháp xử lý mẫu đối với những mẫu đặc biệt, nếu có;
- kết quả thu được;
- tất cả các chi tiết về thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này cùng với chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 4325 (ISO 6497), *Thức ăn chăn nuôi – Lấy mẫu.*
 - [2] Veterinary Services ACT, 2001 (ACT No. XXIII of 2001) – Methods of Analysis for the Official Control of Feeding - Stuffs Regulations, 2005 - C,2. Determination of hydrocyanic acid.
 - [3] AOAC 2002, 915.03, Hydrocyanic acid in beans, Titrimetric methods.
 - [4] ISO 2164-1975, Pulses – Determination of glycosidic hydrocyanic acid.
-