

# Thức ăn chăn nuôi – Xác định vỏ hạt thầu dầu – Phương pháp dùng kính hiển vi

*Animal feeding stuffs – Determination of castor oil seed husks – Microscope method*

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định vỏ hạt thầu dầu (*Ricinus communis*) trong thức ăn chăn nuôi đơn và thức ăn chăn nuôi hỗn hợp, cụ thể là trong khô dầu.

Giới hạn phát hiện là 5 mg/kg.

Phương pháp này yêu cầu phải có sự nhận biết cuối cùng bằng kính hiển vi đối với vỏ đã được tách. Ở giai đoạn cuối này đòi hỏi chuyên gia phải có kinh nghiệm về việc nhận dạng loại này và có kinh nghiệm về kỹ thuật dùng kính hiển vi.

## 2 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được đun sôi lần lượt với axit nitric và dung dịch natri hydroxit. Sau khi rửa, hạt để tách cặn. Các mảnh vỏ hạt thầu dầu được sấy khô, nhận dạng bằng kính hiển vi, sau đó cân.

## 3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

**3.1 Axit nitric**, dung dịch 10 % (theo thể tích).

**3.2 Natri hydroxit**, dung dịch 25 g/l.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Kính hiển vi lập thể hoặc kính hiển vi hai thị kính, có độ phóng đại 5 lần đến 50 lần.

4.2 Kính hiển vi và các phụ kiện kèm theo, có độ phóng đại 100 lần đến 1 000 lần.

4.3 Tủ sấy, có khả năng duy trì được ở  $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

4.4 Màng lọc nylon, có cỡ lỗ  $100\mu\text{m}$ , chịu được axit loãng và kiềm loãng.

4.5 Sàng, cỡ lỗ 3 mm.

4.6 Cốc sứ, có dung tích 1 000 ml đến 2 000 ml.

4.7 Ống đong, có dung tích tối thiểu 1 000 ml.

4.8 Cốc đáy phẳng, khoảng 140 mm x 80 mm.

4.9 Bình hút ẩm.

4.10 Cân phân tích.

## 5 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 4325:2007 (ISO 6497:2002)<sup>1)</sup>.

## 6 Cách tiến hành

### 6.1 Chuẩn bị mẫu thử

#### 6.1.1 Thức ăn chăn nuôi dạng bột.

Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm.

#### 6.1.2 Bánh khô dầu hoặc thức ăn viên

Nghiền thô mẫu phòng thử nghiệm sao cho lọt hết qua sàng (4.5). Trộn đều sau khi sàng.

<sup>1)</sup> TCVN 4325:2007 (ISO 6497:2002) Thức ăn chăn nuôi – Lấy mẫu.

## 6.2 Phần mẫu thử

Cân khoảng 100 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 g, cho vào cốc sứ (4.6).

## 6.3 Xác định

**6.3.1** Cho 500 ml đến 700 ml axit nitric (3.1). Đun sôi, khuấy liên tục bằng đũa thủy tinh và để sôi trong nửa phút. Lọc qua màng lọc nylon (4.4). Rửa cặn bằng nước nóng và đổ trở lại vào cốc sứ. Thêm 500 ml đến 700 ml dung dịch natri hydroxit (3.2). Đun sôi, khuấy liên tục bằng đũa thủy tinh và để sôi trong nửa phút. Chuyển huyền phù vào ống đong (4.7) và thêm nước đến đầy ống.

**6.3.2** Cho nước chảy nhẹ đi qua ống thủy tinh được cắm sâu đến hai phần ba chiều cao của ống đong. Điều chỉnh dòng chảy sao cho trong huyền phù chỉ còn lại các hạt rất mịn và những mảnh vỏ lắng dưới đáy. Tiếp tục thao tác này cho đến khi loại bỏ hết phần lớn các hạt trong huyền phù. Gạn hai phần ba chất lỏng và lọc phần còn lại qua màng nylon (4.4).

**6.3.3** Chuyển cặn sang cốc đáy bằng (4.8). Kiểm tra bằng kính hiển vi lập thể hoặc kính hiển vi hai thị kính (4.1) và dùng panh gấp những mảnh vỏ đặt lên trên một nền trắng. Sấy khô 4 giờ trong tủ sấy (4.3) ở 103 °C. Để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và dùng kính hiển vi (4.2) để nhận dạng những mảnh vỏ bằng cách so sánh chúng với vỏ hạt thầu dầu đã được xử lý cùng qui trình.

**6.3.4** Vỏ hạt thầu dầu có cấu trúc đặc biệt; màu đen hoặc màu nâu, những mảnh vỏ sắc góc có đặc điểm bề mặt gồ ghề mà có thể thấy khi xem ở độ phóng đại cực nhỏ (xem từ hình 1 đến hình 7).

Thu thập các vỏ và cân chính xác đến 0,1 mg.

## 6.4 Số lần xác định

Tiến hành ba lần xác định trên mẫu thử lấy từ một mẫu phòng thử nghiệm.

## 7 Biểu thị kết quả

Hàm lượng vỏ hạt thầu dầu,  $w$ , được biểu thị bằng miligam trên kilogam của sản phẩm nhận được, tính bằng công thức sau đây:

$$w = m_1 \times 1,3 \times \frac{1\ 000}{m_0}$$

trong đó

$m_0$  là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;

$m_1$  là khối lượng của vỏ hạt thầu dầu đã được sấy khô, tính bằng miligam;

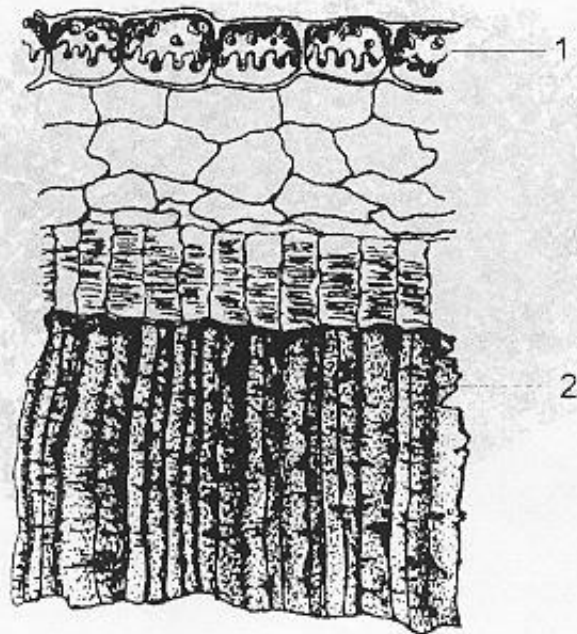
1,3 là hệ số dùng để chỉnh sự thất thoát dự đoán của 30 % trong ba bước phân tích (6.3).

Biểu thị kết quả là trung bình cộng của ba lần xác định.

## 8 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 nghiệm đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ có thể ảnh hưởng đến kết quả thử;
- kết quả thử nghiệm thu được.



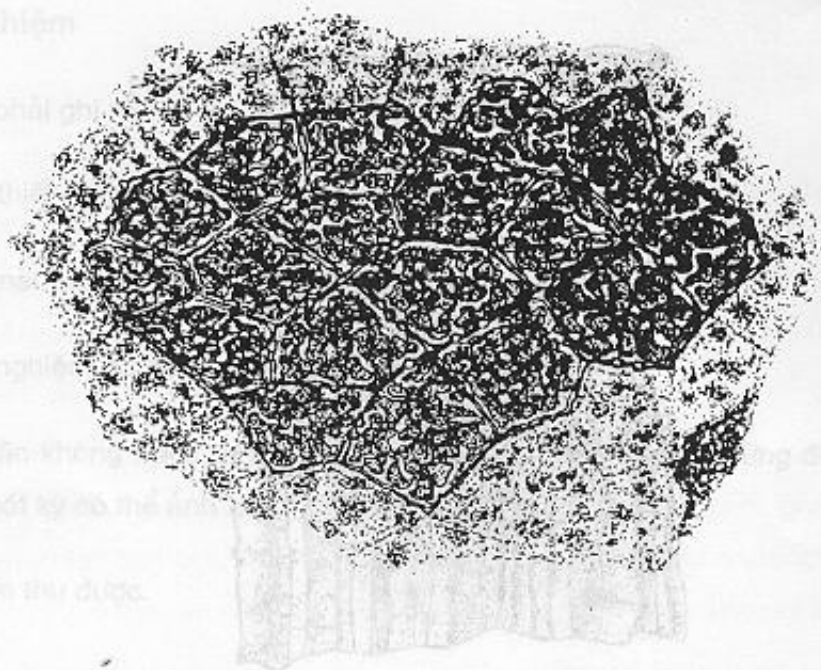
**Chú giải**

- 1 Biểu bì
- 2 Thó

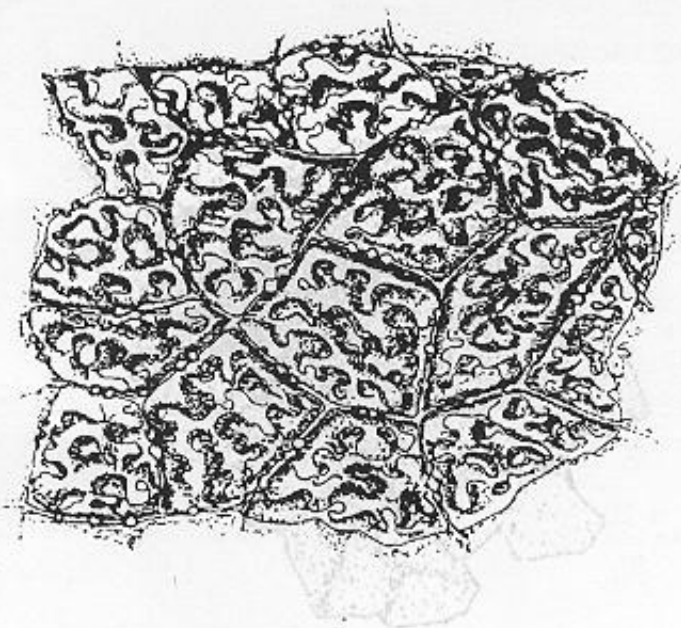
**Hình 1 – Hạt thầu dầu – Mặt cắt ngang của hạt (phóng đại 400 lần)**



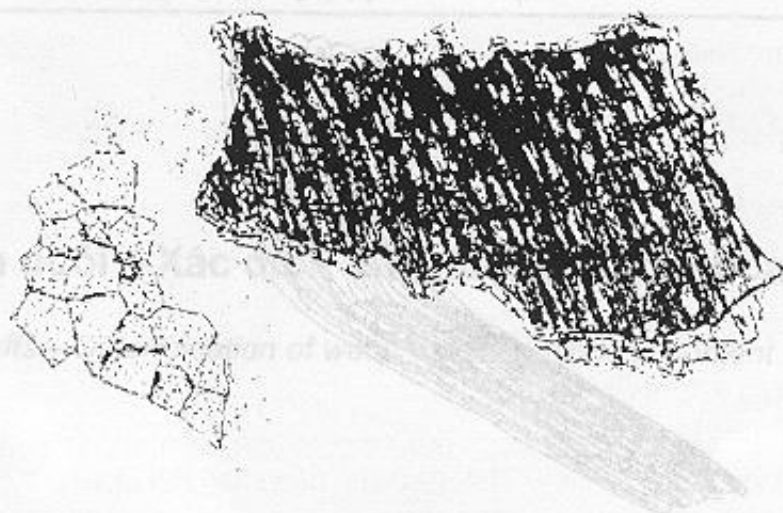
**Hình 2 – Hạt thầu dầu – Tế bào biểu bì của hạt (phóng đại 300 lần)**



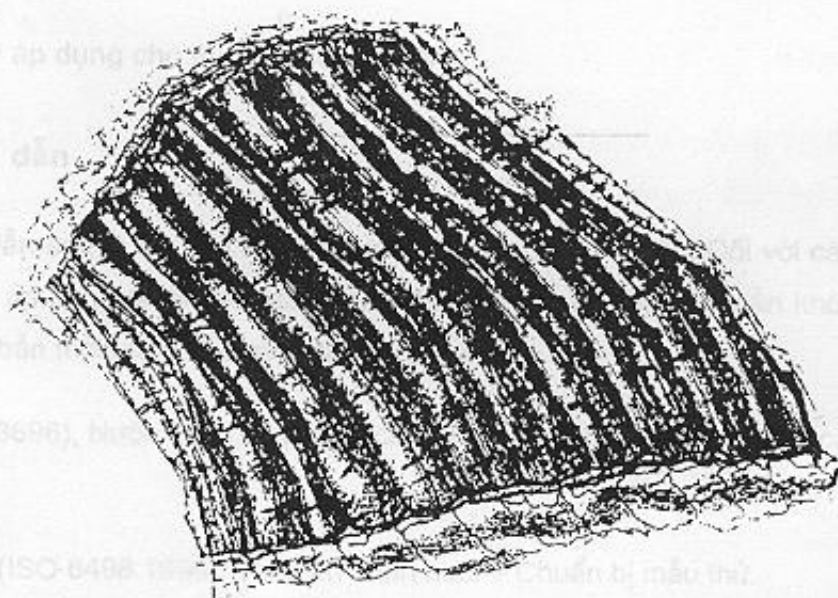
Hình 3 – Hạt thầu dầu – Tế bào biểu bì của hạt (phóng đại 500 lần)



Hình 4 – Hạt thầu dầu – Tế bào biểu bì của hạt (phóng đại 800 lần)

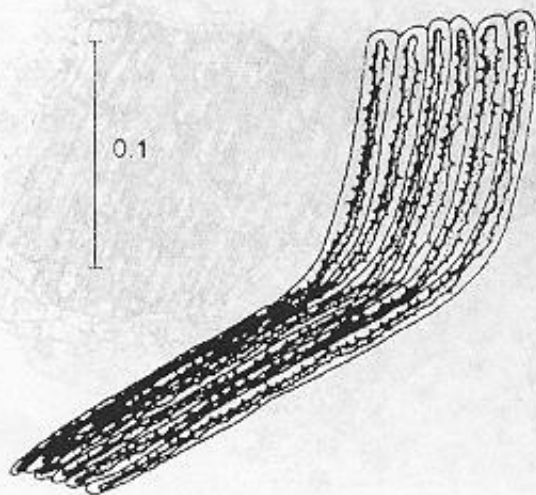


**Hình 5 – Hạt thầu dầu – Xơ hạt (phóng đại 200 lần)**



**Hình 6 – Hạt thầu dầu – Tế bào biểu bì của hạt (phóng đại 300 lần)**

Kích thước tính bằng milimét



Hình 7 – Hạt thầu dầu – Xơ hạt