

TCVN 9474:2012

ISO 5985:2002

Xuất bản lần 1

**THỨC ĂN CHĂN NUÔI – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO
KHÔNG TAN TRONG AXIT CLOHYDRIC**

Animal feeding stuffs – Determination of ash insoluble in hydrochloric acid

Lời nói đầu

TCVN 9474:2012 hoàn toàn tương đương với ISO 5985:2002 (cùng với đính chính lỗi kỹ thuật 1).

TCVN 9474:2012 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 tro không tan trong axit clohydric

Animal feeding stuffs – Determination of ash insoluble in hydrochloric acid

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này nêu rõ hai quy trình xác định tro không tan trong axit clohydric đối với thức ăn chăn nuôi.

Quy trình được áp dụng phụ thuộc vào bản chất của mẫu.

- a) Quy trình A áp dụng đối với thức ăn chăn nuôi hữu cơ đơn và đối với thức ăn chăn nuôi hỗn hợp (trừ những loại được nêu trong quy trình B).
- b) Quy trình B áp dụng đối với các chất khoáng, hỗn hợp chất khoáng và thức ăn chăn nuôi dạng hỗn hợp có hàm lượng tro không tan trong axit clohydric lớn hơn 1 % (theo khối lượng) khi xác định theo quy trình A.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. 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:

3.1 Tro không tan trong axit clohydric (ash insoluble in hydrochloric acid)

Phần tro không tan trong axit clohydric loãng dưới các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Kết quả được biểu thị bằng phần trăm khối lượng của mẫu thử.

4 Nguyên tắc

4.1 Quy trình A

Các chất hữu cơ trong phần mẫu thử được phân hủy bằng cách nung.

Xử lý phần tro thu được bằng axit clohydric. Hỗn hợp được lọc, sau đó sấy khô, nung và cân phần còn lại.

4.2 Quy trình B

Một phần mẫu thử được xử lý bằng axit clohydric. Hỗn hợp được lọc, sau đó sấy và nung.

Tro được xử lý như 4.1.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng phân tích, nước cất hoặc nước khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Axit clohydric loãng, 3 mol/l.

5.2 Dung dịch axit tricloaxetic, 200 g/l.

5.3 Dung dịch axit tricloaxetic, 10 g/l.

6 Thiết bị

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

6.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,001 g.

6.2 Lò nung, đốt nóng bằng điện, kiểm soát được nhiệt độ và được gắn với nhiệt kế.

Lò nung khi đặt ở nhiệt độ 550 °C phải có khả năng kiểm soát sao cho nhiệt độ tại các điểm đặt chén nung không được chênh lệch quá 20 °C so với nhiệt độ đã cài đặt.

6.3 Tủ sấy, có khả năng kiểm soát nhiệt độ ở (103 ± 2) °C.

6.4 Bếp điện hoặc bếp ga

6.5 Bếp cách thủy

6.6 Chén nung, bằng platin hoặc hợp kim vàng platin (ví dụ 10 % Pt, 90 % Au) hoặc vật liệu khác không bị ảnh hưởng bởi các điều kiện thử nghiệm, tốt nhất là loại hình chữ nhật có diện tích bề mặt khoảng 20 cm² và chiều cao khoảng 2,5 cm.

Đối với các mẫu có xu hướng phồng lên khi cacbon hóa thì dùng các chén có diện tích bề mặt khoảng 30 cm² và chiều cao khoảng 3 cm.

6.6 Bình hút ẩm, chứa các chất hút ẩm hiệu quả

7 Lấy mẫu

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

Bảo quản mẫu sao cho tránh được sự hư hỏng và thay đổi thành phần.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 4325 (ISO 6497).

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6952:2001 (ISO 6498:1998).

8.2 Quy trình A

8.2.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 5 g mẫu thử (8.1), chính xác đến 0,001 g, cho vào chén nung (6.6).

8.2.2 Xác định

8.2.2.1 Đặt chén nung có chứa phần mẫu thử (8.2.1) lên bếp điện hoặc bếp ga (6.4) và đốt nóng liên tục đến khi mẫu thử cháy thành than. Chuyển chén vào lò nung (6.2), đã được đặt trước ở 550 °C và để trong 3 h. Kiểm tra bằng mắt xem mẫu thử đã được tro hóa hết chưa. Nếu chưa thì đặt chén nung vào lò và nung thêm 1 h. Nếu vẫn còn nhìn thấy các hạt cacbon hoặc nghi ngờ sự có mặt của chúng thì để tro đến khi nguội, làm ẩm bằng nước cất, để bay hơi cẩn thận cho đến khô trong tủ sấy (6.3) đã được cài đặt ở 103 °C. Sau đó đặt chén vào lò nung và nung tiếp thêm 1 h. Để chén nung nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (6.7).

CHÚ THÍCH: Tro thu được trong phần này tương ứng với quy trình được nêu ra trong TCVN 4327 (ISO 5984).

8.2.2.2 Chuyển tro vào cốc dung tích 250 ml đến 400 ml bằng 75 ml axit clohydric loãng (5.1). Đun cẩn thận đến sôi trên bếp điện hoặc bếp ga (6.4) và để sôi trong 15 min. Lọc dung dịch nóng qua giấy lọc không tro, rửa giấy lọc và cặn bằng nước nóng đến khi hết axit. Chuyển giấy lọc cùng với phần cặn vào chén nung (6.6) mà chén nung này đã được đốt nóng trước ít nhất 30 min trong lò nung (6.2) ở nhiệt độ 550 °C, được làm nguội trong bình hút ẩm (6.7) và cân chính xác đến

0,001 g. Sấy chén chứa giấy lọc và cặn trong tủ sấy (6.3) ở 103 °C trong 2 h, sau đó nung 30 min trong lò nung (6.2) ở nhiệt độ 550 °C. Làm nguội chén đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (6.7) rồi cân nhanh với độ chính xác đến 0,001 g.

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

8.3 Quy trình B

8.3.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 5 g mẫu thử (8.1) chính xác đến 0,001 g, cho vào cốc dung tích từ 250 ml đến 400 ml.

8.3.2 Xác định

8.3.2.1 Thêm lần lượt vào cốc có chứa mẫu thử (8.3.1), 25 ml nước và 25 ml axit clohydric loãng (5.1). Khuấy và để yên đến khi hết bọt. Thêm 50 ml axit clohydric và tiếp tục chờ, nếu cần, đến khi hết bọt hoàn toàn. Đun cốc trên bếp cách thủy (6.5) trong 30 min hoặc lâu hơn đến khi tất cả tinh bột trong mẫu được thủy phân hoàn toàn.

Lọc dung dịch nóng qua giấy lọc không tro và rửa giấy lọc và phần cặn còn lại với 50 ml nước nóng.

8.3.2.2 Nếu dung dịch khó lọc, lặp lại việc xác định với phần mẫu thử mới nhưng thêm 50 ml dung dịch axit tricloaxetic (5.2) thay cho 50 ml axit clohydric và rửa giấy lọc và phần cặn với dung dịch axit tricloaxetic (5.3) nóng trước khi rửa với nước nóng.

8.3.2.3 Chuyển giấy lọc cùng với phần cặn vào chén nung (6.6). Sấy khô 2 h trong tủ sấy (6.3) ở 103 °C, sau đó nung trong lò nung (6.2) ở 550 °C trong 3 h. Để chén nung nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (6.7).

8.3.2.4 Tiếp tục như mục 8.2.2.2

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

9 Biểu thị kết quả

Tro không tan trong axit clohydric, w , được biểu thị theo phần trăm khối lượng mẫu, tính bằng công thức sau:

$$w = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

Trong đó

m_0 là khối lượng, của chén rỗng (8.2.2.2), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng, của chén chứa phần mẫu thử (8.2.1 hoặc 8.3.1), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng, của chén và tro không tan trong axit clohydric, tính bằng gam (g).

Kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định nếu thỏa mãn yêu cầu về độ lặp lại (xem 10.2).

Báo cáo kết quả chính xác đến 0,1 % (phần khối lượng).

10 Độ chụm

10.1 Thử nghiệm liên phòng

Các chi tiết của các phép thử liên phòng về độ chụm của phương pháp được nêu trong phụ lục A. Giá trị từ phép thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các giải nồng độ và các chất nền khác.

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên vật liệu thử giống nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị không quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại (r) được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Giới hạn lặp lại (r) và giới hạn tái lập (R)

Các giá trị tính bằng gam trên kilogram

Mẫu	Tro thô	r	R
Bột cá	8,2	0,8	2,3
Tapioca	34,6	2,8	4,8
Bột thịt	8,6	0,8	1,9
Thức ăn cho lợn con	2,6	0,3	1,0
Thức ăn cho gà broiler	1,7	0,3	0,9
Lúa mạch	2,6	0,5	1,6
Khô dầu hạt cò	6,0	0,8	1,1

10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên vật liệu thử giống nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn tái lập (R) được nêu trong Bảng 1.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử nghiệm đã dùng (quy trình A hoặc B), viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) 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 mà có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được;
- f) nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A
(tham khảo)

Kết quả thử nghiệm liên phòng

Độ chum của phương pháp được thiết lập bởi các phép thử liên phòng thí nghiệm tiến hành theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1 và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), đối với trường hợp ngoại lệ thì phép thử Dixon được thay bằng phép thử Grubbs. Trong các phép thử này, 20 đến 30 phòng thí nghiệm đã tham gia và đánh giá trên các mẫu bột cá, tapioca, bột thịt, thức ăn cho lợn con, thức ăn cho gà broiler, lúa mạch và khô dầu hạt cò. Các kết quả của thử nghiệm liên phòng được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Kết quả thống kê của các phép thử liên phòng thử nghiệm

Thông số	Mẫu ^a						
	1	2	3	4	5	6	7
Giá trị trung bình tro thô không tan trong HCl, g/kg	8,2	34,6	8,6	2,6	1,7	2,6	6,0
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r), g/kg	0,3	1,0	0,3	0,1	0,1	0,2	0,3
Hệ số biến sai lặp lại, %	3,4	2,8	3,1	4,2	6,4	6,5	4,8
Giới hạn lặp lại (r), g/kg	0,8	2,8	0,8	0,3	0,3	0,5	0,8
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R), g/kg	0,8	1,7	0,7	0,3	0,3	0,6	0,4
Hệ số biến sai tái lập, %	9,8	4,9	7,7	13,6	19,7	22,5	6,6
Giới hạn tái lập (r), g/kg	2,3	4,8	1,9	1,0	0,9	1,6	1,1
^a 1: bột cá 2: tapioca 3: bột thịt 4: thức ăn cho lợn con 5: thức ăn cho gà broiler 6: lúa mạch 7: khô dầu hạt cò							

THƯ MỤC TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Các định nghĩa và nguyên tắc chung.
 - [2] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản để xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp tiêu chuẩn.
 - [3] TCVN 4327:2007 (ISO 5984:2002), *Thức ăn chăn nuôi – Xác định tro thô*.
 - [4] TCVN 4325:2007, *Thức ăn chăn nuôi – Lấy mẫu*.
-