

Thức ăn chăn nuôi – Xác định tro thô

Animal feeding stuffs – Determination of crude ash

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng tro thô trong thức ăn chăn nuôi.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

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 thô (crude ash):

Cặn thu được sau khi nung ở 550 °C dưới các điều kiện qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Tro thô được biểu thị theo phần trăm khối lượng của mẫu thử.

4 Nguyên tắc

Chất hữu cơ có trong phần mẫu thử được phân huỷ bằng cách nung, sau đó cân lượng tro thu được.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

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

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

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

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

5.4 Bếp điện hoặc bếp ga

5.5 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 loại hình chữ nhật có diện tích bề mặt khoảng 20 cm và chiều cao khoảng 2,5 cm.

Đối với các mẫu có khả năng cacbon hoá cao, thì dùng các chén có diện tích bề mặt khoảng 30 cm² và chiều cao khoảng 3 cm.

5.6 Bình hút ẩm, chứa các chất hút ẩm hiệu quả.

6 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.

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

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

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

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

7.2 Phần mẫu thử

Cân khoảng 5 g mẫu thử (7.1), chính xác đến 0,001 g cho vào trong chén nung (5.5), đã được đốt trước ít nhất 30 phút trong lò nung (5.2) ở 550 °C, làm nguội trong bình hút ẩm (5.6) và cân chính xác đến 0,001 g.

7.3 Xác định

Đặt chén nung chứa phần mẫu thử (7.2) lên bếp điện hoặc bếp ga (5.4) và đốt nhanh cho đến khi phần mẫu thử cháy thành tro. Chuyển chén vào lò nung (5.2), đã được đốt nóng trước đến 550 °C và để trong 3 giờ. Kiểm tra bằng mắt xem mẫu thử đã tro hóa hết chưa. Nếu chưa, thì đặt chén vào lò nung và đun

nóng thêm 1 giờ. Nếu vẫn còn nhìn thấy các hạt cacbon hoặc nghi ngờ sự có mặt của chúng, thì để tro đến nguội, làm ẩm bằng nước cất, làm bay hơi cẩn thận cho đến khô trong tủ sấy (5.3) đặt ở 103 °C. Sau đó đặt chén vào lò nung và đốt nóng tiếp trong 1 giờ. Để chén nung nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng sau đó cân nhanh chính xác đến 0,001 g.

CHÚ THÍCH— Phần tro thô thu được bằng qui trình trên đây có thể được dùng tiếp để xác định tro không tan trong axit clohydric (xem ISO 5985).

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

8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng tro thô, w , được biểu thị theo phần trăm khối lượng mẫu thử, tính bằng công thức sau đây:

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

trong đó

m_0 là khối lượng của chén rỗng, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của chén chứa phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của chén chứa tro thô, tính bằng gam.

Lấy kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định, thoả mãn yêu cầu về độ lặp lại (xem 9.2). Báo cáo kết quả chính xác đến 0,1 % (phần khối lượng).

9 Độ chụm

9.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

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

9.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt 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 | 179,8 | 2,7 | 4,4 |
| Bột sắn | 59,1 | 2,4 | 3,6 |
| Bột thịt | 175,6 | 2,4 | 5,6 |
| Thức ăn cho lợn con | 50,2 | 2,1 | 3,3 |
| Thức ăn cho gà Broiler | 42,7 | 0,9 | 2,2 |
| Lúa mạch | 20,0 | 1,0 | 1,9 |
| Mật đường | 119,9 | 3,6 | 9,1 |
| Bã nhân hạt cọ | 35,8 | 0,7 | 1,6 |

9.3 Độ tái lập

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

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu;
- 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 mà có thể ảnh hưởng đến kết các quả thử;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Độ chụm của phương pháp được thiết lập bởi các phép thử liên phòng thử 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 có 40 phòng thử nghiệm đến 52 phòng thử nghiệm tham gia và đánh giá trên các mẫu thử là bột cá, bột sắn, bột thịt, thức ăn cho lợn con, thức ăn cho gà Broiler, lúa mạch, mật đường, bã nhân hạt cọ. Các kết quả của phép thử này 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 | 8 |
| Số lượng phòng thử nghiệm | 52 | 48 | 47 | 50 | 48 | 48 | 40 | 49 |
| Số lượng các kết quả được chấp nhận | 50 | 47 | 43 | 49 | 44 | 45 | 39 | 46 |
| Giá trị tro thô trung bình, g/kg | 179,8 | 59,1 | 175,6 | 50,2 | 42,7 | 20,0 | 119,9 | 35,8 |
| Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r), g/kg | 1,0 | 0,9 | 0,9 | 0,8 | 0,3 | 0,4 | 1,3 | 0,2 |
| Hệ số biến thiên lặp lại, % | 1,5 | 4,1 | 1,4 | 4,2 | 2,1 | 5,0 | 3,0 | 2,0 |
| Giới hạn lặp lại (r), g/kg | 2,7 | 2,4 | 2,4 | 2,1 | 0,9 | 1,0 | 3,6 | 0,7 |
| Độ lệch chuẩn tái lập (s_R), g/kg | 1,4 | 1,1 | 1,9 | 1,1 | 0,7 | 0,6 | 3,1 | 0,5 |
| Hệ số biến thiên tái lập, % | 2,5 | 6,0 | 3,2 | 6,6 | 5,1 | 9,6 | 7,6 | 4,4 |
| Giới hạn tái lập (R), g/kg | 4,4 | 3,6 | 5,6 | 3,3 | 2,2 | 1,9 | 9,1 | 1,6 |

^a 1: bột cá;

5: thức ăn cho gà giò (Broiler);

2: bột sắn;

6: lúa mạch;

3: bột thịt;

7: mật đường;

4: thức ăn cho lợn con;

8: bã nhân hạt cọ.

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 – Nguyên tắc và định nghĩa 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 xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.
- [3] ISO 5985, Animal feeding stuffs – Determination of ash insoluble in hydrochloric acid.
- [4] TCVN 4325:2007 (ISO 6497:2002), Thức ăn chăn nuôi – Lấy mẫu.