

Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng xơ thô –

Phương pháp có lọc trung gian

Animal feeding stuffs – Determination of crude fibre content – Method with intermediate filtration

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng xơ thô có lọc trung gian. Qui trình thủ công và bán tự động được mô tả dưới đây.

Phương pháp có thể áp dụng cho thức ăn chăn nuôi có hàm lượng xơ thô lớn hơn 10 g/kg.

CHÚ THÍCH Đối với thức ăn chăn nuôi có hàm lượng xơ thô bằng hoặc nhỏ hơn 10 g/kg, thì có thể sử dụng phương pháp được mô tả trong ISO 6541 [7].

Tiêu chuẩn này cũng có thể áp dụng cho ngũ cốc và đậu đỗ.

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 4851:1989 (ISO 3696:1987), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 6952:2001 (ISO 6498:1998), Thức ăn chăn nuôi – Chuẩn bị mẫu thử.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Hàm lượng xơ thô (crude fibre content)

Khối lượng hao hụt từ việc tro hoá cặn khô thu được sau khi thuỷ phân mẫu bằng axit và kiềm theo qui trình mô tả trong tiêu chuẩn này, chia cho khối lượng của phần mẫu thử.

CHÚ THÍCH Hàm lượng xơ thô được biểu thị bằng gam trên kilogam. Hàm lượng xơ thô cũng có thể được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Xử lý phần mẫu thử bằng axit sulfuric loãng sôi. Cặn được tách bằng cách lọc, rửa và sau đó xử lý bằng dung dịch kali hydroxit sôi. Cặn được tách bằng cách lọc, rửa, sấy khô, cân, sau đó tro hoá. Khối lượng hao hụt từ việc tro hoá tương ứng với khối lượng xơ thô có trong phần mẫu thử.

5 Thuốc thử và vật liệu

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích.

5.1 Nước, ít nhất đạt loại 3 theo TCVN 4851 (ISO 3696).

5.2 Axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.3 Axit sulfuric, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = (0,13 \pm 0,005) \text{ mol/l}$.

5.4 Dung dịch kali hydroxit, $c(\text{KOH}) = (0,23 \pm 0,005) \text{ mol/l}$.

5.5 Axeton.

5.6 Chất trợ lọc: cát biển, hoặc Celite^{®1)} 545, hoặc vật liệu có chất lượng tương đương.

Trước khi sử dụng, xử lý cát biển bằng axit clohydric sôi [$c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$], rửa bằng nước cho đến khi hết axit và nung ít nhất trong 1 giờ ở nhiệt độ $(500 \pm 25)^\circ\text{C}$.

Trước khi sử dụng, nung nóng chất trợ lọc thêm ít nhất trong 4 giờ ở nhiệt độ $(500 \pm 25)^\circ\text{C}$.

5.7 Chất chống tạo bọt, ví dụ *n*-octanol.

¹⁾ Celite[®] là tên thương mại của sản phẩm bán sẵn. Thông tin này đưa ra để tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và ISO không ấn định phải sử dụng sản phẩm này. Có thể sử dụng sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương tự.

5.8 Dầu nhẹ, có khoảng sôi từ 40 °C đến 60 °C.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Máy nghiền, có khả năng nghiền mẫu sao cho lọt hết qua **sàng** cỡ lỗ 1 mm.

6.2 Cân phân tích, có độ chính xác tối thiểu 0,1 mg.

6.3 Phễu lọc, bằng thạch anh, sứ hoặc thủy tinh cứng, có tấm lọc loại siêu kết nóng chảy cỡ lỗ từ 40 µm đến 100 µm (loại độ xốp P 100 theo ISO 4793:1980 [1]).

Trước khi dùng lần đầu, nung phễu lọc mới cẩn thận và từ từ đến nhiệt độ không quá 525 °C và để vài phút ở (500 ± 25) °C.

Có thể dùng phễu bằng thép không gỉ, có tấm lọc với cỡ lỗ 90 µm có các đặc tính tương tự.

6.4 Đĩa sàng bằng sứ.

6.5 Chén nung.

6.6 Cốc có mỏ hoặc **bình nón**, dung tích 500 ml, có dụng cụ làm nguội thích hợp, ví dụ bình sinh hàn hoặc đĩa.

6.7 Tủ sấy, được đốt nóng bằng điện và thông gió, có khả năng duy trì ở nhiệt độ (130 ± 2) °C.

6.8 Bình hút ẩm, có chứa chất hút ẩm silicagel xanh lục, có đĩa đục lỗ, tốt nhất bằng nhôm hoặc thép không gỉ, dày từ 2 mm đến 3 mm.

6.9 Lò nung, đốt nóng bằng điện, lưu thông không khí và có khả năng kiểm soát nhiệt độ duy trì xung quanh phễu chính xác đến 25 °C ở nhiệt độ 475 °C đến 525 °C.

Chỉ số báo trên nhiệt kế của lò nung không phải khi nào cũng đúng: có thể xuất hiện sai lệch. Do vậy, nhiệt độ trong lò nung phải được kiểm tra đều đặn.

Phụ thuộc vào kích cỡ và loại lò nung, nhiệt độ tại các vị trí khác nhau bên trong lò nung có thể chênh lệch. Khi cửa lò nung đóng, thì phải cung cấp đầy đủ không khí cho lò. Tốc độ dòng khí không được quá lớn để không làm vật liệu bị bay ra khỏi phễu.

6.10 Dụng cụ chiết nguội, có:

- giá đỡ dùng cho phễu lọc (6.3);

ống nối có vòi nối với dụng cụ hút chân không và đầu ra dịch lỏng; và

– vòng nối để nối phễu lọc (6.3).

6.11 Dụng cụ đun (dùng cho phương pháp thủ công), có dụng cụ làm nguội thích hợp có khả năng duy trì thể tích không đổi trong quá trình sôi.

6.12 Dụng cụ đun (dùng cho phương pháp bán tự động) để thủy phân axit và thủy phân kiềm, kèm theo:

- giá đỡ cho phễu lọc (6.3);
- ống nối có vòi nối với dụng cụ hút chân không và đầu ra dịch lỏng; và
- ống đong đun sôi dung tích ít nhất 270 ml, có bình sinh hàn.
- vòng nối để nối dụng cụ đun với phễu lọc (6.3) và ống đong đun sôi; và
- máy nén khí, tùy chọn.

Trước khi sử dụng, đun sôi trước các thiết bị trong 5 phút.

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 4325:2007 (ISO 6497:2002) [6].

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

8 Chuẩn bị mẫu thử

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

Dùng dụng cụ nghiền (6.1), nghiền mẫu phòng thử nghiệm đã được làm khô trong không khí sao cho lọt hết qua sàng cỡ lỗ 1 mm. Trộn kỹ.

Đối với phương pháp thủ công, tiến hành theo điều 9.

Đối với phương pháp bán tự động, tiến hành theo điều 10.

9 Cách tiến hành đối với phương pháp thủ công

9.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 1 g mẫu thử đã được chuẩn bị (điều 8) chính xác đến 0,1 mg (m_1).

Nếu hàm lượng chất béo trong mẫu quá 100 g/kg, hoặc nếu mẫu chứa chất béo mà không thể chiết trực tiếp được bằng dầu nhẹ, thì chuyển mẫu vào phễu lọc (6.3) và tiến hành theo 9.2.

Nếu hàm lượng chất béo trong mẫu không quá 100 g/kg, thì chuyển mẫu vào cốc có mỏ (6.6) và nếu hàm lượng cacbonat quá 50 g/kg, được biểu thị theo canxi cacbonat, thì tiến hành theo 9.3. Nếu hàm lượng cacbonat không quá 50 g/kg thì tiến hành theo 9.4.

9.2 Khử chất béo sơ bộ

Dùng dụng cụ chiết ngược, khử chất béo trong mẫu ba lần mỗi lần bằng 30 ml dầu nhẹ (5.8) có hút chân không. Làm khô cạn bằng cách hút sau mỗi lần khử chất béo. Chuyển cạn vào cốc có mỏ (6.6).

Nếu hàm lượng cacbonat quá 50 g/kg, được biểu thị theo canxi cacbonat, thì tiến hành theo 9.3. Nếu hàm lượng cacbonat không quá 50 g/kg, thì tiến hành theo 9.4.

9.3 Loại bỏ cacbonat

Rót 100 ml axit clohydric (5.2) lên mẫu. Khuấy liên tục trong 5 phút. Rót cẩn thận hỗn hợp vào phễu lọc, đáy của phễu được phủ một lớp chất trợ lọc mỏng (5.6).

Gạn hai lần, mỗi lần 100 ml nước. Cầm cẩn thận sao cho mẫu lọt vào tấm màng lọc ít nhất.

Chuyển lượng chứa trong phễu lọc vào cốc có mỏ ban đầu và tiến hành theo 9.4.

9.4 Thuỷ phân axit

Rót 150 ml axit sulfuric (5.3) lên mẫu.

Đem đun sôi càng nhanh càng tốt và tiếp tục cho sôi đều trong (30 ± 1) phút.

Khuấy vài lần khi bắt đầu sôi. Nếu xuất hiện bọt, thì thêm vài giọt chất chống tạo bọt (5.7). Trong khi sôi, duy trì thể tích không đổi bằng dụng cụ làm nguội thích hợp (xem 6.6 và 6.11).

9.5 Lọc lần thứ nhất

Trong phễu lọc (6.3) phủ một lớp chất trợ lọc (5.6) dày bằng khoảng một phần năm chiều cao phễu lọc. Trên lớp trợ lọc có thể phủ một đĩa sàng (6.4) để tránh axit bắn ra.

Khi hết thời gian sôi, lọc dịch lỏng cho chảy theo một đĩa thuỷ tinh vào trong phễu lọc. Cho hút chân không nhẹ sao cho rót một lần hết 150 ml. Nếu phễu lọc bị tắc, thì cẩn thận dùng đĩa thuỷ tinh xô dịch xơ thô phủ lên chất lọc.

Rửa cặn năm lần, mỗi lần bằng khoảng 10 ml nước nóng. Làm cẩn thận để tấm lọc của phễu lọc vẫn còn phủ chất trợ lọc sao cho xơ thô không chạm vào tấm lọc.

Tháo vòi hút chân không và chuyển thể tích axeton (5.5) sao cho vừa đủ phủ lên cặn. Chờ vài phút và sau đó loại axeton bằng cách hút chân không nhẹ. Hút thêm một thời gian để làm khô cặn.

Nếu mẫu chứa chất béo mà không thể chiết trực tiếp được bằng dầu nhẹ (5.8), thì tiến hành theo 9.6. Nếu không, thì tiến hành theo 9.7.

9.6 Khử chất béo

Dùng dụng cụ chiết nguội (6.10) khử chất béo có trong mẫu ba lần, mỗi lần bằng 30 ml dầu nhẹ (5.8) có hút chân không. Làm khô cặn sau mỗi lần khử chất béo bằng cách hút chân không.

9.7 Thuỷ phân kiềm

Chuyển lượng cặn vào một cốc có mỏ đã dùng để thuỷ phân axit.

Thêm 150 ml dung dịch kali hydroxit (5.4) và đem đun sôi càng nhanh càng tốt. Tiếp tục cho sôi đều trong (30 ± 1) phút. Trong quá trình sôi, duy trì thể tích không đổi bằng dụng cụ làm nguội thích hợp (xem 6.6 và 6.11).

9.8 Lọc lần thứ hai

Lọc lượng chứa trong cốc có mỏ qua phễu lọc (6.3) có chứa lớp trợ lọc (5.6) có bề dày khoảng một phần năm chiều cao của phễu lọc, trên lớp trợ lọc được phủ một đĩa sàng (6.4) để tránh kiểm bắn ra.

Rửa cặn bằng nước nóng cho đến khi nước rửa trở nên trung tính.

Rửa cặn ba lần mỗi lần bằng 30 ml axeton (5.5) có hút chân không. Làm khô cặn bằng cách hút sau mỗi lần rửa.

9.9 Sấy khô

Đặt phễu lọc vào trong chén nung (6.5) và sấy chén cùng với lượng chứa này trong tủ sấy (6.7) ở nhiệt độ 130°C ít nhất 2 giờ.

Trong quá trình tro hoá hoặc làm nguội, một số phần của tấm lọc chế tạo kiểu thiêu kết của phễu lọc có thể bị rời ra. Vì vậy việc này có thể làm sai kết quả phân tích, do đó cần đặt phễu lọc vào chén nung.

Làm nguội phễu lọc và chén nung nguội trong bình hút ẩm (6.8). Cân phễu lọc và chén nung chính xác đến 0,1 mg (m_2) ngay sau khi lấy ra từ bình hút ẩm.

9.10 Tro hoá

Cho phễu lọc và chén nung vào trong lò nung (6.9) và tro hoá lượng chứa bên trong ở nhiệt độ $(500 \pm 25)^\circ\text{C}$ cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân kế tiếp sau khi làm nguội không quá 2 mg.

Sau mỗi lần tro hoá, để phễu lọc và chén nung nguội bớt đi, trong khi vẫn còn ấm, thì cho vào bình hút ẩm. Để nguội hoàn toàn sau đó cân chính xác đến 0,1 mg (m_3).

9.11 Xác định mẫu trắng

Tiến hành xác định mẫu trắng như mô tả trong 9.4 đến 9.10 với khối lượng chất trợ lọc (5.6) như nhau nhưng không có mẫu thử.

Sự hao hụt khối lượng từ việc tro hoá (9.10) không quá 2 mg.

Tiến hành theo điều 11.

10 Cách tiến hành đối với phương pháp bán tự động

10.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 1 g mẫu thử đã được chuẩn bị (điều 8) chính xác đến 0,1 mg (m_1). Chuyển lượng này vào phễu lọc (6.3) đã có khoảng 2 g chất trợ lọc (5.6).

Nếu hàm lượng chất béo của mẫu quá 100 g/kg, hoặc nếu mẫu chứa chất béo mà không thể chiết trực tiếp được bằng dầu nhẹ (5.8), thì tiến hành theo 10.2.

Nếu hàm lượng chất béo của mẫu không quá 100 g/kg và hàm lượng cacbonat tính theo canxi cacbonat vượt quá 50 g/kg thì tiến hành theo 10.3. Nếu hàm lượng cacbonat không quá 50 g/kg, thì tiến hành theo 10.4.

10.2 Khử chất béo sơ bộ

Lắp phễu lọc vào dụng cụ chiết nguội (6.10) và rửa mẫu ba lần mỗi lần bằng 30 ml dầu nhẹ (5.8) có hút chân không. Làm khô cạn bằng cách hút sau mỗi lần rửa.

Nếu hàm lượng cacbonat tính theo canxi cacbonat vượt quá 50 g/kg, thì tiến hành theo 10.3. Nếu hàm lượng cacbonat không quá 50 g/kg, thì tiến hành theo 10.4.

10.3 Loại bỏ cacbonat

Lắp phễu lọc vào dụng cụ đun (6.12). Rửa mẫu ba lần, mỗi lần bằng 30 ml axit clohydric (5.2). Sau mỗi lần thêm vào, để yên khoảng 1 phút trước khi lọc.

Rửa mỗi lần bằng khoảng 30 ml nước và tiến hành theo 10.4.

10.4 Thuỷ phân axit

Lắp ống đong đun sôi vào phễu lọc. Chuyển 150 ml axit sulfuric sôi (5.3) vào ống đong có phễu lọc. Nếu xuất hiện bọt, thì cho vài giọt chất chống tạo bọt (5.7). Đem đun sôi càng nhanh càng tốt và để cho sôi mạnh trong (30 ± 1) phút.

10.5 Lọc lần thứ nhất

Tắt dụng cụ đun. Mở vòi, lọc axit sulfuric qua phễu lọc trong điều kiện chân không. Rửa cặn ít nhất ba lần mỗi lần khoảng 30 ml nước nóng cho đến khi nước rửa trung tính. Làm khô cặn bằng cách hút sau mỗi lần rửa.

Nếu không lọc được, thì nên thổi khí cẩn thận qua bộ lọc để tẩm lọc hết tắc.

Nếu mẫu chứa chất béo mà không thể chiết trực tiếp được bằng dầu nhẹ (5.8), thì tiến hành theo 10.6. Nếu không thì tiến hành theo 10.7.

10.6 Khử chất béo

Lắp phễu lọc vào dụng cụ chiết nguội (6.10) và rửa cặn ba lần mỗi lần bằng 30 ml axeton (5.5) có hút chân không. Tiếp theo, rửa cặn ba lần, mỗi lần bằng 30 ml dầu nhẹ (5.8) có hút chân không. Làm khô cặn bằng cách hút sau mỗi lần rửa.

10.7 Thuỷ phân kiềm

Khóa vòi. Chuyển 150 ml dung dịch kali hydroxit sôi (5.4) vào ống đong có phễu lọc. Cho vài giọt chất chống tạo bọt (5.7). Đem đun sôi càng nhanh càng tốt và để cho sôi mạnh trong (30 ± 1) phút.

10.8 Lọc lần thứ hai

Tắt dụng cụ đun. Mở vòi và hút chân không để lọc dung dịch kali hydroxit qua phễu lọc. Rửa cặn ít nhất ba lần, mỗi lần khoảng 30 ml nước nóng cho đến khi nước rửa trung tính. Làm khô cặn bằng cách hút sau mỗi lần rửa.

Nếu không lọc được, thì nên thổi khí cẩn thận qua bộ lọc để làm thông bộ lọc.

Lắp phễu lọc vào dụng cụ chiết nguội (6.10) và rửa mẫu ba lần, mỗi lần bằng 30 ml axeton (5.5) có hút chân không. Làm khô cặn bằng cách hút sau mỗi lần rửa.

10.9 Sấy khô

Đặt phễu lọc vào trong một chén nung (6.5) và sấy chén cùng với lượng chứa bên trong ít nhất 2 giờ trong tủ sấy (6.7) để ở nhiệt độ 130 °C.

Trong quá trình tro hoá hoặc làm nguội, một số phần của tấm lọc chế tạo kiểu thiêu kết của phễu lọc có thể bị rơi ra. Do đó, có thể làm sai kết quả phân tích, nên cần đặt phễu lọc vào trong chén nung.

Làm nguội phễu lọc và chén nung trong bình hút ẩm (6.8). Cân phễu lọc và chén nung ngay sau khi lấy ra khỏi bình hút ẩm, chính xác đến 0,1 mg (m_2).

10.10 Tro hoá

Cho phễu lọc và chén nung vào lò nung (6.9) và tro hoá lượng chứa bên trong ở nhiệt độ $(500 \pm 25)^\circ\text{C}$ cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân kế tiếp sau khi làm nguội không quá 2 mg.

Sau mỗi lần tro hoá, để phễu lọc và chén nung nguội bớt nhưng vẫn còn ấm vào bình hút ẩm. Để nguội hoàn toàn sau đó cân chính xác đến 0,1 mg (m_3).

10.11 Xác định mẫu trắng

Tiến hành xác định mẫu trắng như mô tả trong 10.4 đến 10.10 với một lượng chất trợ lọc (5.6) như nhau nhưng không có mẫu thử.

Hao hụt khối lượng từ việc tro hoá (10.10) không được vượt quá 2 mg.

11 Tính toán

Hàm lượng xơ thô của mẫu thử, tính bằng công thức sau đây:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_3}{m_1}$$

trong đó

w_1 là hàm lượng xơ thô trong mẫu thử, tính bằng gam trên kilogram;

m_1 là khối lượng của phần mẫu thử, (9.1 hoặc 10.1) tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của chén nung cùng với phễu lọc và cặn thu được sau khi sấy ở 130 °C (9.9 hoặc 10.9), tính bằng miligam;

m_3 là khối lượng của chén nung có phễu lọc và cặn thu được sau khi tro hóa ở $(500 \pm 25)^\circ\text{C}$ (9.10 hoặc 10.10), tính bằng miligam.

Làm tròn kết quả chính xác đến 1 g/kg.

CHỦ THÍCH Kết quả cũng có thể được tính theo phần trăm khối lượng.

12 Độ chụm

12.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

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

12.2 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, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại được đề cập trong bảng 1.

12.3 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 đề cập trong bảng 1.

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

Mẫu	Hàm lượng sơ thô	r	R
	g/kg	g/kg	g/kg
Bột hạt hướng dương	223,3	8,4	16,1
Bã nhân hạt cò	190,3	19,4	42,5
Thức ăn cho bò sữa (dạng viên)	115,8	5,3	13,8
Thức ăn gluten ngô	73,3	5,8	9,1
Bột sắn	60,2	5,6	8,8
Thức ăn cho chó	30,0	3,2	8,9
Thức ăn cho mèo	22,8	2,7	6,4

13 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 mà có thể ảnh hưởng đến kết quả thử;
- kết quả thử nghiệm thu được, hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp thì nêu hai kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A

(tham khảo)

Kết quả phép thử liên phòng thử nghiệm

Độ chụm của phương pháp được thiết lập năm 1996 và 1997 bởi bốn phép thử liên phòng thử nghiệm được tiến hành theo thí nghiệm split-level của ISO 5725:1986 [2]²⁾ có áp dụng phép thử Grubbs thay cho phép thử Dixon. Phép thử Grubbs được mô tả trong TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) [4].

Có 10 phòng thử nghiệm tham gia trong phép thử liên phòng thử nghiệm này. Các mẫu bột hạt hướng dương, bã nhân hạt cọ, thức ăn cho bò sữa, bột sắn, thức ăn cho chó và thức ăn cho mèo đã được đánh giá.

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

Thông số	Mẫu ^{a)}						
	1	2	3	4	5	6	7
Số lượng phòng thí nghiệm giữ lại sau khi đã loại trừ	10	9	10	10	10	10	10
Hàm lượng xơ thô trung bình, g/kg	223,3	190,3	115,8	73,3	60,2	30,0	22,8
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r), g/kg	3,00	6,93	1,89	2,07	2,00	1,14	0,96
Hệ số biến thiên lặp lại, %	1,3	3,6	1,6	2,8	3,3	3,8	4,2
Giới hạn lặp lại (r) [$r = 2,8 \times s_r$], g/kg	8,4	19,4	5,3	5,8	5,6	3,2	2,7
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R), g/kg	5,75	15,18	4,93	3,25	3,14	3,18	2,29
Hệ số biến thiên tái lập, %	2,6	8,0	4,3	4,4	5,2	10,6	10,0
Giới hạn tái lập (R) [$R = 2,8 \times s_R$], g/kg	16,1	42,5	13,8	9,1	8,8	8,9	6,4
^{a)} 1: bột hạt hướng dương; 2: bã nhân hạt cọ; 3: thức ăn cho bò sữa (dạng viên); 4: thức ăn gluten ngô; 5: bột sắn; 6: thức ăn cho chó; 7: thức ăn cho mèo.							

²⁾ ISO 5725:1986 đã huỷ.

Thư mục tài liệu tham khảo

Xuất bản lần 3

Thức ăn chăn nuôi – Khô dầu lạc

- [1] ISO 4793:1980, Laboratory sintered (fired) filters – Porosity grading, classification and designation.
- [2] ISO 5725:1986, Precision of test method – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter - laboratory tests (đã huỷ).
- [3] TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994), 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.
- [4] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), 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 đo tiêu chuẩn.
- [5] TCVN 4331 (ISO 6492), Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng chất béo.
- [6] TCVN 4325:2007 (ISO 6497:2002), Thức ăn chăn nuôi – Lấy mẫu.
- [7] ISO 6541, Agricultural food products – Determination of crude fibre content – Modified scharrer method.