

## Thức ăn chăn nuôi – Xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi khác

*Animal feeding stuffs – Determination of moisture and other volatile matter content*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi khác trong thức ăn chăn nuôi.

Phương pháp này áp dụng đối với thức ăn chăn nuôi, ngoại trừ:

- a) các sản phẩm sữa;
- b) các chất khoáng;
- c) các hỗn hợp chứa một lượng đáng kể các sản phẩm sữa hoặc các chất khoáng, ví dụ những chất thay thế sữa;
- d) thức ăn chăn nuôi chứa phụ gia giữ ẩm (ví dụ propylen glycol);
- e) những thức ăn chăn nuôi đơn giản sau:
  - dầu và chất béo thực vật và động vật {áp dụng phương pháp A trong TCVN 6120 : 1996 (ISO 662 [1])};
  - các hạt có dầu (phương pháp qui định trong ISO 665 [2]);
  - khô dầu {phương pháp qui định trong TCVN 4801 - 89 (ISO 771 [3])};
  - ngũ cốc, trừ ngô và các sản phẩm ngũ cốc (phương pháp qui định trong ISO 712 [4]);
  - ngô {phương pháp chuẩn qui định trong TCVN 4846 - 89 (ISO 6540 [5])}.

## 2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 6952 : 2001 (ISO 6498) 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 Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi khác (Moisture and other volatile matter content)

Lượng những chất mất đi trong quá trình làm khô mẫu theo tiêu chuẩn này.

Chú thích - Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi khác được biểu thị dưới dạng phần trăm khối lượng, % (m/m).

## 4 Nguyên tắc

Sự giảm khối lượng phần mẫu thử trong quá trình làm khô được xác định theo những điều kiện cụ thể phụ thuộc vào bản chất của mẫu.

## 5 Thiết bị và vật liệu

Sử dụng các thiết bị và vật liệu dùng trong phòng thí nghiệm, cụ thể như sau.

**5.1 Cân phân tích:** có thể cân chính xác đến 1 mg.

**5.2 Hộp lồng:** bằng kim loại không gỉ hoặc bằng thủy tinh, có nắp đậy kín và thiết diện ngang có thể chứa được khoảng 0,3 g/cm<sup>2</sup>.

**5.3 Tủ sấy dùng điện:** có hệ thống thông gió tốt và có khả năng duy trì ở nhiệt độ 103°C ± 2°C.

**5.4 Tủ sấy chân không dùng điện:** có khả năng duy trì ở nhiệt độ 80°C ± 2°C và có thể tạo ra áp suất dưới 13 kPa.

Tủ có gắn bộ ổn nhiệt và bơm chân không, và thiết bị cung cấp không khí khô, hoặc thiết bị làm khô bằng canxi oxít (CaO) (300 g CaO dùng cho 20 mẫu).

**5.5 Bình hút ẩm:** chứa chất hút ẩm hiệu quả.

**5.6 Cát:** được rửa axit.

## 6 Lấy mẫu

Phương pháp lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo ISO 6497 [6].

Mẫu gửi đến phòng thí nghiệm phải là mẫu trung thực và có tính đại diện, không bị hư hại hoặc biến đổi thành phần trong quá trình vận chuyển và bảo quản.

Trong quá trình bảo quản mẫu phải giảm tối thiểu sự hư hại và sự biến đổi thành phần của mẫu.

## 7 Chuẩn bị mẫu thử

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

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Phần mẫu thử

#### 8.1.1 Thức ăn chăn nuôi dạng lỏng hoặc dạng nhão, và thức ăn chăn nuôi chủ yếu chứa dầu và chất béo

Rải một lớp cát mỏng (5.6) và đặt một đĩa thủy tinh vào hộp lồng (5.2). Đem sấy hộp lồng có cát, đĩa thủy tinh và nắp đậy trong tủ sấy (5.3) ở nhiệt độ 103°C trong 30 phút  $\pm$  1 phút. Đậy nắp hộp lồng, lấy ra khỏi lò và để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (5.5). Cân hộp lồng có cát và đĩa thủy tinh cùng nắp đậy chính xác đến 1 mg.

Cân khoảng 10 g mẫu thử đã chuẩn bị (điều 7), chính xác đến 1 mg, cho vào cốc. Dùng đĩa thủy tinh trộn đều cát. Vặn để đĩa trong cốc. Tiến hành tiếp theo 8.2.

#### 8.1.2 Các loại thức ăn chăn nuôi khác

Sấy hộp lồng (5.2) cùng với nắp trong tủ sấy (5.3) ở nhiệt độ 103°C trong 30 phút  $\pm$  1 phút. Lấy toàn bộ ra khỏi tủ sấy và để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (5.5). Cân hộp lồng có chứa cát cùng với nắp đậy chính xác đến 1 mg.

Cân khoảng 5 g mẫu thử đã chuẩn bị (điều 7), chính xác đến 1 mg, cho vào hộp và dàn đều.

### 8.2 Xác định

Đặt nắp phía dưới hoặc bên cạnh hộp, cho toàn bộ hộp lồng và nắp vào tủ sấy (5.3) ở nhiệt độ 103°C. Không nên để quá một hộp cho 1 lít thể tích tủ sấy.

Sấy mẫu ở nhiệt độ 103°C trong 4 giờ  $\pm$  0,1 giờ. Đậy ngay nắp vào hộp, lấy toàn bộ ra khỏi tủ sấy, để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (5.5) sau đó đem cân, chính xác đến 1 mg.

Những loại thức ăn chăn nuôi chứa chủ yếu là dầu hoặc chất béo thì sấy khô trong tủ sấy (5.3) ở nhiệt độ 103°C trong 30 phút  $\pm$  1 phút. Sự chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân không được vượt quá 0,1%

## TCVN 4326 : 2001

khối lượng phần mẫu thử. Nếu sự chênh lệch này lớn hơn 0,1 % khối lượng phần mẫu thử, loại bỏ quả và lặp lại quá trình trên. Nếu sự chênh lệch vẫn tiếp tục lớn hơn 0,1 % khối lượng phần mẫu thử thì thực hiện theo 8.3.

### 8.3 Kiểm tra

Để kiểm tra xem trong quá trình sấy mẫu thử có xảy ra hiện tượng thay đổi khối lượng bất thường hay không do có các phản ứng hóa học (ví dụ phản ứng Maillard), thì tiến hành các bước như sau:

Sấy khô hộp và phần mẫu thử lại một lần nữa trong tủ sấy (5.3) ở nhiệt độ 103°C trong 2 giờ  $\pm$  0,1 giờ. Để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (5.5) sau đó đem cân, chính xác đến 1 mg. Nếu sự chênh lệch khối lượng ở lần sấy thứ hai này lớn hơn 0,2 % khối lượng phần mẫu thử thì chắc chắn có phản ứng hóa học xảy ra. Trong trường hợp này loại bỏ kết quả và thực hiện theo 8.4.

Chú thích - Mức chuẩn 0,2 % khối lượng phần mẫu thử không được nhầm với giới hạn lặp lại 0,2% được đề cập ra trong 10.2. Giới hạn lặp lại chỉ ra sự chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập thu được trong điều kiện lặp lại. Mức chuẩn dựa trên sự chênh lệch giữa hai lần cân của cùng một mẫu thử trước và sau khi sấy để xác định xem khối lượng có thay đổi bất thường không.

### 8.4 Mẫu có sự thay đổi khối lượng bất thường

Lấy phần mẫu thử theo 8.1.

Đặt nắp phía dưới hoặc bên cạnh hộp, cho toàn bộ hộp lỏng vào tủ chân không (5.4) ở nhiệt độ 80°C. Giảm áp suất xuống khoảng 13 kPa và làm khô mẫu ở áp suất này, hoặc bằng luồng không khí khô hoặc bằng chất hút ẩm (xem 5.4). Nếu dùng chất hút ẩm, sau khi áp suất giảm xuống mức xác định ngắt bơm chân không và phải đảm bảo áp suất này được duy trì trong suốt quá trình sấy. Sấy mẫu ở nhiệt độ ổn định 80°C trong 4 giờ  $\pm$  0,1 giờ. Tăng dần một cách thận trọng áp suất tủ sấy bằng áp suất khí quyển. Mở tủ sấy, đặt ngay nắp vào hộp, lấy toàn bộ ra khỏi tủ sấy, để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (5.5) sau đó đem cân, chính xác đến 1 mg.

Tiếp tục sấy khô thêm 30 phút  $\pm$  1 phút trong tủ sấy chân không ở 80°C sau đó đem cân đến khi sự chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 0,2 % khối lượng phần mẫu thử.

### 8.5 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng phần mẫu thử của cùng một mẫu.

## 9 Biểu thị kết quả

### 9.1 Xác định không có ổn định mẫu sơ bộ

Độ ẩm và chất bay hơi khác của mẫu thử,  $w_1$ , (%), được tính theo công thức sau:

$$w_1 = \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times 100 \%$$

trong đó

$m_3$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

$m_4$  là khối lượng hộp lồng với nắp, cát và đũa thủy tinh, tính bằng gam;

$m_5$  là khối lượng hộp lồng với nắp, phần mẫu thử sau khi sấy, cát và đũa thủy tinh, tính bằng gam.

### 9.2 Xác định có ổn định mẫu sơ bộ

Chú thích - Đối với mẫu khó nghiền xem TCVN 6952 : 2001 (ISO 6498).

#### 9.2.1 Những mẫu có độ ẩm lớn hơn 17 % và hàm lượng chất béo thấp hơn 120 g/kg chỉ cần sấy sơ bộ trước

Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi khác của mẫu thử,  $w_2$ , (%), được tính theo công thức sau:

$$W_2 = \left[ \frac{m_0 - m_1}{m_0} + \left( \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times \frac{m_1}{m_0} \right) \right] \times 100\%$$

trong đó

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

$m_1$  là khối lượng mẫu thử sau khi chiết và/hoặc làm khô ở điều kiện trong phòng, tính bằng gam;

$m_3$  là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

$m_4$  là khối lượng hộp lồng với nắp, cát và đũa thủy tinh, tính bằng gam;

$m_5$  là khối lượng hộp lồng với nắp, phần mẫu thử sau khi sấy, cát và đũa thủy tinh, tính bằng gam.

#### 9.2.2 Những mẫu có hàm lượng chất béo cao và độ ẩm thấp, chỉ cần loại chất béo sơ bộ còn những mẫu có hàm lượng chất béo cao và độ ẩm cao thì cần sấy trước sau đó mới loại chất béo

Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi khác của mẫu thử,  $w_3$ , (%), được tính theo công thức sau:

$$W_3 = \left[ \frac{m_0 - m_1 - m_2}{m_0} + \left( \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times \frac{m_1}{m_0} \right) \right] \times 100\%$$

## TCVN 4326 : 2001

trong đó

$m_2$  là khối lượng chất béo được chiết ra từ mẫu thử, tính bằng gam, [xem TCVN 6952 : 2001 (ISO 6498)].

Giải thích các ký hiệu khác trong công thức xem 9.2.1.

### 9.3 Kết quả

Kết quả là trung bình của kết quả hai lần thử (8.5), trong đó sự chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả này không vượt quá 0,2 %. Nếu sự chênh lệch này lớn hơn 0,2 %, lặp lại quá trình phân tích.

Biểu thị kết quả chính xác đến 0,1 %.

## 10 Độ chụm

### 10.1 Thử nghiệm liên phòng thí nghiệm

Độ chụm của phương pháp giữa liên phòng thí nghiệm được tóm tắt trong phụ lục A. Những giá trị này không áp dụng với những dải nồng độ và các thành phần khác với những dải nồng độ và thành phần đã cho.

### 10.2 Độ lặp lại

Sự chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn độc lặp, do cùng một kiểm nghiệm viên thực hiện, khi áp dụng cùng một phương pháp, cùng thiết bị kiểm tra, cùng một phòng thí nghiệm ở một khoảng thời gian ngắn, không có trên 5% các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại r đã cho trong bảng 1.

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

Mẫu	Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi khác	r %	R %
Thức ăn tổng hợp	11,43	0,71	1,99
Thức ăn đậm đặc	10,20	0,55	1,57
Thức ăn từ rỉ đường	7,92	1,49	2,46
Cỏ khô	11,77	0,78	3,00
Bã củ cải	86,05	0,95	3,50
Cỏ alffalfa (lucerne)	80,30	1,27	2,91



10.3 Độ tái lập

Sự chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn trên cùng một phương pháp, đối với cùng mẫu kiểm tra nhưng do các kỹ thuật viên khác nhau tiến hành trên những thiết bị khác nhau ở các phòng thí nghiệm khác nhau sẽ không lớn hơn 5% trường hợp vượt quá giới hạn tái lập R đã cho trong bảng 1.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải thể hiện:

- tất cả những thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu;
- phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- phương pháp thử đã áp dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tự chọn cùng với các chi tiết của bất kỳ yếu tố nào có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm; hoặc hai kết quả thử nghiệm có được nếu đã kiểm tra độ lặp lại.

Độ lệch chuẩn lặp lại (%)	0,25	0,30	0,35	0,40	0,45	0,50	0,55	0,60	0,65	0,70	0,75	0,80	0,85	0,90	0,95	1,00
Hệ số biến động lặp lại (%)	0,25	0,30	0,35	0,40	0,45	0,50	0,55	0,60	0,65	0,70	0,75	0,80	0,85	0,90	0,95	1,00
Giới hạn lặp lại (R) (R = 2,8 x s)	0,71	0,84	0,97	1,10	1,23	1,36	1,49	1,62	1,75	1,88	2,01	2,14	2,27	2,40	2,53	2,66
Độ lệch chuẩn lặp lại (s)	0,25	0,30	0,35	0,40	0,45	0,50	0,55	0,60	0,65	0,70	0,75	0,80	0,85	0,90	0,95	1,00
Hệ số biến động lặp lại (%)	0,25	0,30	0,35	0,40	0,45	0,50	0,55	0,60	0,65	0,70	0,75	0,80	0,85	0,90	0,95	1,00
Giới hạn lặp lại (R) (R = 2,8 x s)	0,71	0,84	0,97	1,10	1,23	1,36	1,49	1,62	1,75	1,88	2,01	2,14	2,27	2,40	2,53	2,66

Mẫu 1: thực phẩm hỗn hợp	Mẫu 2: thực phẩm đặc	Mẫu 3: thực phẩm từ đường	Mẫu 4: cỏ khô	Mẫu 5: bã củ cải	Mẫu 6: cỏ stello (Lucerne)
--------------------------	----------------------	---------------------------	---------------	------------------	----------------------------

## Phụ lục A

(tham khảo)

### Kết quả thử nghiệm liên phòng thí nghiệm

ISO/TC 34/SC 10 đã tổ chức một cuộc thử nghiệm liên phòng thí nghiệm về Thức ăn chăn nuôi năm 1996 theo TCVN 6910-2 : 2001 (ISO 5725-2 : 1994) [8]. Có 23 phòng thí nghiệm tham gia. Mẫu thí nghiệm gồm thức ăn tổng hợp, thức ăn đặc tổng hợp, thức ăn từ rỉ đường, cỏ khô, thịt củ cải linh lăng.

**Bảng A.1 - Kết quả thống kê thử nghiệm của liên phòng thí nghiệm**

Thông số	Mẫu <sup>a</sup>					
	1	2	3	4	5	6
Số phòng thí nghiệm được chọn *)	23	23	19	23	23	23
Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi khác, %	11,43	10,20	7,92	11,77	86,05	80,30
Độ lệch chuẩn lặp lại $s_r$ , %	0,253	0,195	0,533	0,28	0,34	0,45
Hệ số biến động lặp lại, %	2,21	1,91	6,73	2,38	0,40	0,57
Giới hạn lặp lại (r) [ $r = 2,8 \times s_r$ ], %	0,71	0,55	1,49	0,78	0,95	1,27
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ ), %	0,71	0,562	0,878	1,07	1,25	1,04
Hệ số biến động tái lập, %	6,22	5,51	11,09	9,09	1,45	1,30
Giới hạn tái lập (R) [ $R = 2,8 \times s_R$ ], %	1,99	1,57	2,46	3,00	3,50	2,91

<sup>a</sup> Mẫu 1: thức ăn hỗn hợp

Mẫu 2: thức ăn đậm đặc

Mẫu 3: thức ăn từ rỉ đường

Mẫu 4: cỏ khô

Mẫu 5: bã củ cải

Mẫu 6: cỏ alfalfa (lucerne).

\*) Số phòng thí nghiệm được chọn, không tính phòng thí nghiệm đã bị loại.