

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4328-2 : 2011; TCVN 9109 : 2011; TCVN 9124 : 2011;

ISO 5983-2 : 2009

ISO 6867 : 2000

TCVN 9125 : 2011; TCVN 9126 : 2011; TCVN 9127 : 2011;

ISO 6866 : 1985

ISO 17375 : 2006

ISO 14797 : 1999

TCVN 9128 : 2011; TCVN 9129 : 2011; TCVN 9130 : 2011.

ISO 14939 : 2001

ISO 6655 : 1997

ISO 14902 : 2001

TCVN 9131 : 2011; TCVN 9132 : 2011.

ISO 6870 : 2002

ISO 7485 : 2000

Xuất bản lần 1

**TUYỂN TẬP TIÊU CHUẨN QUỐC GIA
VỀ THỨC ĂN CHĂN NUÔI – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CÁC THÀNH PHẦN HÓA HỌC**

HÀ NỘI – 2011

Mục lục

Trang

• TCVN 4328-2 : 2011 ISO 5983-2 : 2009	Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng nitơ và tính hàm lượng protcin thô – Phần 2 : Phương pháp phân hủy kín và chưng cất bằng hơi nước.	5
• TCVN 9109 : 2011	Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng ractopamine hydroclorua bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao.	25
• TCVN 9124 : 2011 ISO 6867 : 2000	Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng vitamin E – Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao.	33
• TCVN 9125 : 2011 ISO 6866 : 1985	Thức ăn chăn nuôi – Xác định gossypol tự do và tổng số.	47
• TCVN 9126 : 2011 ISO 17375 : 2006	Thức ăn chăn nuôi – Xác định aflatoxin B ₁ .	53
• TCVN 9127 : 2011 ISO 14797 : 1999	Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng furazolidon – Phương pháp sử dụng sắc ký lỏng hiệu năng cao.	67
• TCVN 9128 : 2011 ISO 14939 : 2001	Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng carbadox – Phương pháp sử dụng sắc ký lỏng hiệu năng cao.	83
• TCVN 9129 : 2011 ISO 6655 : 1997	Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng nitơ hòa tan sau khi sử lý bằng pepsin trong axit clohydric loãng.	103
• TCVN 9130 : 2011 ISO 14902 : 2001	Thức ăn chăn nuôi – Xác định hoạt độ chất ức chế trypsin trong các sản phẩm đậu tương.	117
• TCVN 9131 : 2011 ISO 6870 : 2002	Thức ăn chăn nuôi – Định tính zearalenone.	129
• TCVN 9132 : 2011 ISO 7485 : 2000	Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng kali và nar – Phương pháp đo phổ phát xạ ngọn lửa.	139

Lời nói đầu

TCVN 4328-2 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 5983-2 : 2009;

TCVN 9124 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 6867 : 2000;

TCVN 9125 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 6866 : 1985;

TCVN 9126 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 17375 : 2006;

TCVN 9127 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 14797 : 1999;

TCVN 9128 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 14939 : 2001;

TCVN 9129 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 6655 : 1997;

TCVN 9130 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 14902 : 2001;

TCVN 9131 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 6870 : 2002;

TCVN 9132 : 2011 hoàn toàn tương đương với ISO 7485 : 2000.

TCVN 4328-2 : 2011; TCVN 9109:2010; TCVN 9124 : 2011 ÷ TCVN 9132 : 2011 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 vitamin E – Phương pháp sử dụng sắc ký lỏng hiệu năng cao

*Animal feeding stuffs – Determination of vitamin E content –
Method using high-performance liquid chromatography*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng vitamin E (DL- α -tocopherol) trong thức ăn chăn nuôi và thức ăn cho thú cảnh bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao.

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

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

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được xà phòng hóa bằng dung dịch kali hydroxit trong etanol và vitamin E được chiết bằng dầu nhẹ. Dầu nhẹ được loại bỏ bằng cách làm bay hơi và cặn được hòa tan trong hexan. Hàm lượng vitamin E trong dịch chiết hexan được xác định bằng sắc ký lỏng pha chuẩn, dùng các điều kiện thích hợp để tách DL- α -tocopherol ra khỏi các tocopherol khác.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, trừ khi có các quy định khác.

4.1 Nước, ít nhất phù hợp với loại 3 của TCVN 4851 (ISO 3696).

4.2 Dung dịch kali hydroxit.

Hòa tan 500 g kali hydroxit trong nước (4.1) và pha loãng đến 1 lít.

4.3 Etanol, $w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 95\%$ (thể tích), hoặc rượu metyl hóa công nghiệp tương đương.

4.4 Hexan, dùng cho HPLC

4.5 Dầu nhẹ, dải sôi từ 40 °C đến 60 °C; cặn trong quá trình bay hơi phải nhỏ hơn 20 mg/l.

4.6 Chất chuẩn vitamin E: DL- α -tocopherol, độ tinh khiết tối thiểu không nhỏ hơn 96,0 %.

Độ tinh khiết của chất chuẩn nên được kiểm tra bằng đo quang phổ (xem 8.5.2).

4.7 1,4-Dioxan, dùng cho HPLC.

4.8 Natri sulfat (Na_2SO_4), khan.

4.9 Dung dịch natri ascobat, $p = 100$ g/l.

4.10 Khí trơ, ví dụ khí nitơ.

4.11 Pha động dùng cho sắc ký lỏng

Trộn 30 ml 1,4-dioxan (4.7) với 970 ml hexan (4.4).

Lọc qua bộ lọc màng (5.5) trước khi sử dụng.

4.12 Etanol, $w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\%$ (thể tích).

4.13 Metanol (CH_3OH), dùng cho HPLC.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Sắc ký lỏng hiệu năng cao, gồm các bộ phận sau:

5.1.1 Bơm, cài đặt để phân phối tốc độ dòng thể tích rửa giải không đổi 1,5 ml/min.

5.1.2 Dụng cụ bơm dùng cho HPLC

5.1.3 Cột, dài 250 mm, đường kính trong 4,6 mm, có pha tĩnh được nhồi silica.

Cột có ít nhất 5 000 đĩa lý thuyết và giá trị k bằng 0,8 m, đáp ứng đối với DL- α -tocopherol. Cỡ hạt không được nhỏ hơn 5 μm và không được lớn hơn 10 μm . Có thể sử dụng hệ thống khác nếu tách được vitamin E ra khỏi các chất bị chiết cùng.

5.1.4 Detector, cho phép đo huỳnh quang phát xạ ở bước sóng 326 nm khi dịch rửa giải cột được chiếu xạ bằng ánh sáng cực tím ở bước sóng 293 nm, có bộ tích phân/bộ ghi.

5.2 Nồi cách thủy đun sôi.

5.3 Bộ cô quay chân không, có nồi cách thủy ở 40 °C.

5.4 Thiết bị chiết (xem Hình 1) gồm các bộ phận sau:

- ống hình trụ dung tích 1 lít có cổ thủy tinh mài và nắp đậy;
- khớp nối thủy tinh mài, khớp với ống hình trụ và được trang bị ống có thể chỉnh được đi qua tâm; và
- có tay cầm bên cạnh.

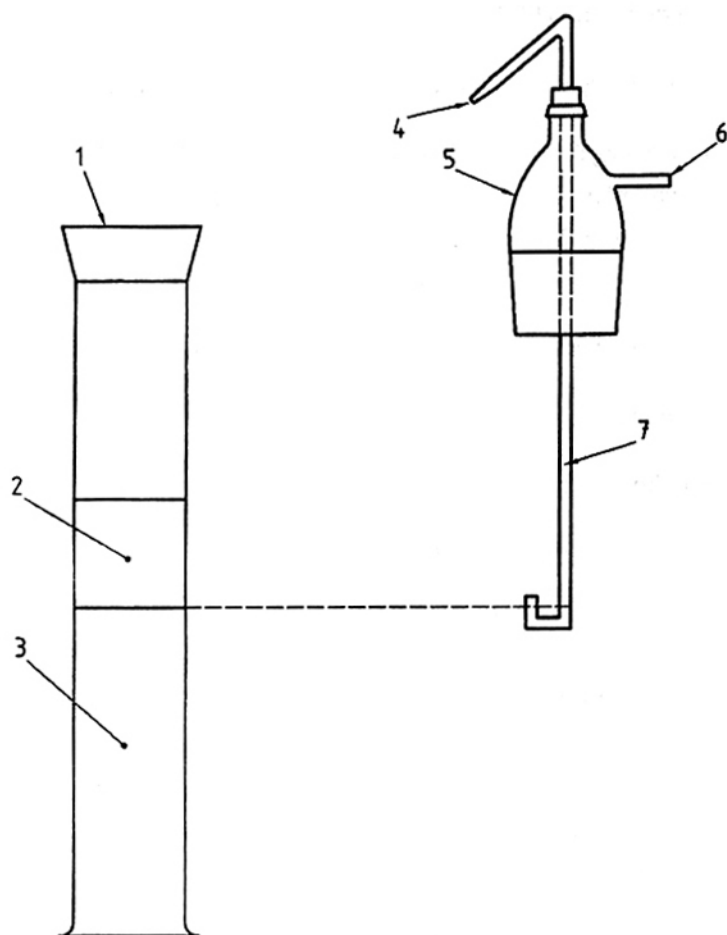
Ống điều chỉnh có phần phía dưới hình chữ U và vòi ở phía trên sao cho lớp dịch lỏng phía trên trong ống hình trụ có thể chuyển sang được phễu chiết dung tích 1 lít.

Có thể sử dụng thiết bị chiết khác như bình nón và phễu chiết thay cho thiết bị nêu trong Hình 1, với điều kiện thu hồi được vitamin E.

5.5 Bộ lọc màng, cỡ lỗ 0,45 μm , dùng để lọc pha động (4.11) và các dung dịch mẫu thử.

5.6 Thiết bị nghiền, có khả năng nghiền mẫu để lọt qua sàng cỡ lỗ 1 mm.

5.7 Máy đo phổ UV (hoặc UV/nhìn thấy), có khả năng đo được độ hấp thụ ở bước sóng xác định nêu trong 8.5.2, được trang bị cuvet thạch anh có chiều dài đường quang 10 mm.



CHÚ DẪN

- | | |
|--|--|
| 1 Ống hình trụ, dung tích 1 lít, có cổ thủy tinh mài | 5 Bình, dung tích 1 lít, có khớp nối thủy tinh mài |
| 2 Lớp dầu nhẹ | 6 Tay cầm bên cạnh |
| 3 Lớp pha nước + mẫu đã xà phòng hóa | 7 Ống chính được |
| 4 Vòi | |

Hình 1 – Ví dụ về thiết bị chiết

6 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo phương pháp trong TCVN 4325 (ISO 6497) [1].

Bảo quản mẫu sao cho không bị giảm chất lượng và thay đổi thành phần.

7 Chuẩn bị mẫu thử

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

Ngay trước khi bắt đầu phân tích, nghiền phần mẫu phòng thử nghiệm đã được trộn kỹ để lọt qua sàng cỡ lỗ 1 mm. Trộn kỹ.

Đồng hóa các thức ăn đóng hộp cho thú cảnh. Nghiền thức ăn cho thú cảnh ở dạng bán ẩm cho lọt qua máy nghiền cỡ lỗ 4 mm.

8 Cách tiến hành

8.1 Yêu cầu chung

Do vitamin E nhạy với bức xạ UV và không khí, nên cần thực tránh ánh sáng tự nhiên, ánh sáng huỳnh quang mạnh và thực hiện nhanh, nhất quán với các thao tác chính xác. Dùng dụng cụ thủy tinh tối màu ở nơi có thể. Hoàn thành phép phân tích trong ngày làm việc.

8.2 Xà phòng hóa

Cân khoảng 50 g mẫu đã được chuẩn bị (xem Điều 7) chính xác đến 0,1 g vào bình nón 1 lít.

Thêm vào phần mẫu thử 200 ml etanol (4.3) trong khi vẫn khuấy bình để phân tán mẫu. Thêm 2 ml dung dịch natri ascorbat (4.9), trộn đều bằng cách khuấy rồi thêm 50 ml dung dịch kali hydroxit (4.2) và khuấy lại.

Gắn bộ ngưng hồi lưu vào bình nón và ngâm bình trong nồi cách thủy đun sôi (5.2).

Để cho lượng chứa trong bình đối lưu trong 30 min, thỉnh thoảng khuấy.

CHÚ THÍCH Trường hợp ngoại lệ, một số sản phẩm cần thời gian xà phòng hóa dài hơn.

Làm nguội bình nón đến nhiệt độ phòng dưới dòng nước lạnh.

Chuyển lượng chứa trong bình vào thiết bị chiết (xem 5.4).

8.3 Chiết vitamin E

Tráng rửa bình xà phòng hóa hai lần bằng etanol (4.3), mỗi lần dùng 25 ml và chuyển dịch tráng rửa vào ống hình trụ.

Lặp lại việc tráng rửa bình hai lần bằng dầu nhẹ (4.5), lần thứ nhất dùng 125 ml và lần hai dùng 250 ml nước (4.1), mỗi lần chuyển dịch tráng rửa vào ống hình trụ.

Đậy nắp ống hình trụ và lắc kỹ trong 1 min, thỉnh thoảng giải phóng áp suất.

TCVN 9124:2011

Trước khi mở nắp, làm nguội ống hình trụ dưới dòng nước nguội trong khi chờ tách hai pha lỏng.

Khi đã tách lớp, mở nắp, rửa thành nắp bằng vài giọt dầu nhẹ (4.5) và chèn ống (xem 5.4), đặt vị trí của đầu ra phía dưới sao cho vừa trên mức vạch phân cách.

Chuyển lớp dầu nhẹ phía trên vào phễu chiết 1 lít (xem 5.4) bằng cách nạp khí trơ với áp suất giảm.

Thêm 125 ml dầu nhẹ (4.5) vào ống hình trụ, đậy nắp và lắc kỹ trong 1 min.

Để cho tách lớp sau đó chuyển lớp phía trên vào phễu chiết, dùng ống có thể điều chỉnh được (xem 5.4) như trên.

Thêm tiếp 125 ml dầu nhẹ (4.5) vào ống hình trụ, đậy nắp và lắc kỹ trong 1 min.

Để cho tách lớp tiếp sau đó chuyển lớp phía trên vào phễu chiết, dùng ống có thể điều chỉnh được (xem 5.4) như trên.

Rửa hỗn hợp dịch chiết bằng dầu nhẹ bốn lần với nước, mỗi lần dùng 100 ml, trước tiên chỉ đảo chiều nhẹ rồi lắc nhẹ để giữ cho việc hình thành nhũ là tối thiểu.

Chuyển dịch chiết đã rửa qua giấy lọc trung bình/nhanh chứa 30 g natri sulfat khan (4.8) vào bình 1 lít thích hợp để làm bay hơi dưới chân không (5.3).

Tráng rửa phễu chiết hai lần bằng dầu nhẹ (4.5), mỗi lần dùng 20 ml và cho dịch tráng rửa qua bộ lọc vào bình làm bay hơi.

Rửa tiếp bộ lọc hai lần bằng dầu nhẹ (4.5), mỗi lần dùng 25 ml và thu lấy dịch rửa giải vào bình làm bay hơi.

Làm bay hơi dịch chiết bằng dầu nhẹ đến khô dưới chân không, ở nhiệt độ không quá 40 °C.

Cẩn thận lấy bình ra khỏi bộ cô quay ngay sau khi đạt đến điểm khô; việc kéo dài thời gian làm khô có thể dẫn đến hao hụt vitamin E từ cặn chiết.

Nếu nồng độ vitamin E của dịch chiết dầu nhẹ đủ cao, thì có thể thêm dầu nhẹ vào dịch chiết đến thể tích cố định và lấy phần dịch lỏng để dùng cho giai đoạn cô quay.

Phục hồi áp suất không khí bằng cách bổ sung khí trơ (4.10).

8.4 Xác định

8.4.1 Hòa tan cặn từ 8.3 trong một lượng tối thiểu hexan (4.4) và chuyển lượng này vào bình định mức 25 ml.

Tráng rửa bình làm bay hơi ba lần, mỗi lần dùng một lượng nhỏ hexan (4.4), chuyển dịch tráng rửa vào

bình định mức. Pha loãng đến vạch bằng hexan và trộn.

Lọc dịch chiết mẫu qua bộ lọc màng (5.5) hoặc ly tâm, nếu cần.

8.4.2 Bơm 20 µl dịch chiết mẫu lên cột sắc ký lỏng (5.1) và đo diện tích pic DL- α -tocopherol. Các điều kiện đối với HPLC đưa ra dưới đây là để hướng dẫn; có thể được sử dụng các điều kiện khác miễn là chúng cho các kết quả tương đương:

- cột sắc ký lỏng (5.1.3): 250 mm x 4,6 mm, nhồi silica 5 µm hoặc 10 µm, hoặc loại tương đương;
- pha động (4.11): hỗn hợp hexan (4.4) và 1,4-dioxan (4.7), 970:30 (theo thể tích);
- tốc độ dòng: 1,5 ml/min;
- detector (5.1.4): detector huỳnh quang (bước sóng kích thích 295 nm, bước sóng phát xạ 330 nm).

Sắc ký pha đảo cũng có thể được sử dụng với điều kiện là đủ khả năng của cột cho phép tách DL- α -tocopherol ra khỏi các tocopherol khác và cùng dịch chiết mẫu. Nếu sử dụng sắc ký pha đảo, thì dung dịch mẫu và dung dịch chuẩn nên được pha thêm trong dung môi thích hợp, ví dụ metanol (4.13).

8.4.3 Tính diện tích pic trung bình từ các lần bơm lặp lại của dịch chiết mẫu và xác định nồng độ DL- α -tocopherol, bằng microgam trên mililit dịch chiết, như sau:

- a) đối chiếu với diện tích pic trung bình thu được từ các lần bơm lặp lại của dung dịch chuẩn DL- α -tocopherol nồng độ nằm trong vòng 5 % nồng độ trong dịch chiết mẫu, hoặc
- b) đối chiếu với đường chuẩn được xác định trong 8.5.

8.5 Hiệu chuẩn

8.5.1 Chuẩn bị dung dịch chuẩn DL- α -tocopherol

8.5.1.1 Dung dịch chuẩn gốc DL- α -tocopherol

Hòa tan khoảng 100 mg DL- α -tocopherol (4.6), đã được cân chính xác đến 0,1 mg, vào 100 ml hexan (4.4). Dung dịch chuẩn gốc này bền trong 1 tuần khi được bảo quản ở nhiệt độ ≤ 4 °C trong bình thủy tinh tối màu và kín khí.

8.5.1.2 Dung dịch chuẩn làm việc DL- α -tocopherol: hiệu chuẩn đơn điểm

Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc bằng cách pha loãng dung dịch chuẩn gốc (8.5.1.1) bằng hexan (4.4) để có nồng độ xấp xỉ nồng độ dự kiến của dịch chiết mẫu. Cách khác, tiến hành theo 8.5.1.3.

8.5.1.3 Dung dịch chuẩn làm việc DL- α -tocopherol: hiệu chuẩn nhiều điểm

Chuẩn bị dải các dung dịch chuẩn hiệu chuẩn làm việc có chứa 2 $\mu\text{g/ml}$, 4 $\mu\text{g/ml}$, 6 $\mu\text{g/ml}$, 8 $\mu\text{g/ml}$ và 10 $\mu\text{g/ml}$ DL- α -tocopherol bằng cách pha loãng dung dịch chuẩn gốc (8.5.1.1) bằng hexan (4.4).

Chuẩn bị các dung dịch chuẩn làm việc hàng ngày.

8.5.2 Kiểm tra UV của chất chuẩn DL- α -tocopherol

Cân 100 mg DL- α -tocopherol (4.6), chính xác đến 0,1 mg, vào bình định mức 100 ml. Hòa tan trong etanol (4.12). Pha loãng đến vạch bằng cùng một loại dung môi và trộn đều.

Pha loãng 2,0 ml dung dịch này thành 25,0 ml bằng etanol (4.12) và đo phổ UV của dung dịch có được dựa theo etanol (4.12) trong máy đo phổ (5.7) ở bước sóng từ 250 nm đến 320 nm. Độ hấp thụ cực đại phải đạt được ở 292 nm:

$E_{1\text{cm}}^{1\%} = 75,8$ ở bước sóng 292 nm trong etanol.

Ở độ pha loãng này sẽ thu được trị số tắt là 0,6.

9 Tính kết quả

Tính hàm lượng vitamin E của mẫu thử bằng công thức:

$$w_E = \frac{25 \times c \times 1,1}{m}$$

Trong đó

w_E là hàm lượng vitamin E trong mẫu thử, tính bằng đơn vị quốc tế trên kilogam (IU/kg);

c là nồng độ DL- α -tocopherol trong dịch chiết, tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);

m là khối lượng mẫu thử tính bằng gam (g);

1,1 là hệ số hiệu chỉnh dùng cho DL- α -tocopherol axetat.

10 Độ chụm

10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

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

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ thu được, 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 được quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại (r), được nêu trong Bảng 1.

10.3 Độ tái lập

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

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

Mẫu	Hàm lượng vitamin E IU/kg	r IU/kg	R IU/kg
Khẩu phần cho trâu bò	23,1	1,36	3,51
Khẩu phần cho gia cầm	29,7	2,07	10,02
Khẩu phần cho lợn	64,9	4,06	17,44
Thức ăn chăn nuôi A ^a (khẩu phần 722)	78,0	4,94	18,31
Thức ăn chăn nuôi B ^a (khẩu phần 748)	140,6	15,73	43,91
Thức ăn cho thú cảnh dạng bán ẩm	20,6	0,98	7,46
Thức ăn đóng hộp cho thú cảnh	180,4	15,23	29,70
Thức ăn cho thú cảnh dạng khô	78,7	4,22	16,97
^a Được tính dựa theo chất khô.			

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ ra được:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy chọn cùng với các chi tiết bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được, nếu độ lặp lại được kiểm tra thì nêu hai kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Độ chụm của phương pháp được thiết lập bởi phép thử liên phòng thử nghiệm được tiến hành theo ISO 5725 [2]¹⁾. Các kết quả của các phép thử này đã được xuất bản (xem tài liệu tham khảo [5]). Trong các phép thử này có từ 10 đến 12 phòng thử nghiệm tham gia và kiểm tra trên các mẫu thức ăn cho thú cảnh, thức ăn cho trâu bò, thức ăn cho lợn.

Bảng A.1 – Các kết quả thống kê của phép thử liên phòng thử nghiệm đối với phép xác định vitamin E trong thức ăn chăn nuôi

Thông số	Mẫu ^a				
	1	2	3	4 ^b	5 ^b
Số lượng các phòng thử nghiệm	10	10	10	12	12
Số lượng các kết quả đơn lẻ	20	20	20	24	24
Số lượng các kết quả được chấp nhận	14	16	16	18	18
Hàm lượng vitamin E trung bình, IU/kg	23,11	29,66	64,94	78,03	140,63
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r), IU/kg	0,44	0,69	1,35	1,66	5,27
Hệ số biến thiên lặp lại, %	1,92	2,32	2,07	2,12	3,75
Giới hạn lặp lại (r) [$r = 2,8 \times s_r$], IU/kg	1,36	2,07	4,06	4,94	15,73
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R), IU/kg	1,15	3,33	5,79	6,13	14,72
Hệ số biến thiên tái lập, %	4,97	11,21	8,91	7,86	10,46
Giới hạn tái lập (R) [$R = 2,8 \times s_R$], IU/kg	3,51	10,02	17,44	18,31	43,91
^a 1: khẩu phần cho trâu bò 2: khẩu phần cho gia cầm 3: khẩu phần cho lợn 4: thức ăn chăn nuôi A (khẩu phần 722) 5: thức ăn chăn nuôi B (khẩu phần 748) ^b Được tính theo hàm lượng chất khô					

¹⁾ ISO 5725:1986 (hiện nay đã hủy) được dùng để thu dữ liệu về độ chụm.

Bảng A.2 – Các kết quả thống kê của phép thử liên phòng thử nghiệm đối với phép xác định vitamin E trong thức ăn cho thú nuôi

Thông số	Mẫu ^a		
	6	7	8
Số lượng các phòng thử nghiệm	11	11	11
Số lượng các kết quả đơn lẻ	22	22	22
Số lượng các kết quả được chấp nhận	14	14	14
Hàm lượng vitamin E trung bình, IU/kg	20,55	180,39	78,66
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r), IU/kg	0,32	4,98	1,38
Hệ số biến thiên lặp lại, %	1,56	2,76	1,76
Giới hạn lặp lại (r) [$r = 2,8 \times s_R$], IU/kg	0,98	15,23	4,22
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R), IU/kg	2,44	9,72	5,55
Hệ số biến thiên tái lập, %	11,89	5,39	7,06
Giới hạn tái lập (R) [$R = 2,8 \times s_R$], IU/kg	7,46	29,70	16,97
^a 6: thức ăn đóng hộp cho mèo 7: thức ăn cho chó dạng bán ẩm 8: thức ăn cho chó dạng khô			

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 4325:2007 (ISO 6497:2002), *Thức ăn chăn nuôi – Lấy mẫu*
 - [2] ISO 5725:1986, *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.*
 - [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: Nguyên tắc và định nghĩa 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 xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
 - [5] Analytical methods committee, *Analyst*, 116, 1991, pp 421-430.
-