

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8100 : 2009

ISO 14891 : 2002

Xuất bản lần 1

**SỮA VÀ SẢN PHẨM SỮA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ –
PHƯƠNG PHÁP THÔNG DỤNG THEO NGUYÊN
TẮC ĐỐT CHÁY DUMAS**

*Milk and milk products – Determination of nitrogen content –
Routine method using combustion according to the Dumas principle*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8100 : 2009 hoàn toàn tương đương ISO 14891 : 2002;

TCVN 8100 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia
TCVN/TC/F12 *Sữa và sản phẩm sữa* biên soạn, Tổng cục
Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và
Công nghệ công bố.

Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng nitơ –

Phương pháp thông dụng theo nguyên tắc đốt cháy Dumas

Milk and milk products – Determination of nitrogen content –

Routine method using combustion according to the Dumas principle

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp thường xuyên để xác định hàm lượng nitơ tổng số trong sữa và sản phẩm sữa.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. 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 8099-1 : 2009 (ISO 8968-1 : 2001), *Sữa – Xác định hàm lượng nitơ – Phần 1: Phương pháp Kjeldahl.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

3.1

Hàm lượng nitơ (nitrogen content)

Phần khối lượng của nitơ xác định được bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng nitơ được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Phân mẫu thử được đốt để phân huỷ trong ống đốt ở nhiệt độ cao (900 °C đến 1200 °C) trong môi trường khí oxi theo nguyên tắc Dumas. Tất cả các thành phần gây nhiễu được loại bỏ ra khỏi hỗn hợp khí tạo thành. Các hợp chất nitơ có trong phân mẫu thử được chuyển về nitơ phân tử và được định lượng bằng detector dẫn nhiệt. Hàm lượng nitơ được tính toán bằng bộ vi xử lý.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích hoặc thuốc thử có độ tinh khiết tương đương như qui định của nhà sản xuất thiết bị.

5.1 Khí mang, sử dụng một trong các loại dưới đây:

5.1.1 Cacbon dioxit (CO₂), độ tinh khiết 99,9 % (thể tích) đối với các mẫu có hàm lượng nitơ vừa phải; 99,995 % đối với các mẫu có hàm lượng nitơ thấp.

5.1.2 Heli (He), độ tinh khiết 99,996 % (thể tích).

5.2 Oxy (O₂), độ tinh khiết 99,995 % (thể tích).

5.3 Chất hấp thụ SO₂, ví dụ, chì cromat để loại các hợp chất sulfua ra khỏi mẫu.

5.4 Chất xúc tác platin đồng oxit (làm vật liệu nhồi cho ống sau đốt).

Chất xúc tác platin (5 % Pt theo Al₂O₃) được pha trộn với CuO với tỷ lệ 1:7, 1:8 hoặc 1:9.

Để tránh bị phân tách do tỷ trọng khác nhau của hai vật liệu này, không nên chuẩn bị sẵn hỗn hợp trước khi nhồi ống. Nên đổ chất xúc tác platin và đồng oxit đồng thời vào ống sau đốt, sử dụng phễu thích hợp.

5.5 Bông bạc

Cần được tách rời trước khi nạp vào ống sau đốt hoặc ống khử.

5.6 Bông thạch anh hoặc bông thủy tinh.

5.7 Đồng hoặc vonfram (dây, các đoạn cắt, vụn hoặc bột), thích hợp để nhồi đầy ống khử.

Khuyến cáo sử dụng dây đồng hoặc vonfram để tăng độ chụm của các kết quả phân tích đối với các mẫu chứa hàm lượng nitơ thấp.

5.8 Phospho pentoxit (P_2O_5) hoặc magiê peclorat dạng hạt [$Mg(ClO_4)_2$] hoặc chất mang khác thích hợp để nhồi đầy các ống sấy.

5.9 Các hạt hình cầu corundum rỗng hoặc các viên nhôm oxit, thích hợp để nhồi ống đốt.

5.10 Đồng oxit (CuO), thích hợp để làm vật liệu nhồi ống đốt.

5.11 Natri hydroxit ($NaOH$), trên chất mang.

5.12 Hợp chất nitơ chuẩn, ví dụ: axit aspartic ($C_4H_7NO_4$), axit etylen diamin tetraaxetic ($C_{10}H_{16}N_2O_8$) (xem Phụ lục C) hoặc các mẫu chuẩn thích hợp khác đã biết trước hàm lượng nitơ không đổi (ví dụ: ure, tyrosin, phenylalanin), tối thiểu 99 %.

Đối với các mục đích hiệu chuẩn (xem 9.4), dùng hợp chất nitơ chuẩn để chuẩn bị các dây chuẩn có hàm lượng nitơ từ 4 mg đến 100 mg, với các nồng độ cách đều 5 mg. Chuẩn bị dây chuẩn thứ hai có hàm lượng nitơ từ 10 mg đến 200 mg, với các nồng độ cách đều 10 mg.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,0001 g.

6.2 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C.

6.3 Chén nung, ví dụ: bằng thép không gỉ hoặc gốm, hoặc ống thiếc, thích hợp để sử dụng cho thiết bị Dumas.

CHÚ THÍCH 1 Một vài loại thiết bị bán sẵn có kèm theo dụng cụ lấy mẫu tự động.

CHÚ THÍCH 2 Một số mẫu dạng rắn (ví dụ như bột) có thể nén thành dạng viên.

6.4 Thiết bị Dumas, có detector dẫn nhiệt và có thiết bị thích hợp để tích phân tín hiệu.

Có thể sử dụng các loại thiết bị Dumas có bán sẵn trên thị trường vận hành theo biểu đồ trong Hình A.1, cho dù có các cách bố trí khác nhau về thành phần và chức năng.

Các sơ đồ của hai loại thiết bị có sẵn được lấy làm ví dụ trong Phụ lục B (Xem Hình B.1, B.2).

CHÚ THÍCH Các thiết bị của hãng Elementar Analysensysteme GmbH và LECO¹⁾ được coi là thích hợp.

¹⁾ Thông tin này đưa ra tạo điều kiện thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và ISO không ấn định phải sử dụng chúng.

Để tránh rò rỉ, vòng chữ O được sử dụng để làm kín phải được bôi trơn bằng dầu chân không cao trước khi lắp đặt.

Kinh nghiệm cho thấy rằng điều quan trọng là phải làm sạch tất cả các dụng cụ thạch anh và dụng cụ thủy tinh thật cẩn thận và xóa hết các dấu vân tay trên các ống bằng dung môi thích hợp (ví dụ như axeton) trước khi đưa các ống vào lò nung.

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Yêu cầu chung

Mẫu thử phải được chuẩn bị theo cách sao cho thu được mẫu thử đồng nhất, đại diện cho sản phẩm.

Chuẩn bị mẫu thử có thể thực hiện theo 8.1 của TCVN 6270 : 1997 (ISO 6732 : 1985).

CHÚ THÍCH Trong tương lai, việc chuẩn bị mẫu thử có thể thực hiện tự động.

8.2 Mẫu thử dạng lỏng

Đối với các mẫu dạng lỏng, như sữa và whey, khuyến cáo sử dụng qui trình sấy sơ bộ sau đây khi thiết bị sử dụng các đĩa kim loại hoặc chén nung bằng kim loại.

Cân 0,5 g đến 3,5 g mẫu thử đã chuẩn bị (tùy thuộc vào hàm lượng nitơ và kiểu loại thiết bị), chính xác đến 0,0001 g cho vào đĩa hoặc chén nung và sấy khô 1 h trong tủ sấy (6.2) để ở 105 °C đến 110 °C. Nếu giá đỡ chứa đến 50 mẫu được đặt vào tủ sấy (6.2) thì có thể kéo dài thời gian sấy lâu hơn. Kiểm tra lượng chứa trong đĩa hoặc chén nung phải đảm bảo khô trước khi lấy ra khỏi tủ sấy.

9 Cách tiến hành

9.1 Yêu cầu chung

Vì có sẵn nhiều loại thiết bị Dumas khác nhau về thiết kế và cách vận hành, nên người thực hiện phải tuân thủ nghiêm ngặt các chỉ dẫn của nhà sản xuất về cài đặt, các điều kiện tối ưu, hiệu chuẩn và vận hành thiết bị. Bật thiết bị và cho vận hành để ổn định trong khoảng 1 h.

Để đảm bảo rằng thu được các kết quả tương đương, thì định kỳ sử dụng các mẫu chuẩn để kiểm tra phương pháp và hiệu năng thiết bị, theo các vật liệu sẵn có. Hệ số hiệu chỉnh cụ thể của thiết bị/chất nền thu được từ các phép đo này có thể được sử dụng, nếu cần.

Nếu không có sẵn mẫu chuẩn, nên định kì sử dụng phương pháp Kjeldahl được mô tả trong TCVN 8099-1 (ISO 8968-1) để so sánh.

9.2 Phân mẫu thử

Cân ít nhất 0,2 g mẫu thử (8.1 hoặc 8.2), chính xác đến 0,0001 g, cho vào chén nung hoặc ống thiếc (6.3). Đối với các mẫu chứa hàm lượng protein thấp hơn 1 % (khối lượng) thì có thể cân tăng lượng mẫu lên 3,5 g, tùy thuộc vào kiểu loại thiết bị Dumas sử dụng và bản chất của phần mẫu thử.

9.3 Kiểm soát nhu cầu oxy

Một vài loại thiết bị Dumas đòi hỏi phải ước tính nhu cầu oxy của phần mẫu thử. Nhu cầu oxy tính được của một số hợp chất được dùng để hiệu chuẩn được nêu trong Bảng C.1 của Phụ lục C. Đối với một số thiết bị có bộ kiểm soát tự động điều chỉnh lưu lượng oxy, thì đòi hỏi hàm lượng oxy còn lại trong khoảng từ 2 % đến 8 %.

9.4 Hiệu chuẩn

Sử dụng các hợp chất nitơ chuẩn tinh khiết (5.12), có hàm lượng nitơ không đổi đã biết được sử dụng để hiệu chuẩn thiết bị lâu dài. Để dựng đường chuẩn, cần chọn hợp chất và lượng sử dụng để đảm bảo rằng có thể phát hiện được chính xác lượng nitơ từ 4 mg đến 100 mg. Để hiệu chuẩn, sử dụng 10 đến 20 (hoặc nhiều hơn) các mẫu chuẩn bao trùm dải hàm lượng nitơ. Áp dụng tương tự cho dải hàm lượng nitơ từ 10 mg đến 200 mg. Với hàm lượng nitơ lớn hơn 200 mg thì đường chuẩn dự đoán sẽ không tuyến tính. Trong phần không tuyến tính này, một vài đoạn ngắn có thể được sử dụng để hiệu chuẩn. Để đảm bảo chất lượng của việc hiệu chuẩn trong vùng này, thì các mẫu chuẩn phải được tăng hàm lượng nitơ theo các bước từ 1 mg đến 5 mg.

Có thể sử dụng các dung dịch hợp chất nitơ chuẩn cho việc hiệu chuẩn.

Trước khi bắt đầu một dãy xác định, kiểm tra độ nhạy của thiết bị bằng cách cho chạy ít nhất ba mẫu chuẩn có hàm lượng nitơ đã biết. Khi độ nhạy ổn định và các giá trị thu được tương ứng với hiệu chuẩn dài hạn như đã thiết lập ở trên thì tiến hành xác định hệ số hiệu chuẩn hàng ngày bằng cách phân tích ít nhất bốn mẫu chuẩn có hàm lượng nitơ lớn hơn các mẫu cần phân tích.

Sử dụng hệ số này để hiệu chuẩn các dãy đo.

Cần hiệu chuẩn lại toàn bộ dải đo, nếu hệ số hiệu chuẩn hàng ngày lệch trên 10 % so với giá trị dự đoán, hoặc nếu các phần cơ bản của thiết bị đo có ảnh hưởng trực tiếp đến việc hiệu chuẩn (ví dụ: detector dẫn nhiệt) đã bị thay thế.

9.5 Phương pháp xác định

Vận hành thiết bị và đưa phần mẫu vào theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Trong suốt quá trình phân tích, các quá trình sau đây diễn ra trong thiết bị (xem Hình B.1, B.2).

Phần mẫu thử được đốt cháy hết trong các điều kiện đã chuẩn hóa. Các sản phẩm phân hủy bay hơi (chủ yếu là N_2 , NO_x , CO_2 , H_2O) được chuyển bằng khí mang qua cột balat, nếu có sẵn trên thiết bị hoặc được chuyển trực tiếp. Các nitơ oxit được khử về nitơ phân tử và lượng oxy thừa được giữ lại trong cột khử.

Nước được loại bỏ bằng bộ làm lạnh thích hợp bằng magiê perchlorat hoặc chất làm khô khác. Khi không dùng cacbon dioxit làm khí mang, thì loại cacbon dioxit bằng cách cho đi qua chất hấp thụ thích hợp, ví dụ như natri hydroxit trên chất phụ trợ.

Các hợp chất gây nhiễu (ví dụ như các hợp chất halogen bay hơi và hợp chất lưu huỳnh) được loại bỏ bằng các chất hấp thụ hoặc các chất tiếp xúc [ví dụ: bông bạc (5.5) hoặc natri hydroxit trên chất phụ trợ thích hợp hoặc bằng vật liệu thích hợp khác do nhà sản xuất cung cấp].

Nitơ trong hỗn hợp khí dư gồm nitơ và khí mang được đi qua detector dẫn nhiệt.

9.6 Phát hiện và tích phân

Để định lượng nitơ, sử dụng tế bào dẫn nhiệt nhạy, có thể có điều chỉnh điểm zero tự động giữa các lần đo các phần mẫu thử riêng lẻ và đã được tối ưu hóa về khí mang sử dụng. Sau khi khuếch đại và chuyển đổi tín hiệu detector thì các dữ liệu này được xử lý bằng bộ vi xử lý ngoại biên và chuyển về máy tính cá nhân.

10 Tính và biểu thị kết quả

10.1 Tính toán

10.1.1 Hàm lượng nitơ

Các kết quả về hàm lượng nitơ tổng số, w_N , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng và thông thường có sẵn từ dữ liệu hoặc in ra từ thiết bị.

10.1.2 Hàm lượng protein thô

Hàm lượng protein thô, w_p , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$w_p = w_N \times R_f$$

trong đó

w_p là hàm lượng protein thô, tính bằng phần trăm khối lượng (%);

w_N là hàm lượng nitơ, tính bằng phần trăm khối lượng (10.1.1) (%);

R_f là hệ số chuyển đổi giữa hàm lượng nitơ và hàm lượng protein ($R_f = 6,38$).

10.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị các kết quả đến ba chữ số thập phân.

11 Độ chụm

11.1 Các phép thử liên phòng thử nghiệm

Các chi tiết về phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp đã được công bố [7], [8].

Các giá trị giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập thu được từ kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm phù hợp với TCVN 6910-1 (ISO 5725-1). Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các giá trị đã nêu.

CHÚ THÍCH 1 IDF 135 đưa ra hướng dẫn cụ thể về các phép thử liên phòng thử nghiệm của phương pháp phân tích và các sản phẩm sữa. Hướng dẫn này dựa trên TCVN 6910 (ISO 5725).

CHÚ THÍCH 2 Các kết quả của nghiên cứu thử nhất (Nghiên cứu A) đã được thể hiện [7]. Các kết quả của nghiên cứu thử hai (Nghiên cứu B) đã được công bố [8].

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị thực hiện trong cùng một phòng thử nghiệm, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp vượt quá các giá trị dưới đây tính theo khối lượng:

a) Nghiên cứu A

- đối với sữa UHT (3,5 % chất béo) có hàm lượng nitơ 0,565 %: 0,015 %
- đối với sữa bột gầy có hàm lượng nitơ 5,767 % : 0,050 %

b) Nghiên cứu B

- đối với sữa dạng lỏng (2 % chất béo) có hàm lượng nitơ 0,489 %: 0,080 %

TCVN 8100 : 2009

- đối với nước whey có hàm lượng nitơ 0,127 % :	0,035 %
- đối với yogurt có hàm lượng nitơ 0,730 % :	0,080 %
- đối với sữa cô đặc có hàm lượng nitơ 1,005 % :	0,022 %
- đối với sữa đặc có đường có hàm lượng nitơ 1,113 % :	0,053 %
- đối với phomat cream có hàm lượng nitơ 1,100 % :	0,133 %
- đối với phomat Cheddar có hàm lượng nitơ 3,700 % :	0,093 %
- đối với phomat Thụy Sĩ có hàm lượng nitơ 4,478 % :	0,182 %
- đối với phomat Parmesan có hàm lượng nitơ 6,395 % :	0,208 %
- đối với sữa bột không béo có hàm lượng nitơ 5,500 % :	0,053 %
- đối với whey protein đậm đặc có hàm lượng nitơ 5,614 % :	0,078 %
- đối với natri caseinat có hàm lượng nitơ 13,864 % :	0,031 %

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do những người phân tích khác nhau thực hiện trong các phòng thử nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp vượt quá các giá trị dưới đây tính theo khối lượng:

a) Nghiên cứu A

- đối với sữa UHT (3,5 % chất béo) có hàm lượng nitơ 0,565 %:	0,041 %
- đối với sữa bột gầy có hàm lượng nitơ 5,767 % :	0,140 %

b) Nghiên cứu B

- đối với sữa dạng lỏng (2 % chất béo) có hàm lượng nitơ 0,489 % :	0,093 %
- đối với nước whey có hàm lượng nitơ 0,127 % :	0,080 %
- đối với sữa chua (yogurt) có hàm lượng nitơ 0,730 % :	0,111 %
- đối với sữa cô đặc có hàm lượng nitơ 1,005 % :	0,089 %
- đối với sữa đặc có đường có hàm lượng nitơ 1,113 % :	0,311 %
- đối với phomat cream có hàm lượng nitơ 1,100 % :	0,182 %

- đối với phomat Cheddar có hàm lượng nitơ 3,700 % :	0,444 %
- đối với phomat Thụy sỹ có hàm lượng nitơ 4,478 % :	0,324 %
- đối với phomat Parmesan có hàm lượng nitơ 6,395 % :	0,226 %
- đối với sữa bột không béo có hàm lượng nitơ 5,500 % :	0,169 %
- đối với whey protein đậm đặc có hàm lượng nitơ 5,614 % :	0,244 %
- đối với natri caseinat có hàm lượng nitơ 13,864 % :	0,217 %

12 Báo cáo thử nghiệm

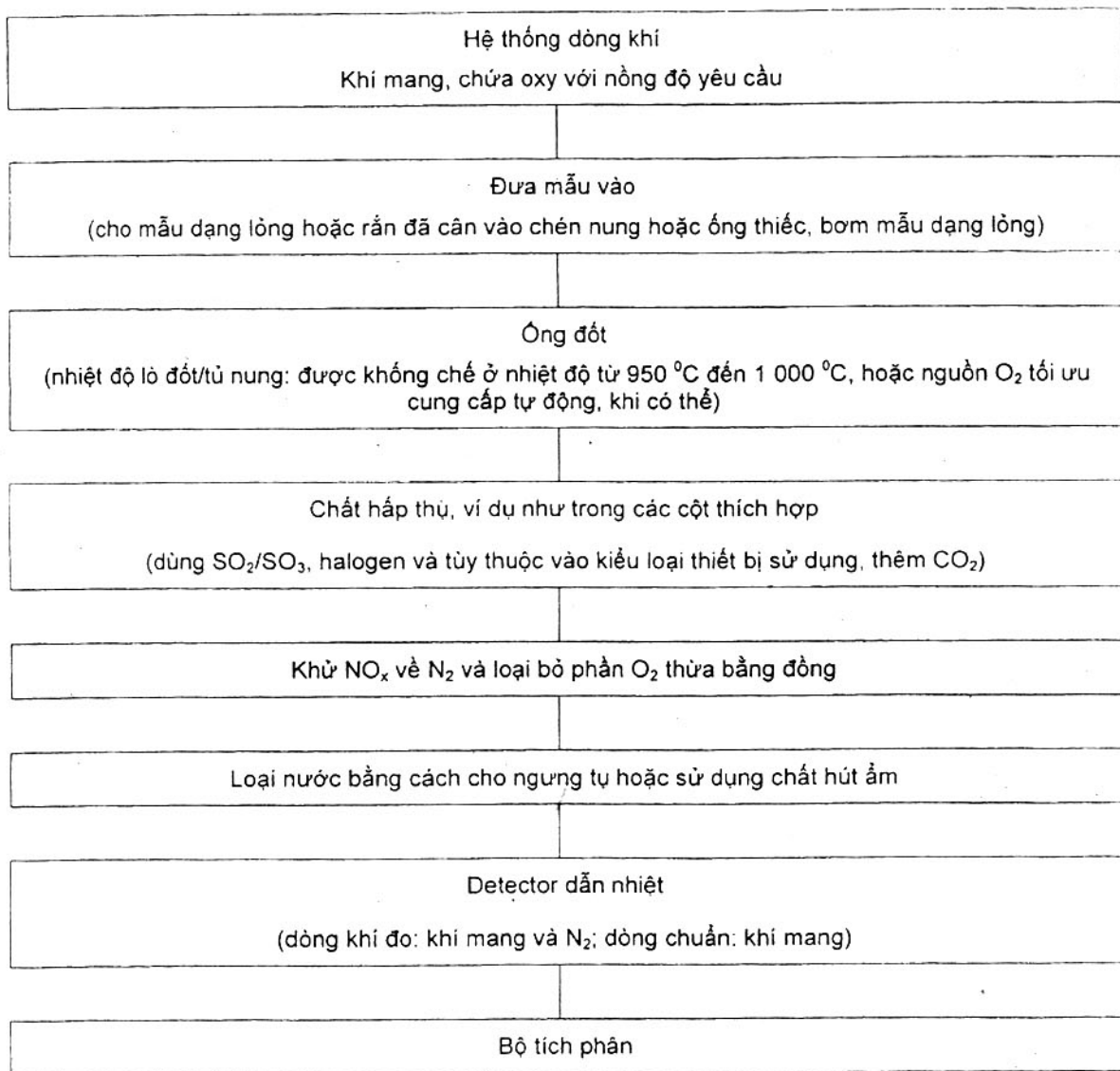
Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- 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;
- nếu thỏa mãn yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Biểu đồ thiết kế cơ bản của thiết bị Dumas

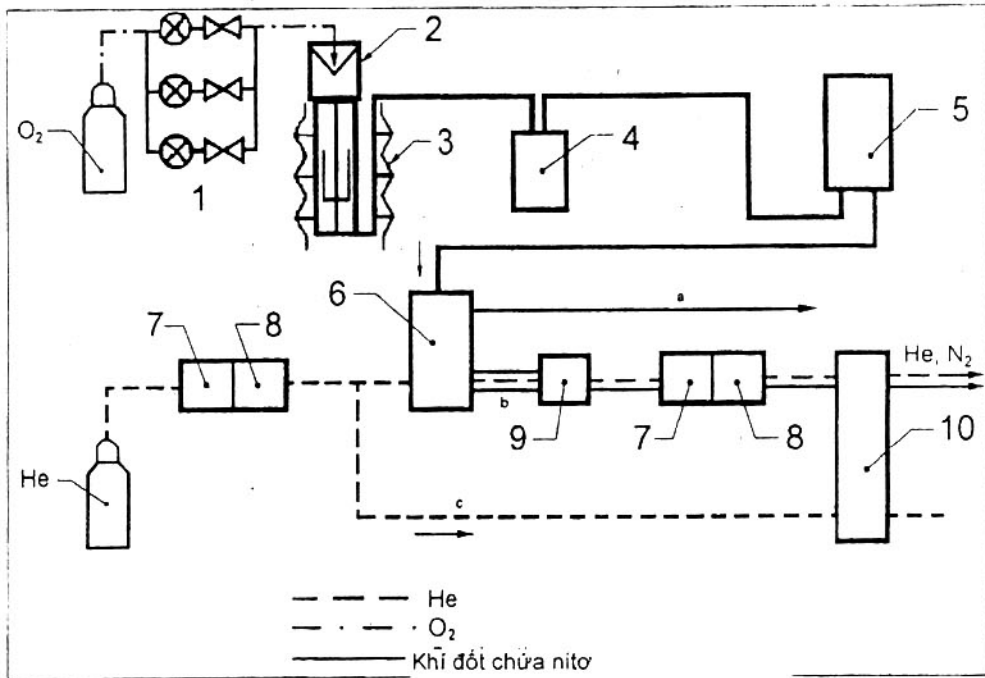


Hình A.1 – Sơ đồ chung đã rút gọn theo Phụ lục B, C và D

Phụ lục B

(Tham khảo)

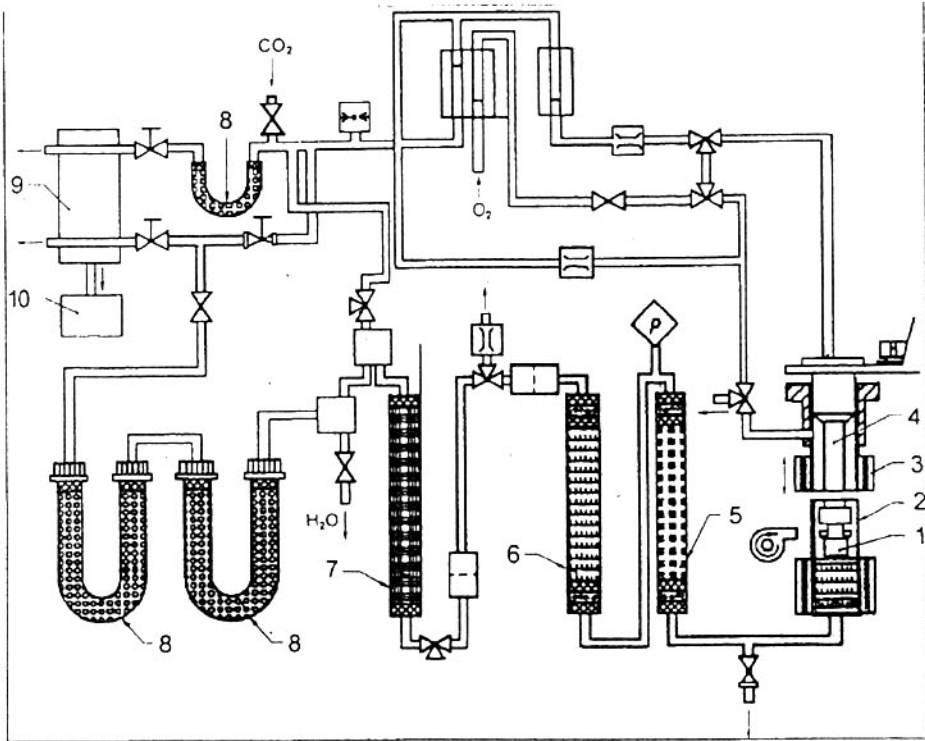
Sơ đồ các loại thiết bị Dumas thích hợp



CHÚ DẪN


- 1 Van điều chỉnh dòng khí oxi
- 2 Bộ nạp mẫu
- 3 Lò đốt có chén nung
- 4 Bộ làm lạnh (nhiệt điện)
- 5 Dụng cụ trộn (cột balat)
- 6 Bộ phân liều chất lỏng
- 7 Natri hydroxit trên chất mang
- 8 Magie perclorat
- 9 Chất xúc tác đồng (khử NO_x và O₂)
- 10 Detector dẫn nhiệt
 - a) Khí đốt dư
 - b) Dòng đo
 - c) Dòng chuẩn


Hình B.1 – Ví dụ 1 về thiết bị Dumas (Khí mang Heli)





CHÚ DẪN


- | | |
|-------------------------------|----------------------|
| 1 Chén nung | 6 Ống đốt sau |
| 2 Cột đốt | 7 Cột khử |
| 3 Ống đốt (di động) | 8 Ống làm khô |
| 4 Bộ giữ ống mẫu | 9 Detector dẫn nhiệt |
| 5 Ống hấp thụ SO ₂ | 10 Bộ xử lý tín hiệu |

 chất làm khô

 bông bạc

 dây đồng

 dây đồng có chất xúc tác platin

 chi cromat

Hình B.2 – Ví dụ 2 về thiết bị Dumas

Phụ lục C
(Tham khảo)

Hiệu chuẩn thiết bị

C.1 Các hợp chất hiệu chuẩn

Bảng C.1 đưa ra thông tin bổ sung cho 9.3.

Một số thiết bị bán sẵn đòi hỏi phải điều chỉnh lưu lượng oxy dự kiến.

Bảng C.1 – Nhu cầu oxy của các hợp chất tinh khiết thích hợp cho việc hiệu chuẩn thiết bị

Hợp chất	Hàm lượng nitơ % (phần khối lượng)	Nhu cầu oxy tối đa theo lý thuyết ml/g	Nhu cầu oxy thực tế ml/g
Urê	46,65	1 305	560
Axit aspartic	10,52	800	631
Tyrosin	7,73	1 391	1 270
Phenylalanin	8,48	1 593	1 460
Axit etylen diamin tetraaxetic	9,59	920	769

C.2 Các ví dụ về cách tính nhu cầu oxy dự kiến

C.2.1 Khái quát

Các ví dụ đưa ra dưới đây là để tính nhu cầu oxy dự kiến.

CHÚ THÍCH Những phép tính này là cần thiết cho các loại thiết bị chứa nguồn cung cấp oxy (dư thừa oxy vừa phải khi có mặt CO₂ làm khí mang). Tất cả các phép tính thực hiện trên giả thuyết rằng các mẫu chỉ chứa các nguyên tố C, N, H và O.

C.2.2 Ví dụ 1

Urê (H₂NCONH₂): 1 mol tương ứng với 60,06 g, khối lượng mẫu là 1 000 mg.

Do đó, 1 000 mg urê chứa:

199,8 mg C;

66,6 mg H;

466,5 mg N, và

266,4 mg O.

TCVN 8100 : 2009

Lượng oxy cần thiết cho việc đốt hoàn toàn về cacbon dioxit và nước tính được bao gồm hàm lượng oxy của hợp chất như sau:

- thể tích mol của khí lý tưởng là 22,4 l;
- 1 mol của C tương ứng 12 g (12 000 mg);
- 1 mol của H₂ tương ứng 2 g (2 000 mg);
- 1 mol của N₂ tương ứng 28 g (28 000 mg);
- 1 mol của O₂ tương ứng 32 g (32 000 mg).

Kết quả là cần 1 305 ml oxy để đốt cháy 1 g urê.

C.2.2 Ví dụ 2

Axit aspartic [HO₂CCH₂CH(NH₂)CO₂H]: 1 mol tương ứng 133,10 g, khối lượng mẫu 1 000 mg.

Do đó, 1 000 mg axit aspartic chứa

- 360,6 mg C;
- 52,6 mg H;
- 105,2 mg N, và
- 480,8 mg O.

Lượng oxy cần thiết cho việc đốt hoàn toàn về cacbon dioxit và nước tính được bao gồm hàm lượng oxy của hợp chất như sau:

- thể tích mol của khí lý tưởng là 22,4 l;
- 1 mol của C tương ứng 12 g (12 000 mg);
- 1 mol của H₂ tương ứng 2 g (2 000 mg);
- 1 mol của N₂ tương ứng 28 g (28 000 mg);
- 1 mol của O₂ tương ứng 32 g (32 000 mg);

Kết quả là cần 800 ml oxy để đốt cháy 1 g axit aspartic.

Phụ lục D

(Tham khảo)

So sánh các kết quả thu được bằng phương pháp Dumas với các kết quả thu được bằng phương pháp Kjeldahl

Các nghiên cứu liên phòng thử nghiệm hiện hành và một số nghiên cứu thử nghiệm thành thạo cho thấy các kết quả đối với sữa không được sấy sơ bộ, thu được khi sử dụng phương pháp Dumas không hoàn toàn giống kết quả thu được bằng phương pháp Kjeldahl như qui định trong TCVN 8099-1 (ISO 8968-1) và không đáp ứng được các yêu cầu về độ chụm của phương pháp.

Tuy nhiên, các số liệu về độ chụm thu được đối với sữa chua, sữa cô đặc, sữa đặc có đường, phomat cream, phomat Cheddar, phomat Thụy Sĩ, phomat Parmesan, sữa khô không béo, whey protein đậm đặc, natri caseinat và sữa bột gầy (dưới các điều kiện lập lại và tái lập) thu được khi sử dụng phương pháp Dumas bằng hay thậm chí tốt hơn các kết quả thu được khi sử dụng phương pháp Kjeldahl đối với cùng mẫu thử [7], [8].

Các giá trị trung bình thu được khi sử dụng phương pháp Dumas đối với các mẫu sữa và sản phẩm sữa (sữa nguyên liệu, sữa nguyên chất, sữa bột gầy, bột whey, sữa bột nguyên chất, whey protein đậm đặc, phomat và whey) thường cao hơn 1 % đến 3 % (tương đối) so với các kết quả thu được bằng phương pháp Kjeldahl [10], [11] đối với cùng mẫu thử.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.
- [2] 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.
- [3] 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 đo tiêu chuẩn.
- [4] TCVN 6270 (ISO 6732) Sữa và các sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng sắt – Phương pháp quang phổ (Phương pháp chuẩn)
- [5] TCVN 8099-2 (ISO 8968-2), Sữa xác định hàm lượng nitơ - Phần 2: Phương pháp phân hủy kín (Phương pháp vĩ mô)
- [6] SMITH, D., Evaluation of the Foss-Heraeus macro N for the determination of nitrogen in a wide range of foodstuffs, ingredients and biological materials and comparison with the Kjelfoss. Analytical proceedings, 28, 1991, pp. 320-324
- [7] FRISTER, H.; FEIER, U. and GOETSCH, P.-H., Direct determination of nitrogen content by Dumas analysis; Interlaboratory study on precision characteristics. AOAC Europe Symposium at Nyon (France), 1994.
- [8] KINGBRINK, M. and SEBRANEK, J. G., Determination of Crude Protein in dairy products by combustion. *Journal Paper No. J-16571 of the Iowa Agriculture and Home Economics Experiment Station, Ames; Project No. 3091, 1996*
- [9] KINGBRINK, M. and SEBRANEK, J. G., *Performance of an automated high temperature combustion-thermal conductivity method for measurement of protein contents in food products.* Iowa State University, USA, 1996.
- [10] ELLEN, G. and MAHULETTE, G.G., Dumas evenaart Kjeldahl in the nitrogen determination in dairy products NIZO document and report by G.Ellen in Group E 302, Lisbon, 1997.
- [11] ELLEN, G. and MAHULETTE, G.G., Stikstofbepaling in zuivelproducten: Dumas evenaart Kjeldahl. *Voedingsmiddelen- technologie, 30(3), 1997, pp. 25-29.*
- [12] IDF 135:1991, Milk and milk products – Precision characteristics of analytical methods.