

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 8125:2015

ISO 20483:2013

Xuất bản lần 2

**NGŨ CỐC VÀ ĐÀU ĐỔ -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ VÀ TÍNH HÀM LƯỢNG
PROTEIN THÔ - PHƯƠNG PHÁP KJELDAHL**

*Cereals and pulses - Determination of the nitrogen content
and calculation of the crude protein content -
Kjeldahl method*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 8125:2015 thay thế TCVN 8125:2009;

TCVN 8125:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 20483:2013;

TCVN 8125:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F1
Ngũ cốc và đậu đỗ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng
thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Ngũ cốc và đậu đỗ - Xác định hàm lượng nitơ và tính hàm lượng protein - Phương pháp Kjeldahl

Cereals and pulses - Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content - Kjeldahl method

CẢNH BÁO – Việc áp dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thiết bị và các thao tác gây nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không thể đưa ra được hết tất cả các vấn đề an toàn liên quan đến việc sử dụng chúng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn thích hợp và xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng nitơ bằng phương pháp Kjeldahl và tính hàm lượng protein thô trong ngũ cốc, đậu đỗ và các sản phẩm của chúng.

Phương pháp này không phân biệt được giữa nitơ protein và nitơ phi protein. Nếu cần phải xác định hàm lượng nitơ phi protein thì áp dụng phương pháp thích hợp khác.

CHÚ THÍCH Trong các trường hợp cụ thể, phương pháp này không thể thu được toàn bộ nitơ trong nitrat và nitrit.

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 4846 (ISO 6540), *Ngô – Phương pháp xác định hàm lượng ẩm (ngô bột và ngô hạt)*.

ISO 712, *Cereals and cereal products – Determination of moisture content – Reference method (Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Xác định hàm lượng ẩm – Phương pháp chuẩn)*.

ISO 24557, *Pulses – Determination of moisture content – Air-oven method (Đậu đỗ – Xác định độ ẩm – Phương pháp dùng lò không khí nóng)*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng nitơ (nitrogen content)

Lượng nitơ xác định được bằng quy trình quy định trong tiêu chuẩn này.

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

3.2

Hàm lượng protein thô (crude protein content)

Lượng protein thô được tính từ hàm lượng nitơ xác định bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này, bằng cách nhân hàm lượng nitơ với các hệ số thích hợp tùy thuộc vào từng loại ngũ cốc hoặc đậu đỗ.

CHÚ THÍCH Hàm lượng protein thô được biểu thị bằng phần trăm khối lượng chất khô.

4 Nguyên tắc

Phân mẫu thử được phân hủy bằng axit sulfuric khi có mặt của chất xúc tác. Sản phẩm phản ứng được trung hòa bằng kiềm, sau đó được chưng cất. Amoniac giải phóng được thu vào dung dịch axit boric, rồi được chuẩn độ bằng dung dịch axit sulfuric để xác định hàm lượng nitơ và tính hàm lượng protein thô.

5 Thuốc thử

CẢNH BÁO – Cần thận trọng khi sử dụng các thuốc thử nêu trong 5.3, 5.8, 5.9 và 5.13.

5.1 Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích không chứa các hợp chất nitơ, trừ các chất chuẩn và sử dụng nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.2 Viên Kjeldahl, tương ứng với các thành phần sau: đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 2,8 %, titan oxit (TiO_2) = 2,8 % và kali sulfat (K_2SO_4) = 94,3 %.

Cách khác, đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước, titan oxit và kali sulfat có thể được trộn lẫn theo tỷ lệ tương ứng.

5.3 Axit sulfuric, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18 \text{ mol/l}$, $\rho_{20}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.

5.4 Chất chống tạo bọt: dầu parafin, silicon hoặc các viên chống tạo bọt có thể được sử dụng để ngăn sủi bọt.

5.5 Axetanillit ($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}$) hoặc tryptophan ($\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$), 99 % (khối lượng)

5.6 Axit boric, dung dịch nước, $\rho_{20}(\text{H}_3\text{BO}_3) = 40 \text{ g/l}$ hoặc nồng độ bất kỳ khác khuyến cáo theo thiết bị được sử dụng.

5.7 Chất chỉ thị màu

Bổ sung các thể tích dung dịch A (5.7.1) và dung dịch B (5.7.2) theo hướng dẫn sử dụng thiết bị (ví dụ: 5 thể tích dung dịch A và 1 thể tích dung dịch B) hoặc bất kỳ chất chỉ thị màu khác theo hướng dẫn sử dụng thiết bị.

CHÚ THÍCH 1 Có thể sử dụng dung dịch axit boric chứa chất chỉ thị màu sẵn có (5.7.1 và 5.7.2)

CHÚ THÍCH 2 Tỷ lệ dung dịch A và dung dịch B có thể được điều chỉnh tùy thuộc vào thiết bị.

Việc chuẩn độ bằng điện thế sử dụng điện cực pH, cần được kiểm tra hàng ngày.

5.7.1 Dung dịch A

Xanh bromocresol ($\text{C}_{27}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$): 200 mg.

Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), 95 % thể tích: một lượng đủ cho 100 ml dung dịch.

5.7.2 Dung dịch B

Đỏ methyl ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$): 200 mg.

Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), 95 % phần thể tích: một lượng đủ cho 100 ml dung dịch.

5.8 Natri hydroxit, dung dịch nước (NaOH), trong khoảng 33 % hoặc 40 % khối lượng có hàm lượng nitơ nhỏ hơn hoặc bằng 0,001 %.

Cũng có thể sử dụng natri hydroxit kỹ thuật khi hàm lượng nitơ nhỏ hơn hoặc bằng 0,001 %.

5.9 Axit sulfuric, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$.

Nên sử dụng H_2SO_4 thay cho HCl vì H_2SO_4 không tạo bọt khí trong các ống nối.

5.10 Amoni sulfat, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 = 0,05 \text{ mol/l}$.

Cách khác, có thể sử dụng muối $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

5.11 Đá bọt, dạng hạt, đã được rửa trong axit clohydric và được nung hoặc que khuấy thủy tinh có thể sử dụng để ngăn tạo bọt.

5.12 Sacarose (tùy chọn) không chứa nitơ.

5.13 Diphospho pentoxit (P_2O_5).

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Máy nghiền cơ học.

6.2 Sàng, có cỡ lỗ 0,8 mm.

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

6.4 Thiết bị phân hủy, chưng cất và chuẩn độ

Cần phải đảm bảo sự phân bố đồng đều nhiệt độ của thiết bị phân hủy.

Đánh giá độ đồng đều của nhiệt độ bằng phép thử đầy đủ với một trong hai chất chuẩn (5.5) và xác định độ thu hồi đạt được.

Thiết bị chưng cất cũng được kiểm tra xác nhận bằng cách chưng cất một lượng đã biết của muối amoni [ví dụ: 10 ml dung dịch amoni sulfat (5.10)] và kiểm tra xem độ thu hồi có lớn hơn hoặc bằng 99,8 % hay không.

7 Lấy mẫu

Phương pháp lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 9027 (ISO 24333).

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

Nếu cần, nghiền mẫu sao cho toàn bộ mẫu lọt qua lỗ sàng 0,8 mm. Đối với các hạt, khối lượng hạt cần phải nghiền ít nhất là 200 g. Trộn đều mẫu đã nghiền.

9 Xác định độ ẩm

Xác định độ ẩm, w_H , của mẫu thử từ một lượng mẫu đã được chuẩn bị theo Điều 8. Tiến hành xác định bằng phương pháp thử phù hợp đối với từng sản phẩm (ví dụ ISO 712 đối với ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc, TCVN 4846 (ISO 6540) đối với ngô, hoặc bằng phương pháp mô tả trong [8] và được sử dụng để thử nghiệm một số loại đậu đỗ cụ thể hoặc ISO 24557 đối với đậu đỗ).

10 Cách tiến hành

10.1 Yêu cầu chung

Nếu cần, kiểm tra các yêu cầu về giới hạn lặp lại (12.2) thì tiến hành hai phép xác định riêng rẽ theo 10.2 đến 10.5.

10.2 Phần mẫu thử

Cân một lượng mẫu thử đã chuẩn bị theo Điều 8, chính xác đến 0,001 g, tùy thuộc vào hàm lượng nito dự kiến sao cho phần mẫu thử chứa từ 0,005 g đến 0,2 g nito và tốt nhất là lớn hơn 0,02 g.

10.3 Xác định

10.3.1 Phân huỷ

CẢNH BÁO – Các thao tác sau đây phải được thực hiện trong tủ hút chịu được axit sulfuric, thông gió tốt.

Chuyển phần mẫu thử (10.2) vào bình phân huỷ, sau đó thêm số viên xúc tác cần thiết (5.2) chứa 10 g kali sulfat, 0,30 g đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước và 0,30 g titan oxit. Cuối cùng thêm 20 ml axit sulfuric (5.3).

Có thể điều chỉnh lượng axit sulfuric tùy thuộc vào thiết bị, nhưng chỉ sau khi chắc chắn phép đo này cần có độ thu hồi 99,5 % đối với axetanilit và 99,0 % đối với tryptophan.

Trộn kỹ, để ướt hoàn toàn phần mẫu thử.

Đặt các bình trên thiết bị phân huỷ đã được gia nhiệt trước đến $(420 \pm 10) ^\circ\text{C}$.

Sau ít nhất 2 h phân huỷ, tính từ thời điểm nhiệt độ của thiết bị đạt $(420 \pm 10) ^\circ\text{C}$, lấy bình ra và để nguội.

CHÚ THÍCH Nên bổ sung đá bọt hoặc que khuấy thủy tinh (5.11) để điều chỉnh sôi và chống tạo bọt (5.4).

Thời gian phân huỷ tối thiểu được kiểm tra bằng chất chuẩn nhưng rất khó để đạt tỷ lệ thu hồi (xem 10.5).

Theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị, việc hút quá mạnh sẽ làm thất thoát nito.

10.3.2 Chứng cất

Cẩn thận cho 50 ml nước vào bình đã nguội và để nguội hẳn. Chuyển vào bình thu nhận 50 ml axit boric (5.6) và ít nhất 10 giọt chỉ thị màu (5.7), quan sát máy đo màu hoặc sử dụng đầu dò quang.

TCVN 8125:2015

Thêm một lượng dư 5 ml dung dịch natri hydroxit (5.8) cần để trung hoà lượng axit sulfuric đã sử dụng. Sau đó tiến hành chưng cất.

Lượng thuốc thử được sử dụng có thể thay đổi tuỳ thuộc vào thiết bị.

10.3.3 Chuẩn độ

Tiến hành chuẩn độ bằng dung dịch axit sulfuric (5.12), thực hiện liên tục trong suốt quá trình chưng cất hoặc trên toàn bộ dịch cất khi kết thúc quá trình chưng cất.

Xác định điểm kết thúc quá trình chưng cất bằng máy so màu hoặc sử dụng đầu dò quang hoặc phân tích điện thế có hệ thống đo pH.

10.4 Phép thử mẫu trắng

Tiến hành phép thử mẫu trắng với các thuốc thử sử dụng trong 10.3.1 đến 10.3.3 nhưng không có mẫu thử (10.2).

CHÚ THÍCH Có thể thay mẫu thử bằng 1 g saccharose (5.12).

10.5 Phép thử với chất chuẩn (Phép thử kiểm tra)

Làm khô chất chuẩn được sử dụng ở nhiệt độ từ 60 °C đến 80 °C trong chân không, với sự có mặt của diphospho pentoxit (5.13).

Tiến hành phép thử kiểm tra trên phần mẫu thử tối thiểu 0,15 g bằng cách xác định hàm lượng nitơ của tryptophan và/hoặc của axetanilit (5.5).

CHÚ THÍCH Có thể thêm 1 g saccharose (5.12) vào chất chuẩn.

Độ thu hồi nitơ từ axetanilit phải ít nhất là 99,5 % và độ thu hồi nitơ từ tryptophan ít nhất là 99,0 %.

11 Biểu thị kết quả

11.1 Hàm lượng nitơ

Hàm lượng nitơ, w_N , biểu thị phần khối lượng chất khô, tính bằng phần trăm (%), theo Công thức (1):

$$w_N = \frac{(V_1 - V_0) \times T \times 0,014 \times 100}{m} \times \frac{100}{100 - w_H} = \frac{140 T (V_1 - V_0)}{m (100 - w_H)} \quad (1)$$

trong đó:

V_0 là thể tích của dung dịch axit sulfuric (5.9) cần cho phép thử mẫu trắng, tính bằng millilit (ml);

V_1 là thể tích của dung dịch axit sulfuric (5.9) cần cho phần mẫu thử, tính bằng millilit (ml);

0,014 là lượng nitơ tương đương với việc sử dụng 1 ml dung dịch axit sulfuric 0,5 mol/l, tính bằng gam (g);

T là nồng độ đương lượng của dung dịch axit sulfuric được sử dụng để chuẩn độ;

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

w_H là độ ẩm, được xác định theo Điều 9.

Biểu thị kết quả đến hai chữ số thập phân.

11.2 Hàm lượng protein thô

Tính hàm lượng protein thô của sản phẩm khô bằng cách nhân giá trị hàm lượng nitơ thu được (11.1) ở thời điểm xác định với hệ số chuyển đổi phù hợp cho loại sản phẩm ngũ cốc hoặc đậu đỗ và việc sử dụng chúng.

Biểu thị kết quả đến một chữ số thập phân.

CHÚ THÍCH Một số hệ số chuyển đổi được sử dụng cho ngũ cốc được nêu trong Phụ lục C. Các loại khác thường sử dụng hệ số 6,25.

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 thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và các chất nền ngoài các dải nồng độ và chất nền 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 được quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại r được tính theo Công thức (2) sau đây:

$$r = (0,0063 \times w_p) \times 2,8 \quad (2)$$

trong đó w_p là hàm lượng protein thô của mẫu, biểu thị bằng phần trăm khối lượng sản phẩm khô (xem Bảng B.1).

Đối với các sản phẩm có hàm lượng protein thô từ 7 % đến 80 %, xem Bảng A.1 và Hình A.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 được quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn tái lập R được tính theo công thức (3) sau đây:

$$R = (0,014 \times w_p) \times 2,8 \quad (3)$$

(xem Bảng B.1).

Đối với các sản phẩm có hàm lượng protein thô từ 7 % đến 80 %, xem Bảng A.1 và Hình A.1.

12.4 Chênh lệch tới hạn**12.4.1 So sánh hai nhóm phép đo trong một phòng thử nghiệm**

Chênh lệch tới hạn (CDr) giữa hai giá trị trung bình, mỗi giá trị thu được từ hai kết quả thử trong các điều kiện lặp lại, bằng:

$$CDr = 1,98 \times s_r = 1,98 \times (0,0063 \times w_p) = 0,01247 \times w_p \quad (4)$$

(xem Bảng B.1).

Trong đó:

s_r là độ lệch chuẩn lặp lại;

w_p hàm lượng protein thô của mẫu tính theo khối lượng sản phẩm khô, biểu thị bằng phần trăm.

12.4.2 So sánh hai nhóm phép đo trong hai phòng thử nghiệm

Chênh lệch tới hạn (CDR) giữa hai giá trị trung bình, mỗi giá trị thu được từ hai kết quả thử do hai phòng thử nghiệm khác nhau thực hiện trong các điều kiện lặp lại, bằng:

$$CDR = 2,8 \sqrt{s^2_R - 0,5 s^2_r} = 2,8 \sqrt{(0,014 \times w_p)^2 - 0,5 \times (0,0063 \times w_p)^2} = 0,03716 \times w_p \quad (5)$$

(xem Bảng B.1).

Trong đó:

s_R là độ lệch chuẩn tái lập;

s_r là độ lệch chuẩn lặp lại;

w_p là hàm lượng protein thô của mẫu tính theo khối lượng sản phẩm khô, biểu thị bằng phần trăm.

13 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) hệ số chuyển đổi được sử dụng (xem Chú thích trong 11.2);
- e) mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như bất kỳ sự cố nào có thể ảnh hưởng đến kết quả thử;
- f) kết quả thử thu được, hoặc nếu thỏa mãn yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Kết quả của các phép thử liên phòng

Độ lặp lại, độ tái lập và chênh lệch tới hạn của phương pháp được thiết lập bởi hai phép thử liên phòng thử nghiệm luân phiên theo các yêu cầu của TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), TCVN 6910-3 (ISO 5725-3) và TCVN 6910-6 (ISO 5725-6).

Mười phòng thử nghiệm tham gia vào phép thử này. Mười bốn sản phẩm và bốn chất chuẩn được dùng để phân tích. Các kết quả đưa ra trong Bảng A.1.

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

Thông số	Mẫu*													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi đã loại trừ ngoại lệ	10	9	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	9
Hàm lượng protein trung bình ($w_N \times 5,7$), tính theo % chất khô, w_p	7,03	8,94	9,02	11,88	13,90	15,54	16,19	21,91	22,80	31,57	61,33	62,19	79,46	79,99
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,11	0,04	0,07	0,15	0,06	0,07	0,17	0,09	0,17	0,10	0,85	0,27	0,57	0,19
Hệ số biến thiên (độ lệch chuẩn r trung bình), %	1,56	0,45	0,78	1,26	0,43	0,45	1,05	0,41	0,75	0,32	1,39	0,43	0,72	0,24
Giới hạn lặp lại, $r (= 2,8 \times s_r)$	0,31	0,11	0,20	0,42	0,17	0,20	0,48	0,25	0,48	0,28	2,38	0,76	1,60	0,53
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,19	0,14	0,08	0,28	0,16	0,14	0,34	0,29	0,46	0,46	1,37	0,79	1,02	0,83
Hệ số biến thiên (độ lệch chuẩn R trung bình), %	2,70	1,57	0,89	2,36	1,15	0,90	2,10	1,32	2,02	1,46	2,23	1,27	1,28	1,04
Giới hạn tái lập, $R (= 2,8 \times s_R)$	0,53	0,39	0,22	0,78	0,45	0,39	0,95	0,81	1,29	1,29	3,84	2,21	2,86	2,32
* Các mẫu đó là: 1 = Bột mì thông thường 1; 2 = Ngô; 3 = Lúa mạch; 4 = Lúa mì thông thường; 5 = Bột mì thông thường 3; 6 = Lúa mì cứng; 7 = Bột mì thông thường 2; 8 = đậu Hà Lan 2; 9 = đậu Hà Lan 1; 10 = đậu; 11 = gluten lúa mì 1; 12 = gluten lúa mì 2; 13 = gluten ngô 1; 14 = gluten ngô 2														

Phụ lục B
(Tham khảo)

**Chênh lệch tới hạn và áp dụng thực tế các giới hạn lặp lại và tái lập
cho các hàm lượng protein khác nhau**

B.1 So sánh hai nhóm phép đo trong một phòng thử nghiệm

Chênh lệch tới hạn (CDr) giữa hai giá trị trung bình thu được từ hai kết quả thử trong các điều kiện lặp lại bằng:

$$CDr = 2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} \quad (B.1)$$

trong đó:

s_r là độ lệch chuẩn lặp lại;

n_1 và n_2 là số kết quả thử tương ứng với mỗi giá trị trung bình.

CHÚ THÍCH Chênh lệch tới hạn giữa hai giá trị trung bình thu được từ hai kết quả trong các điều kiện về độ lặp lại, xem TCVN 6910-6 (ISO 5725-6).

Nếu cả hai n_1 và n_2 đều bằng 2, thì phương trình rút gọn là

$$CDr = 2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98 s_r \quad (B.2)$$

B.2 So sánh hai nhóm phép đo trong hai phòng thử nghiệm

Chênh lệch tới hạn (CDR) giữa hai giá trị trung bình thu được từ hai kết quả thử của hai phòng thử nghiệm khác nhau trong các điều kiện lặp lại bằng:

$$CDR = 2,8 \sqrt{s_R^2 - s_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} \quad (B.3)$$

trong đó:

s_r là độ lệch chuẩn lặp lại;

s_R là độ lệch chuẩn tái lập;

n_1 và n_2 là số kết quả thử tương ứng với mỗi giá trị trung bình.

Nếu cả hai n_1 và n_2 đều bằng 2, thì phương trình rút gọn là:

$$CDR = 2,8 \sqrt{s_R^2 - 0,5 s_r^2} \quad (B.4)$$

Bảng B.1 – Áp dụng thực tế của giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập đối với các hàm lượng protein khác nhau

Hàm lượng protein ($w_N \times 5,7$) %	Độ lệch chuẩn lặp lại s_r	Giới hạn lặp lại r	Độ lệch chuẩn tái lập s_R	Giới hạn tái lập R	Chênh lệch tới hạn (CD) giữa hai giá trị trung bình	
					Trong 1 phòng thử nghiệm	Trong 2 phòng thử nghiệm
10	0,06	0,17	0,14	0,39	0,12	0,37
15	0,09	0,25	0,21	0,59	0,18	0,56
20	0,12	0,34	0,28	0,78	0,24	0,75
25	0,15	0,42	0,35	0,98	0,30	0,93
30	0,18	0,50	0,42	1,18	0,36	1,12
35	0,21	0,59	0,49	1,37	0,42	1,31
40	0,24	0,67	0,56	1,57	0,48	1,49
45	0,27	0,76	0,63	1,76	0,53	1,68
50	0,30	0,84	0,70	1,96	0,59	1,87
55	0,33	0,92	0,77	2,16	0,65	2,05
60	0,36	1,01	0,84	2,35	0,71	2,24
65	0,39	1,09	0,91	2,55	0,77	2,43
70	0,42	1,18	0,98	2,74	0,83	2,61
75	0,45	1,26	1,05	2,94	0,89	2,80
80	0,48	1,34	1,12	3,14	0,95	2,99

Giả sử:

$$\boxed{\text{Phép thử 1}} + \boxed{\text{Phép thử 2}} = \boxed{\text{Trung bình 1 (phép thử 1 + phép thử 2)/2}}$$

$$\boxed{\text{Phép thử 5}} + \boxed{\text{Phép thử 6}} = \boxed{\text{Trung bình 2 (phép thử 5 + phép thử 6)/2}}$$

$$\boxed{\text{Phép thử 9}} + \boxed{\text{Phép thử 10}} = \boxed{\text{Trung bình 3 (phép thử 9 + phép thử 10)/2}}$$

VÍ DỤ:

Giới hạn lặp lại được áp dụng giữa phép thử 1 và phép thử 2

hoặc giữa phép thử 5 và phép thử 6

Giới hạn tái lập được áp dụng giữa phép thử 1 và phép thử 6

hoặc giữa phép thử 2 và phép thử 9

Chênh lệch tới hạn (CD) được áp dụng giữa trung bình phép thử 1 và phép thử 2

hoặc giữa trung bình phép thử 1 và phép thử 3

Phụ lục C
(Tham khảo)

Các hệ số chuyển đổi hàm lượng nitơ sang hàm lượng protein

Sản phẩm	Hệ số chuyển đổi nitơ thành protein
Lúa mì thường	5,7
Lúa mì cứng	5,7
Sản phẩm lúa mì nghiền	5,7 hoặc 6,25
Lúa mì dùng làm thức ăn	6,25
Lúa mạch	6,25
Yến mạch	5,7 hoặc 6,25
Lúa mạch đen	5,7
Triticale (Tiểu hắc mạch, lai giữa lúa mì và lúa mì đen)	6,25
Ngô	6,25
Đậu đỗ	6,25

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 10034 (ISO 1871) *Thực phẩm và thức ăn chăn nuôi – Hướng dẫn chung về xác định hàm lượng nitơ bằng phương pháp Kjeldahl.*
- [2] TCVN 9936 (ISO 3188) *Tinh bột và sản phẩm tinh bột – Xác định hàm lượng nitơ bằng phương pháp Kjeldahl – Phương pháp chuẩn độ.*
- [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 6910-3 (ISO 5725-3), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 3: Các thước đo trung gian độ chụm của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
- [5] TCVN 6910-6 (ISO 5715-6), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 6: Sử dụng các giá trị độ chính xác trong thực tế.*
- [6] TCVN 4328-1 (ISO 5983-1) *Thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng nitơ và tính hàm lượng protein khô – Phương pháp Kjeldahl.*
- [7] TCVN 9027 (ISO 24333) *Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Lấy mẫu.*
- [8] BIPEA, *Conseil méthodologiques pour le dosage de l'eau dans les grains et les graines – LU68 E 8405 – Détermination de la teneur en eau – Protéagineux (Fiche n° 4).*
- [9] European Brewery Convention, *Analytica EBC, 1984.*
- [10] *Nitrogen-ammonia-protein Modified Kjeldahl method Titanium oxide and copper sulfate catalyst. Official Methods and Recommended Practices of the AOCS, (ed. D.E.Firestone). AOCS Official Method Ba Ai 4-91, AOCS Press, Champaign IL, 1997.*
- [11] TKACUK, R. Nitrogen-to-protein conversion factors for cereals and oilseed meals. *Cereal Chem.*, 46(4), 1969, pp. 419-423
- [12] ICC Standard 105/2, *Determination of crude protein in cereals and cereal products for food and feed.*