

Lời nói đầu

TCVN 7598:2007 hoàn toàn tương đương ISO/DIS 16634.2;

TCVN 7598:2007 do Ban kỹ thuật TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Trong thời gian qua phương pháp Kjeldahl đã được sử dụng rộng rãi để xác định hàm lượng protein trong thực phẩm. Tuy nhiên, trong thời gian gần đây phương pháp Kjeldahl đã được thay dần bằng phương pháp Dumas vì phương pháp Dumas cho kết quả nhanh hơn và không phải sử dụng các hóa chất độc hại. Cả hai phương pháp này đều dùng để xác định hàm lượng nitơ trong sản phẩm nhưng sử dụng các nguyên tắc khác nhau. Sử dụng hệ số thích hợp để chuyển đổi lượng nitơ thành hàm lượng protein. Hệ số này thay đổi theo lượng protein khác nhau và thành phần axit amin của chúng có trong sản phẩm đó.

Phương pháp Dumas cũng như phương pháp Kjeldahl đều không phân biệt được nitơ protein và nitơ phi protein. Trong nhiều trường hợp, các kết quả thu được bằng phương pháp Dumas hơi cao hơn kết quả thu được bằng phương pháp Kjeldahl, bởi vì phương pháp Dumas xác định được gần như tất cả các nitơ phi protein còn phương pháp Kjeldahl thì chỉ xác định được một phần.

Tiêu chuẩn này có tham khảo thêm AOAC 990.03 *Protein (Crude) in Animal Feed* và đã được xác nhận có hiệu lực đối với thức ăn chăn nuôi chứa hàm lượng nitơ từ 0,2 % đến 20 %.

Ngũ cốc, đậu đỗ, sản phẩm ngũ cốc nghiền, hạt có dầu và thức ăn chăn nuôi – Xác định nitơ tổng số bằng cách đốt cháy theo nguyên tắc Dumas và tính hàm lượng protein thô

Cereals, pulses, milled cereal products, oilseeds and animal feeding stuffs –

Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng nitơ tổng số và tính hàm lượng protein thô có trong ngũ cốc, đậu đỗ, các sản phẩm ngũ cốc nghiền, các loại hạt có dầu và thức ăn chăn nuôi.

Tương tự như phương pháp Kjeldahl, phương pháp này không phân biệt giữa nitơ protein và nitơ phi protein. Để tính hàm lượng protein cần sử dụng các hệ số chuyển đổi khác nhau (Xem phụ lục D).

Phương pháp này không áp dụng cho sữa và các sản phẩm sữa, đối với các sản phẩm này áp dụng phương pháp qui định trong ISO 14891/IDF 185.

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.

ISO 664, Oilseeds – Reduction of laboratory sample to test sample (Hạt có dầu – Giảm mẫu phòng thử nghiệm thành mẫu thử).

ISO 665, Oilseeds – Determination of moisture and volatile matter content (Hạt có dầu – Xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi).

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

ISO 771, Oilseed residues – Determination of moisture and volatile matter content (Bã dầu – Xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi).

ISO 6498, Animal feeding stuffs – Preparation of test samples (Thức ăn chăn nuôi – Chuẩn bị mẫu thử)

ISO 6540, Maize – Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains) (Ngô - Xác định độ ẩm) (Hạt nghiền và nguyên hạt).

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)

phần khối lượng của nitơ tổng số được xác định bằng qui trình qui định trong tiêu chuẩn này.

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

3.2

hàm lượng protein thô (crude protein content)

hàm lượng nitơ (3.1) nhân với hệ số, thông thường là 6,25.

CHÚ THÍCH 1 Hệ số này là 5,7 đối với lúa mì, lúa mạch và các sản phẩm của chúng.

CHÚ THÍCH 2 Danh mục các hệ số chuyển đổi có thể được sử dụng với các loại sản phẩm khác được đưa ra trong Phụ lục D.

CHÚ THÍCH 3 Vì phương pháp này sử dụng các hệ số giống như đối với phương pháp Kjeldahl, nên việc sử dụng các hệ số này phải được kiểm tra về sự chênh lệch nhỏ các kết quả giữa phương pháp Kjeldahl và phương pháp Dumas.

4 Nguyên tắc

Mẫu được chuyển hóa thành khí bằng cách đốt trong ống đốt hóa khí mẫu. Tất cả các thành phần gây nhiễu được loại bỏ ra khỏi hỗn hợp khí tạo thành. Các hợp chất nitơ của hỗn hợp khí hoặc của phần đại diện của chúng 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

Trong suốt quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử được công nhận tinh khiết phân tích hoặc thuốc thử có độ tinh khiết tương đương như qui định của nhà sản xuất thiết bị. Ngoại trừ các mẫu chuẩn (5.12) thì tất cả các thuốc thử không được chứa nitơ.

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

5.1.1 Cacbon dioxit (CO₂), càng tinh khiết càng tốt và không nhỏ hơn 99,99 % (phần thể tích).

5.1.2 Heli (He), càng tinh khiết càng tốt và không nhỏ hơn 99,99 % (phần thể tích).

5.2 Oxy (O₂), càng tinh khiết càng tốt và không nhỏ hơn 99,99 % (phần thể tích).

5.3 SO₂ và chất hấp thụ halogen, dùng để loại trừ sunfua ra khỏi mẫu [ví dụ, chì cromat (PbCrO₄) hoặc búi thép].

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

Chất xúc tác platin (5 % Pt trên Al₂O₃) được pha trộn với CuO với tỷ lệ 1:7 hoặc 1:8 theo chỉ dẫn của nhà sản xuất.

Để tránh bị phân tách do tỷ trọng của hai vật liệu này khác nhau, nên không cần 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 và bông đồng

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

5.6 Bông thạch anh hoặc bông thủy tinh hoặc sợi bông, theo chỉ dẫn của nhà sản xuất.

5.7 Đồng (dây, các đoạn cắt, vụn hoặc bột), dùng cho ống khử

Cách khác, có thể sử dụng tungsten làm chất xúc tác.

Việc sử dụng dây đồng sẽ tăng độ chụm của các kết quả phân tích đối với các mẫu chứa hàm lượng nitơ thấp (khoảng 1 % phần khối lượng).

5.8 Diphospho pentoxit (P₂O₅) hoặc magiê peclorat hạt [Mg(ClO₄)₂] hoặc chất mang khác thích hợp để nhồi các ống làm khô.

5.9 Các hạt hình cầu corundum rỗng hoặc các viên nhôm oxit, dùng cho ống đốt.

5.10 Đồng oxit (CuO), làm vật liệu nhồi cho ống đốt.

5.11 Natri hydroxit (NaOH), trên chất mang.

5.12 Axit aspartic (C₄H₇NO₄) hoặc axit etylen diamin tetraaxetic (C₁₀H₁₆N₂O₈) hoặc axit glutamic (C₅H₉NO₄) hoặc axit hippuric (C₉H₉NO₃) chuẩn, hoặc các mẫu chuẩn thích hợp khác đã biết trước có hàm lượng nitơ không đổi đã được xác nhận.

Hàm lượng tối thiểu phải là 99 % khối lượng.

5.13 Xăng nhẹ, có điểm sôi trong khoảng từ 30 °C đến 60 °C.

Cách khác, có thể sử dụng axeton hoặc etanol.

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và các loại sau.

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

6.2 Máy nghiền phòng thử nghiệm, thích hợp để nghiền mẫu.

6.3 Sàng thử nghiệm, có cỡ lỗ 0,800 mm hoặc 1 mm làm bằng vật liệu không chứa sắt.

6.4 Chén nung (ví dụ, bằng thép không gỉ, thạch anh, gốm hoặc platin) 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.

6.5 Thiết bị Dumas¹⁾, kèm một lò nung có thể duy trì được nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 850 °C, 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 Phụ lục A, cho dù có các cách bố trí và các bộ phận khác nhau.

CHÚ THÍCH Các sơ đồ của ba loại thiết bị có sẵn được lấy làm ví dụ trong Phụ lục B (Xem Hình B.1, B.2 và B.3).

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

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hay biến đổi trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

¹⁾ Thiết bị Dumas của hãng LECO là các ví dụ thích hợp có bán sẵn. Thông tin này đưa ra để tạo thuận lợi cho người sử dụng Tiêu chuẩn này và không ấn định phải sử dụng sản phẩm đó.

Phương pháp lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Các phương pháp lấy mẫu được khuyến cáo trong ISO 542 đối với hạt có dầu, ISO 5500 đối với bã dầu, ISO 13690 đối với ngũ cốc và đậu đỗ và các sản phẩm nghiền của chúng và ISO 6497 đối với thức ăn chăn nuôi.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu phòng thử nghiệm phải được chuẩn bị theo cách sao cho thu được mẫu thử đồng nhất, đại diện cho sản phẩm như trong ISO 664 hoặc ISO 6498.

Sử dụng máy nghiền thích hợp (6.2), nghiền mẫu phòng thử nghiệm để thu được độ lệch chuẩn tương đối (*RSD*) nhỏ hơn 2 % trên tất cả các sản phẩm (trên 10 vận hành liên tiếp). Nhìn chung, điều kiện này thỏa mãn khi các mẫu nghiền lọt qua sàng (6.3), cỡ lỗ 0,80 mm, đối với các cỡ mẫu nhỏ (dưới 300 mg), hoặc sàng cỡ lỗ 1 mm đối với cỡ mẫu lớn hơn (bằng hoặc lớn hơn 300 mg)¹⁵⁾. Khi sử dụng các loại máy nghiền cho các cỡ hạt thỏa mãn các yêu cầu trong Bảng 1 sẽ cho các kết quả có thể chấp nhận được.

Bảng 1 – Cỡ hạt yêu cầu

Cỡ lỗ sàng (μm)	Lượng qua sàng (%)
710	100
500	95 đến 100
200	bằng hoặc nhỏ hơn 85

Việc nghiền có thể làm thất thoát độ ẩm và do đó độ ẩm của mẫu nghiền cũng cần được phân tích khi báo cáo kết quả hàm lượng nitrơ hoặc protein theo chất khô hoặc theo độ ẩm không đổi. Độ ẩm cần được xác định theo ISO 665, ISO 712, ISO 771, TCVN 4326:2001 (ISO 6496:1999) hoặc ISO 6498.

Có thể kiểm tra hiệu quả của việc nghiền bằng cách chuẩn bị hai mẫu nghiền giống hệt nhau của hỗn hợp của ngô và hạt đậu tương với tỷ lệ 2:1. Độ lệch chuẩn tương đối *RSD* ước tính phải nhỏ hơn 2 % phần khối lượng.

9 Cách tiến hành

9.1 Yêu cầu chung

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 để ổn định theo các qui trình cụ thể.

Hàng ngày cần kiểm tra hiệu năng của thiết bị, sử dụng các mẫu chuẩn theo 5.12. Độ thu hồi của nitrơ cần phải > 99,0 %.

Cần phải kiểm tra hiệu năng phương pháp và khả năng áp dụng đối với từng loại mẫu đối với từng mẻ, sử dụng các mẫu chuẩn có hàm lượng nitơ đã được xác nhận.

9.2 Phần mẫu thử

Cân ít nhất 0,1 g mẫu thử chính xác đến 0,0001 g cho vào chén nung hoặc ống thiếc (6.4). Đối với các mẫu chứa hàm lượng protein thấp (< 1% phần khối lượng) thì có thể cần tăng lượng mẫu lên 3,5 g, tùy thuộc vào loại thiết bị Dumas sử dụng và bản chất của phần mẫu thử.

Sấy khô mẫu trước khi phân tích, nếu mẫu có độ ẩm > 17 %.

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 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 từ 2 % đến 8 %.

Thực hiện năm phép thử trắng môi trường không khí, mỗi lần sử dụng một lượng sacaroza tương đương thay cho mẫu, với mỗi bộ xác định nitơ hoặc protein để thay mẫu thử. Mẫu trắng sacaroza cho biết một lượng nitơ do không khí đưa vào và bị giữ lại trong vật liệu hữu cơ đã nghiền bột. Sử dụng giá trị trung bình của các lần thử trắng môi trường không khí để hiệu chỉnh sai số trong phép tính xác định nitơ hoặc protein của từng mẫu thử.

9.4 Hiệu chuẩn

Sử dụng các hợp chất tinh khiết có hàm lượng nitơ biết trước không đổi, ví dụ: axit aspartic (5.12) làm chất chuẩn để hiệu chuẩn thiết bị lâu dài. Phân tích kép ba hợp chất tinh khiết mỗi lần sử dụng ba nồng độ khác nhau được chọn theo dải đo các mẫu thực.

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 200 mg. Để hiệu chuẩn, sử dụng 10 đến 20 (hoặc nhiều hơn) các mẫu chuẩn chứa nitơ có hàm lượng 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 chuẩn cho việc hiệu chuẩn.

Trước khi bắt đầu một loạt xác định, kiểm tra độ nhạy của thiết bị bằng cách cho chạy ít nhất ba mẫu chuẩn kép có hàm lượng nitơ đã biết trước. 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 kép 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 Xác định

Với các thiết bị khi đang vận hành, việc đưa mẫu vào phải tuân thủ chỉ 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 hoặc B.3).

Phần mẫu thử được đốt cháy hết trong các điều kiện đã chuẩn hóa ở nhiệt độ trong khoảng từ 850 °C đến 1200 °C tùy thuộc vào thiết bị và mẫu thử nghiệm.

Các sản phẩm phân hủy bay hơi (N_2 , NO_x , CO_2 , H_2O là chính) được chuyển bằng khí mang (5.1) qua thiết bị.

Các nitơ oxit được khử về nitơ phân tử và lượng oxy thừa được giữ lại bằng đồng hoặc tungsten trong cột khử (5.7).

Loại bỏ nước bằng bộ ngưng được làm đầy bằng magiê diphospho pentoxit hoặc chất làm khô khác (5.8). Khi không dùng cacbon đioxit làm khí mang (5.1.1), thì nước được loại bỏ bằng cách cho đi qua chất hấp thụ thích hợp, ví dụ như natri hydroxit trên chất mang (5.11).

Các hợp chất gây nhiễu (ví dụ như các hợp chất halogen bay hơi và hợp chất lưu huỳnh) phải được loại bỏ bằng các chất hấp thụ (5.3) hoặc các chất tiếp xúc [ví dụ: bông bạc (5.5) hoặc natri hydroxit trên chất mang thích hợp (5.11)].

Nitơ còn lại theo khí mang đi qua detector dẫn nhiệt.

9.6 Phát hiện và tích phân

Để định lượng nitơ thì thiết bị sử dụng tế bào dẫn nhiệt nhạy, đã được tối ưu hóa về khí mang sử dụng và có thể có điều chỉnh điểm zero tự động giữa các lần đo các phần mẫu thử. 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.

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 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:

$$w_p = w_N \times F$$

trong đó

w_N là hàm lượng nitơ, tính bằng phần trăm khối lượng với độ ẩm tự nhiên của nó;

F là hệ số chuyển đổi bằng 5,7 đối với lúa mì, lúa mạch và các sản phẩm nghiền của chúng, bằng 6,25 đối với các loại sản phẩm khác (xem Phụ lục D).

Khi cần thiết, hàm lượng protein thô có thể được biểu thị bằng phần trăm khối lượng chất khô, sử dụng công thức sau đây:

$$w_{pd} = \frac{100w_p}{100 - w_m}$$

trong đó

w_{pd} là hàm lượng protein thô, tính bằng phần trăm khối lượng chất khô;

w_m là độ ẩm, tính bằng phần trăm khối lượng, xác định được theo ISO 665, ISO 712, ISO 771, TCVN 4326:2001 (ISO 6496:1999) hoặc ISO 6498.

10.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị các kết quả đến ba chữ số có nghĩa (ví dụ: 9,53 % hoặc 20,5 % hoặc 35,4 %).

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 được nêu trong Phụ lục E.

Các giá trị thu được từ các phép thử liên phòng này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các giá trị đã nêu.

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 lớn hơn:

- 0,1 % phần khối lượng, nếu mẫu chứa nitơ nhỏ hơn 4 % phần khối lượng và
- 2 % hàm lượng nitơ nếu mẫu chứa nitơ bằng hoặc lớn hơn 4 % phần khối lượng.

11.3 Độ tái lập

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 các 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 lớn hơn:

- 0,17 % phần khối lượng, nếu mẫu chứa nitơ nhỏ hơn 4 % phần khối lượng và
- 4 % hàm lượng nitơ nếu mẫu chứa nitơ bằng hoặc lớn hơn 4 % phần khối lượng.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin dưới đây:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết hoàn toàn mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn, cùng với các chi tiết của sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- các kết quả thu được và hệ số chuyển đổi đã sử dụng;
- nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(tham khảo)

Biểu đồ thiết kế cơ bản của thiết bị Dumas

Hệ thống khí

Khí mang, chứa oxy đến mức thích hợp

Đưa mẫu vào

(cho mẫu dạng lỏng hoặc rắn đã cân vào chén nung hoặc ống thiếc, bơm mẫu dạng lỏng)

Ống đốt

(nhiệt độ lò đốt/tủ nung: kiểm soát được nhiệt độ từ 850 °C đến 1 200 °C, hoặc nguồn O₂ cung cấp cho lò đốt ở dạng điều chỉnh tự động)

Chất hấp thụ, ví dụ như trong các cột thích hợp

(dùng SO₂/SO₃, halogen và tùy thuộc vào kiểu loại thiết bị sử dụng có thể sử dụng thêm CO₂)

Loại nước bằng cách ngưng tụ sử dụng bộ làm lạnh bằng điện

Khử NO_x về N₂ và loại bỏ phần O₂ thừa bằng đồng

Loại ẩm và CO₂ bằng cách sử dụng chất hút ẩm [Mg(ClO₄)₂ để loại nước, NaOH để loại CO₂]

Detector dẫn nhiệt

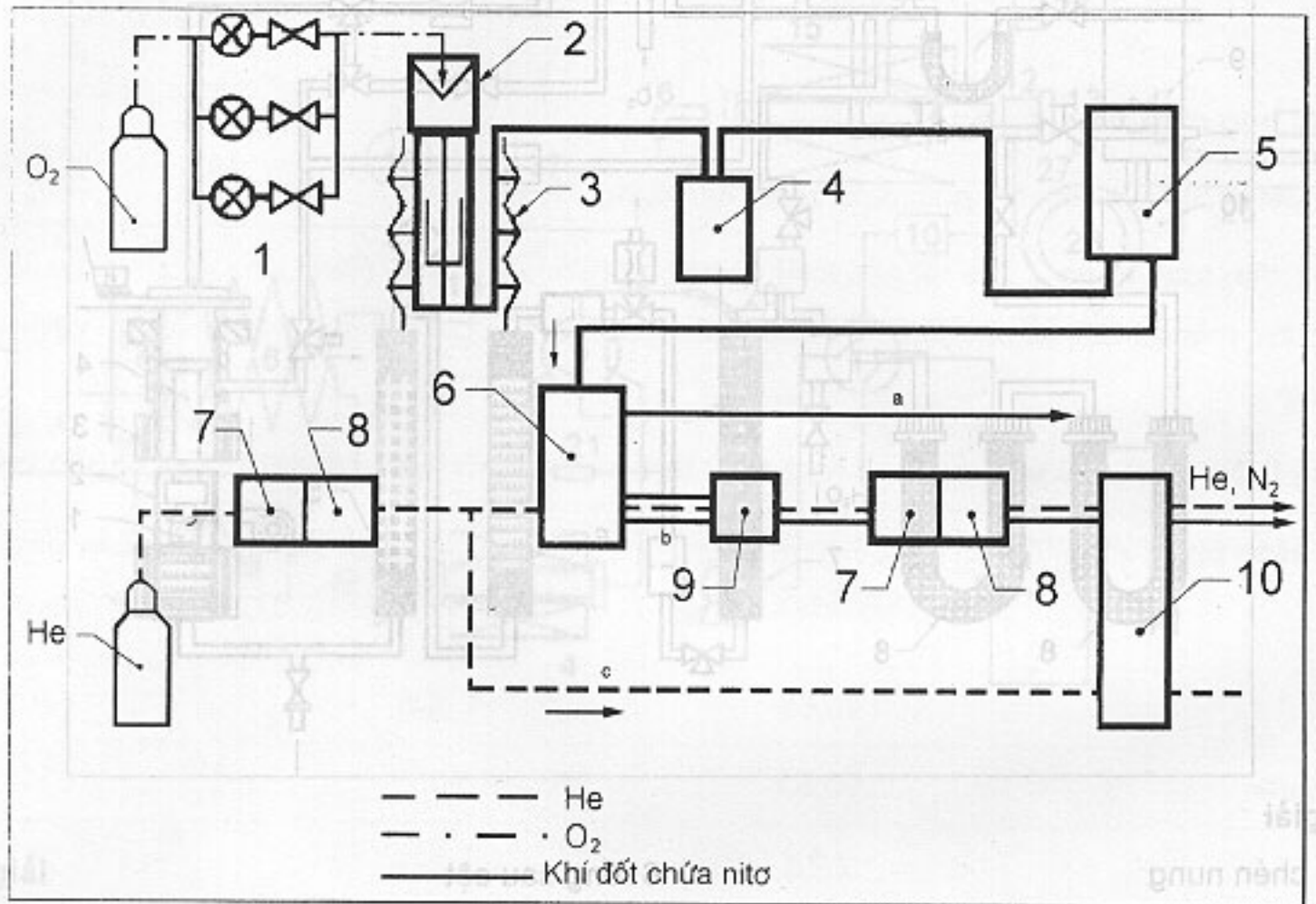
(dòng khí đo: khí mang và N₂; dòng chuẩn: khí mang)

Bộ tích phân

Phụ lục B

(tham khảo)

Sơ đồ các loại thiết bị Dumas thích hợp

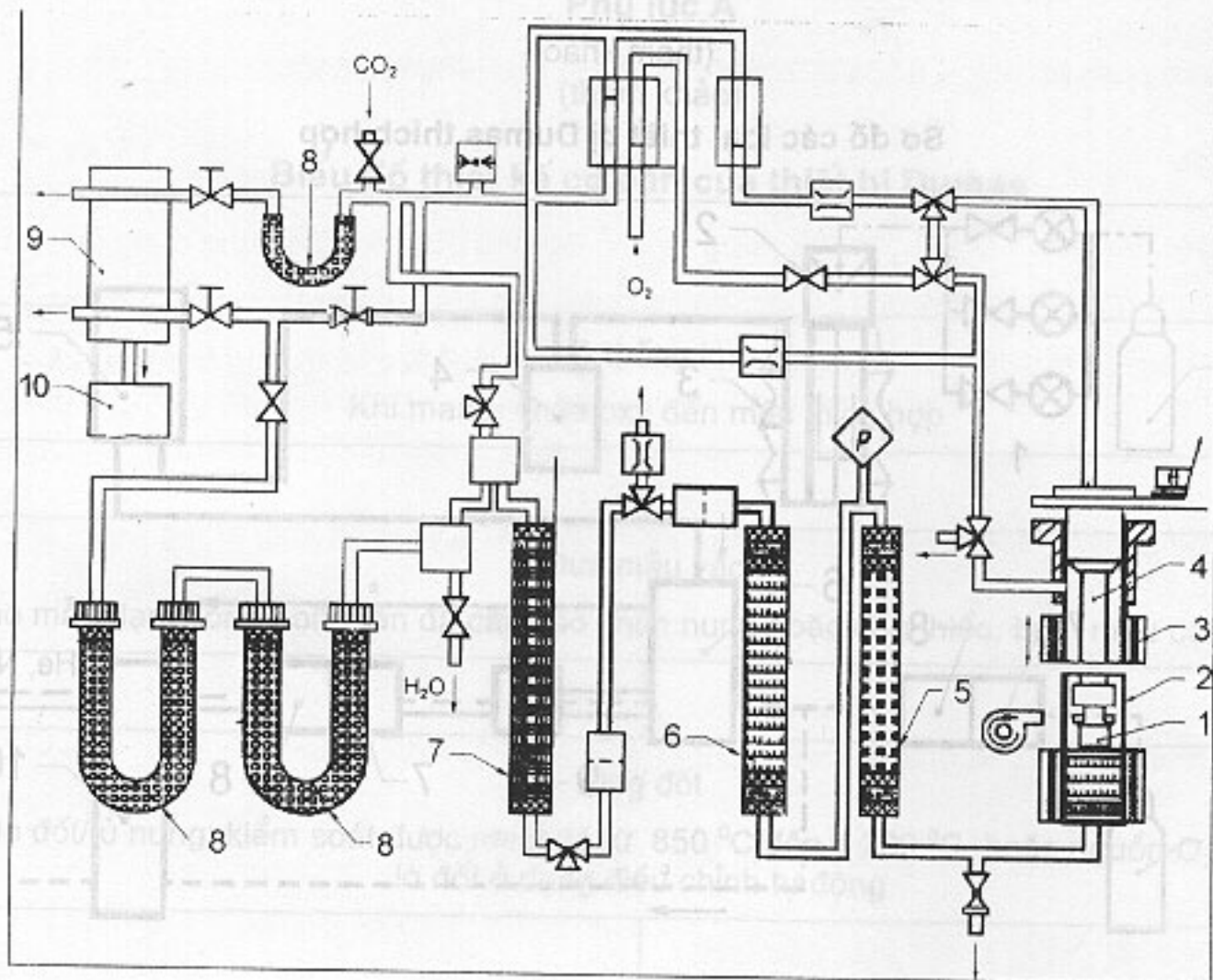


Chú giải

- 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 ống ngưng tụ hơi nước
- 7 natri hydroxit trên chất mang
- 8 magiê peclorat
- 9 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 giải


- | | |
|-----------------------------|----------------------|
| 1 chén nung | 6 ống sau cột |
| 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

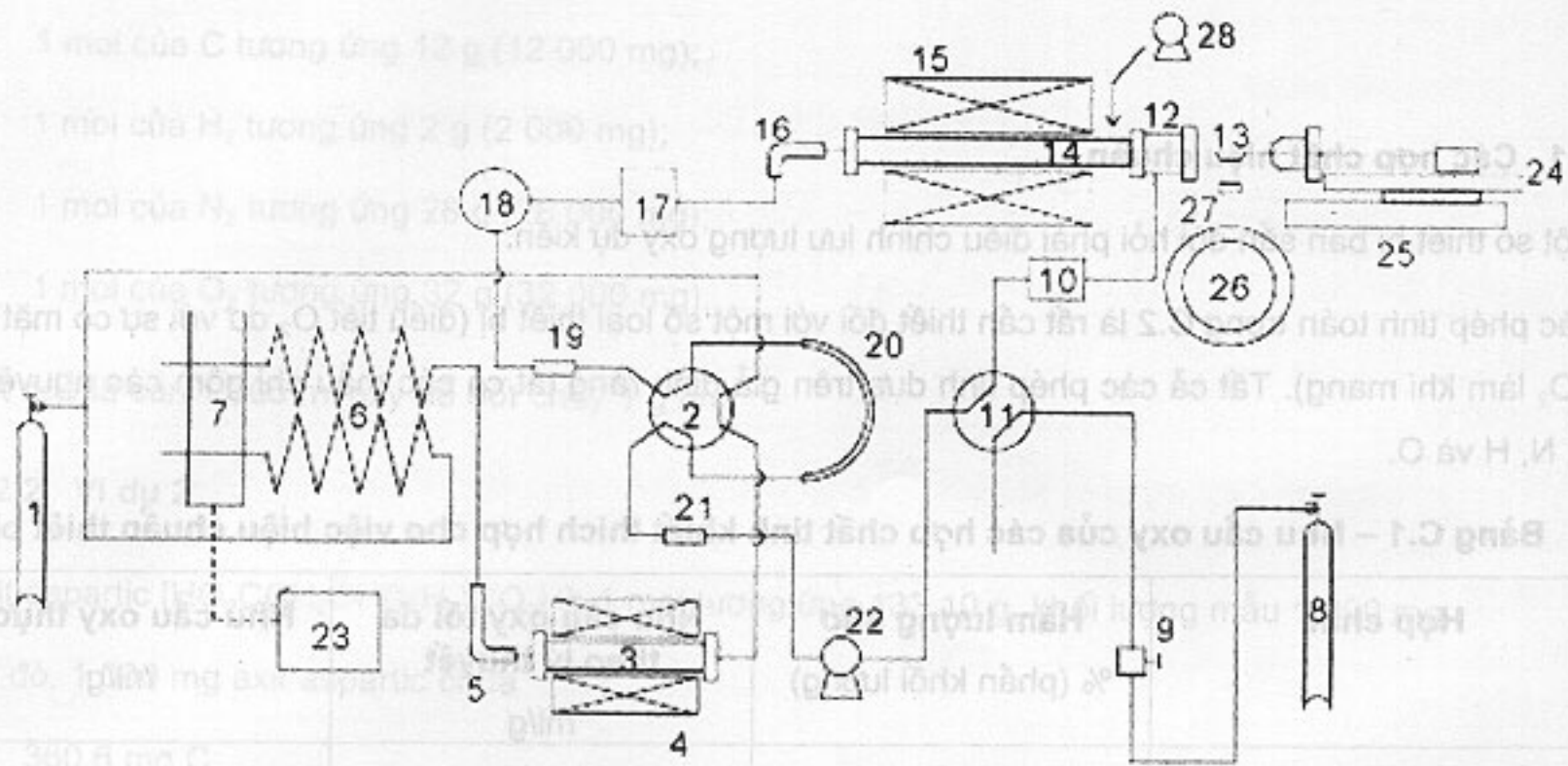
 bóng bạc

 dây đồng

 dây đồng có chất xúc tác platin

 chì cromat

Hình B.2 – Ví dụ 2 về thiết bị Dumas (Khí mang CO_2)



Chú giải

- | | |
|------------------------------|--|
| 1 ống khí heli | 15 lò phản ứng |
| 2 van điều chỉnh | 16 ống kiểm tra quá trình đốt |
| 3 ống khử | 17 bộ ngưng loại nước |
| 4 lò khử | 18 bộ trộn khí |
| 5 ống hấp thụ khí | 19 bộ lọc No.1 |
| 6 cột tách khí | 20 ống đồng |
| 7 detector dẫn nhiệt | 21 bộ lọc No.2 |
| 8 bình chứa oxy | 22 ống tuần hoàn |
| 9 bộ điều chỉnh dòng khí oxy | 23 bộ xử lý số liệu |
| 10 bộ đo lưu lượng khí | 24 khối vận hành bằng khí đẩy để đưa mẫu vào |
| 11 van | 25 khối vận hành bằng khí đẩy để đưa mẫu vào |
| 12 lối đưa mẫu vào | 26 khay chứa mẫu |
| 13 bộ nạp mẫu | 27 bộ nâng khay mẫu |
| 14 ống phản ứng | 28 bơm khí lạnh |

Hình B.3 - Ví dụ 3 về thiết bị Dumas (khí mang Heli)

Phụ lục C

(tham khảo)

Hiệu chuẩn thiết bị

C.1 Các hợp chất hiệu chuẩn

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

Các phép tính toán trong C.2 là rất cần thiết đối với một số loại thiết bị (điều tiết O₂ dư với sự có mặt của CO₂ làm khí mang). Tất cả các phép tính dựa trên giả định rằng tất cả các mẫu chỉ gồm các nguyên tố C, N, H và O.

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	10,53	800	631
Tyrosin	7,73	1 391	1 267
Axit glutamic	9,52	952	800
Phenylalanin	8,48	1 593	1 458
Axit etylendiamintetraaxetic	9,59	920	767
Axit hippuric	7,82	1 344	1 219

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

C.2.1 Ví dụ 1

Urê (H₂NCONH₂): 1 mol tương ứng với 60,06, 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.

Lượng oxy cần thiết cho việc đốt hoàn toàn urê về cacbon dioxit và nước đã bao gồm hàm lượng oxy của hợp chất và sau đây:

- a) thể tích mol của khí lý tưởng là 22,4 l (ở $T = 0^{\circ}\text{C}$ và $p = 0,1 \text{ MPa}$);
- b) 1 mol của C tương ứng 12 g (12 000 mg);
- c) 1 mol của H_2 tương ứng 2 g (2 000 mg);
- d) 1 mol của N_2 tương ứng 28 g (28 000 mg);
- e) 1 mol của O_2 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 [$\text{HO}_2\text{CCH}_2\text{CH}(\text{NH}_2)\text{CO}_2\text{H}$]: 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 urê về cacbon dioxit và nước, đã bao gồm hàm lượng oxy của hợp chất và sau đây:

- f) thể tích mol của khí lý tưởng là 22,4 l (ở $T = 0^{\circ}\text{C}$ và $p = 0,1 \text{ MPa}$);
- g) 1 mol của C tương ứng 12 g (12 000 mg);
- h) 1 mol của H_2 tương ứng 2 g (2 000 mg);
- i) 1 mol của N_2 tương ứng 28 g (28 000 mg);
- j) 1 mol của O_2 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)

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

Tên sản phẩm	Chuyển đổi nitơ thành protein		
	Tài liệu tham khảo [18]	Tài liệu tham khảo [34]	Tài liệu tham khảo [37]
Lúa mạch		5,68	5,83
Kiểu mạch		5,53	
Cùi dừa	5,3		5,30
Bột ngô	6,25		
Bột hạt bông	5,3		
Bột lanh		5,41	
Hạt kê	5,83	5,68	
Bột mù tạt		5,4	
Yến mạch		5,5	
Bột yến mạch			5,83
Bột lạc	5,46		
Bột hạt cải dầu		5,53	
Gạo (lứt, hạt dài)	5,95		
Gạo nghiền, gạo xát dối, gạo đỏ			5,95
Gạo lứt hoặc gạo lứt (chỉ bỏ trấu)			5,95
Gạo xát, gạo trắng			5,95
Bột lúa mạch đen		5,64	5,83
Bột rum	5,3		
Bột hạt rum (rang)	5,3		5,3
Hạt vừng khô	5,3		5,3
Bột đậu tương (rang)	5,71		
Đậu tương, hạt, bột hoặc sản phẩm của chúng			5,71
Bột hoa hướng dương	5,3		
Hạt hoa hướng dương (khô)	5,3		5,3
Triticale		5,76	
Lúa mì (cứng đỏ)	5,83	5,61 ^a	
Cám mì		5,26	6,31
Mầm lúa mì		5,45	
Bột lúa mì thô hoặc bột mịn			5,83

a Đối với thức ăn chăn nuôi hệ số chuyển đổi thường là 6,25

Phụ lục E

(tham khảo)

Các kết quả nghiên cứu cộng tác

E.1 Khái quát

Các giá trị giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập thu được từ các kết quả thử nghiệm liên phòng đã được thực hiện theo TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994) và TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994).

E.2 Các từ viết tắt

Trung bình: giá trị trung bình của hàm lượng nitơ tổng số của các mẫu (% khối lượng).

s_r : độ lệch chuẩn lặp lại (% khối lượng).

RSD(r): hệ số biến thiên lặp lại (% khối lượng).

r : giới hạn lặp lại ($2,8 s_r$).

s_R : độ lệch chuẩn tái lập (% khối lượng).

RSD(R): hệ số biến thiên tái lập (% khối lượng).

R : giới hạn tái lập ($2,8 s_R$).

E.3 Dữ liệu về độ chụm

Bảng E.1 – Thức ăn chăn nuôi

	Khẩu phần ăn cho lợn	Thức ăn gia súc	Thức ăn cho lợn vỗ béo	Thức ăn cho lợn	Thức ăn cho lợn choai	Thức ăn cho gia cầm	Hỗn hợp ngô và đậu nành	Thức ăn cho gà tây	Thức ăn cho chó	Protein đậm đặc	Thức ăn hỗn hợp	Thức ăn hàng ngày cho gia cầm	Thức ăn cho bò vỗ béo có NPN cao
Số lượng phòng thử nghiệm	9	10	9	10	9	9	9	10	10	10	30	9	9
Số lượng kết quả	9	20	9	20	9	18	9	20	20	20	150	9	9
Trung bình	1,74	1,87	2,15	2,43	2,51	3,22	3,26	4,18	4,64	6,73	9,05	9,8	13,1
s_r	0,023	0,021	0,022	0,023	0,029	0,027	0,041	0,035	0,030	0,022	0,73	0,43	0,37
RSD(r)	1,296	1,103	1,025	0,927	1,139	0,830	1,256	0,846	0,638	0,333	8,07	4,39	2,82
r	0,063	0,058	0,062	0,064	0,080	0,076	0,115	0,100	0,084	0,063	2,07	1,22	1,05
s_R	0,053	0,039	0,051	0,040	0,066	0,022	0,057	0,043	0,036	0,049	0,97	0,90	0,15
RSD(R)	3,311	2,083	2,357	1,652	2,628	0,694	1,734	1,019	0,765	0,732	10,72	9,18	1,15
R	0,161	0,111	0,142	0,114	0,184	0,063	0,158	0,120	0,100	0,140	2,75	2,55	0,43
Tài liệu tham khảo	[17]	a	[17]	a	[17]	a	[17]	a	a	a	[27]	[17]	[17]

a Nghiên cứu cộng tác đã được cơ quan Tiêu chuẩn quốc gia Pháp (AFNOR) thực hiện ở cấp quốc gia năm 1991.

Bảng E.2 – Thức ăn chăn nuôi – Các loại bột làm thức ăn chăn nuôi

	Thịt và bột xương	Bột cá	Bột gluten	Bột thịt	Bột lông	Bột huyết
Số lượng phòng thử nghiệm	9	30	10	10	9	9
Số lượng kết quả	9	150	20	20	9	9
Giá trị trung bình	8,6	9,2	10,38	13,55	13,67	14,07
s_r	0,38	0,088	0,046	0,050	0,047	0,026
RSD(r)	4,42	0,914	0,444	0,370	0,340	0,186
r	1,08	0,246	0,130	0,142	0,130	0,073
s_R	0,75	0,332	0,100	0,116	0,080	0,112
RSD(R)	8,72	3,609	0,958	0,856	0,583	0,798
R	2,13	0,930	0,282	0,328	0,223	0,314
Tài liệu tham khảo	[17]	a	a	a	[17]	[27]

a Nghiên cứu cộng tác đã được cơ quan Tiêu chuẩn quốc gia Pháp (AFNOR) thực hiện ở cấp quốc gia năm 1991.

Bảng E.3 – Hạt có dầu

	Cải dầu Canola	Cải dầu Canola	Đậu tương	Đậu tương	Đậu tương	Bột đậu tương	Bột đậu tương	Bột đậu tương	Bột đậu tương	Bột đậu tương	Bột đậu tương	Bột đậu tương	Hạt hoa hướng dương
Số lượng phòng thử nghiệm	9	9	9	9	9	12	13	13	13	14	14	13	9
Số lượng kết quả	18	18	18	18	18	24	26	26	26	28	28	26	18
Trung bình	3,34	3,73	5,58	5,65	6,56	7,91	7,95	7,97	8,01	8,04	8,04	8,09	2,96
s_r	0,032	0,034	0,087	0,041	0,063	0,024	0,018	0,038	0,026	0,024	0,035	0,024	0,113
RSD(r)	0,945	0,922	1,567	0,726	0,956	0,310	0,230	0,470	0,310	0,290	0,440	0,290	3,810
r	0,088	0,096	0,245	0,115	0,176	0,069	0,051	0,106	0,070	0,066	0,099	0,067	0,315
s_R	0,046	0,080	0,092	0,076	0,094	0,040	0,066	0,040	0,074	0,058	0,072	0,058	0,110
RSD(R)	1,367	2,147	1,655	1,346	1,427	0,510	0,830	0,500	0,930	0,720	0,900	0,700	3,704
R	0,128	0,224	0,258	0,213	0,262	0,112	0,186	0,112	0,208	0,162	0,202	0,160	0,307
Tài liệu tham khảo	[20]	[20]	[20]	[20]	[20]	[16]	[16]	[16]	[16]	[16]	[16]	[16]	[20]

Bảng E.4 – Bột của hạt có dầu

	Bột rum	Bột rum	Bột hạt cải	Bột hạt bông	Bột đậu tương	Bột hạt cải canola	Bột đậu tương	Bột đậu tương	Bột đậu tương	Bột lạc
Số lượng phòng thử nghiệm	23	24	10	24	24	23	9	10	24	24
Số lượng kết quả	45	47	20	92	47	45	9	20	91	91
Trung bình	3,32	3,34	5,41	6,62	7,13	7,21	7,30	7,42	7,88	8,25
s_r	0,050	0,040	0,052	0,060	0,040	0,030	0,039	0,071	0,050	0,030
RSD(r)	1,506	1,198	0,961	0,906	0,561	0,416	0,540	0,953	0,635	0,364
r	0,140	0,112	0,147	0,168	0,112	0,084	0,110	0,200	0,140	0,084
s_R	0,060	0,110	0,070	0,070	0,080	0,040	0,075	0,088	0,060	0,070
RSD(R)	1,807	3,293	1,297	1,057	1,122	0,555	1,031	1,182	0,761	0,848
R	0,168	0,308	0,199	0,196	0,224	0,112	0,211	0,248	0,168	0,196
Tài liệu tham khảo	[17]	[17]	a	[17]	[17]	[17]	[17]	a	[17]	[17]

a Nghiên cứu cộng tác đã được cơ quan Tiêu chuẩn quốc gia Pháp (AFNOR) thực hiện ở cấp quốc gia năm 1991.

Bảng E.5 – Hạt ngũ cốc và bột mì

	Lúa miến	Ngô	Ngô	Lúa mì	Bột mì	Bột mì	Bột mì	Lúa mì	Lúa mì	Bột mì	Lúa mì
Số lượng phòng thử nghiệm	9	9	9	10	17	17	17	9	9	17	9
Số lượng kết quả	18	18	18	20	85	85	85	18	18	85	18
Trung bình	1,42	1,43	1,46	1,78	1,95	2,14	2,23	2,33	2,37	2,76	3,05
s_r	0,037	0,016	0,051	0,024	0,007	0,011	0,011	0,037	0,030	0,016	0,025
RSD(r)	2,586	1,117	3,513	1,324	0,368	0,490	0,485	1,581	1,257	0,584	0,806
r	0,104	0,045	0,143	0,067	0,020	0,031	0,031	0,104	0,084	0,045	0,070
s_R	0,040	0,042	0,053	0,033	0,040	0,037	0,036	0,047	0,039	0,035	0,054
RSD(R)	2,811	2,905	3,622	1,838	2,030	1,743	1,621	2,035	1,629	1,272	1,785
R	0,112	0,118	0,148	0,092	0,112	0,104	0,101	0,132	0,109	0,098	0,151
Tài liệu tham khảo	[20]	[20]	[20]	a	[35]	[35]	[35]	[20]	[20]	[35]	[20]

a Nghiên cứu cộng tác đã được cơ quan Tiêu chuẩn quốc gia Pháp (AFNOR) thực hiện ở cấp quốc gia năm 1991.

Bảng E.6 – Lúa mạch

	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch	Lúa mạch
Số lượng phòng thử nghiệm	21	21	21	15	21	21	15	21	21	21	16	15	9
Số lượng kết quả	42	42	42	30	42	42	30	42	42	42	32	30	18
Trung bình	1,17	1,24	1,28	1,30	1,34	1,51	1,52	1,57	1,61	1,71	1,77	1,85	2,05
s_r	0,008	0,013	0,012	0,016	0,006	0,010	0,018	0,013	0,013	0,011	0,022	0,024	0,041
RSD(r)	0,681	1,045	0,940	1,231	0,447	0,664	1,184	0,829	0,808	0,644	1,246	1,297	2,015
r	0,022	0,036	0,034	0,045	0,017	0,028	0,050	0,036	0,036	0,031	0,062	0,067	0,116
s_R	0,024	0,025	0,023	0,037	0,030	0,029	0,033	0,025	0,024	0,021	0,049	0,049	0,063
RSD(R)	2,044	2,010	1,801	2,846	2,235	1,926	2,171	1,594	1,493	1,230	2,776	2,649	3,068
R	0,067	0,070	0,064	0,104	0,084	0,081	0,092	0,070	0,067	0,059	0,137	0,137	0,176
Tài liệu tham khảo	[21]	[21]	[21]	[28]	[21]	[21]	[28]	[21]	[21]	[21]	[28]	[28]	[20]

Bảng E.7 – Malt

	Malt	Malt	Malt	Malt	Malt	Malt	Malt	Malt	Malt	Malt	Malt	Malt
Số lượng phòng thử nghiệm	16	17	21	21	20	21	21	16	17	21	21	21
Số lượng kết quả	32	34	42	42	40	42	42	32	34	42	42	42
Trung bình	1,23	1,43	1,46	1,46	1,63	1,63	1,71	1,77	1,86	1,90	1,95	2,03
s_r	0,012	0,026	0,008	0,012	0,010	0,015	0,012	0,027	0,035	0,012	0,021	0,013
RSD(r)	0,975	1,825	0,550	0,823	0,614	0,920	0,703	1,530	1,882	0,632	1,075	0,642
r	0,034	0,073	0,022	0,034	0,028	0,042	0,034	0,076	0,098	0,034	0,059	0,036
s_R	0,033	0,048	0,024	0,025	0,020	0,021	0,019	0,039	0,044	0,022	0,030	0,024
RSD(R)	2,681	3,368	1,649	1,715	1,228	1,288	1,113	2,210	2,366	1,159	1,536	1,185
R	0,092	0,134	0,067	0,070	0,056	0,059	0,053	0,109	0,123	0,062	0,084	0,067
Tài liệu tham khảo	[28]	[28]	[21]	[21]	[21]	[21]	[21]	[28]	[28]	[21]	[21]	[21]

Bảng E.8 – Đậu đỗ

	Đậu tằm	Đậu Hà lan khô	Đậu Hà lan khô	Đậu Hà lan khô
Số lượng phòng thử nghiệm	10	9	10	9
Số lượng kết quả	20	18	20	18
Trung bình	4,41	3,27	3,48	4,36
s_r	0,064	0,007	0,025	0,039
RSD(r)	1,445	0,210	0,714	0,883
r	0,178	0,019	0,070	0,108
s_R	0,089	0,065	0,040	0,083
RSD(R)	2,020	1,994	1,158	1,897
R	0,249	0,183	0,114	0,232
Tài liệu tham khảo	b	b	a	b

a Nghiên cứu cộng tác đã được cơ quan Tiêu chuẩn quốc gia Pháp (AFNOR) thực hiện ở cấp quốc gia năm 1991.

b Nghiên cứu cộng tác đã được ủy ban Ngũ cốc Canada thực hiện ở cấp quốc tế năm 2001.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 542:1990, Oilseeds - Sampling
- [2] ISO 5500:1986, Oilseed residues - Sampling
- [3] ISO 1871:1975, Agricultural food products - General directions for the determination of nitrogen by the Kjeldahl method
- [4] 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.
- [5] 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.
- [6] ISO/FDIS 5983-1:2004, Animal feeding stuffs - Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content - Part 1: Kjeldahl method
- [7] ISO/FDIS 5983-2:2004, Animal feeding stuffs - Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content - Part 2: Block digestion/steam distillation method
- [8] ISO 6497:2002, Animal feeding stuffs - Sampling
- [9] ISO 13690:1999, Cereals, pulses and milled products — Sampling of static batches
- [10] ISO 14891:2002 | IDF 135:2002, Milk and milk products - Determination of nitrogen content - Routine method using combustion according to the Dumas principle
- [11] ISO/DIS 20483:2005, Cereals and pulses - Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content - Kjeldahl method
- [12] Crude Protein - Combustion Method. AACC Approved Methods, AACC Method 46.30, 2002, American Association of Cereal Chemists, St. Paul, MN.
- [13] Crude Protein in Cereal Grains and Oil Seeds. Official Methods of Analysis of AOAC International, AOAC Official Method 992.23, 2002 "AOAC International, Washington, DC
- [14] Nitrogen in Beer, Wort, and Brewing Grains; Protein (Total) by Calculation — Combustion Method. ASBCAOAC Method. Official Methods of Analysis of AOAC International, AOAC Official Method 997.09, 2002, AOAC International, Washington, DC
- [15] Protein (crude) in animal feed. Combustion Method. Official Methods of Analysis of AOAC International, AOAC Official Method 990.03, 2002, AOAC International, Washington, DC
- [16] Combustion method for determination of crude protein in soybean meal. Official Methods and Recommended Practices of the AOCS, ed. D. E. Firestone. AOCS Official Method Ba 4f-00, 1997, AOCS Press, Champaign IL

- [17] Generic combustion method for determination of crude protein. Official Methods and Recommended Practices of the AOCS, ed. D.E.Firestone. AOCS Official Method Ba 4e-93,1997, AOCS Press, Champaign IL.
- [18] Nitrogen-ammonia-protein modified Kjeldahl method titanium oxide + copper sulfate catalyst. Official Methods and Recommended Practices of the AOCS, ed. D. E. Firestone. AOCS Official Method Ba Ai 4-91, 1997, AOCS Press, Champaign IL
- [19] BERNER, D. L. and BROWN, J., Protein nitrogen combustion method collaborative study I. Comparison with Smalley total Kjeldahl nitrogen and combustion results. J. Amer. Oil Chem. Soc., 71, no. 11, 1994, pp. 1291-93
- [20] BICSAK, R. C., Comparison of Kjeldahl Method for Determination of Crude Protein in Cereal Grains and Oilseeds with Generic Combustion Method - Collaborative Study. J. AOAC International, 76, no. 4, 1993, pp. 780-786
- [21] BUCKEE, G. K., Determination of total nitrogen in barley, malt and beer by Kjeldahl procedures and the Dumas combustion method - collaborative trial. J. Inst. Brew., 100, no. 2, 1994, pp. 57-64
- [22] DAUN, J. K. and DECLERCQ, D. R., Comparison of combustion and Kjeldahl methods for determination of nitrogen in oilseeds. J. Amer. Oil Chem. Soc., 71, 1994, pp. 1068-72
- [23] DONHAUSER, S.; GEIGER, E.; and BRIEM, F., Automatische Stickstoffbestimmung mittels Verbrennungsmethode. Brauwelt, no. 10/11, 1992, pp. 400-402
- [24] ELLEN, G. and MAHULETTE, G.G., Stikstofbepaling in zuivelproducten: Dumas ovenaart Kjeldahl. Voedingsmiddelen- technologie, 30(3), 1997, pp. 25-29
- [25] ETHERIDGE, R. D.; PESTI G. M. and FOSTER, E. H., A comparison of nitrogen values obtained utilizing the Kjeldahl nitrogen and Dumas combustion methodologies (Leco CNS 2000) on samples typical of an animal nutrition analytical laboratory. Animal Feed Sci. Technol., 73, 1998, pp. 21-28
- [26] FOSTER, A., Alternative method for analysis of total protein using the nitrogen determinator. J. Amer. Soc. Brew. Chem., 47, no. 2, 1989, pp. 42-43
- [27] FRISTER, H.; FEIER, U. and GOETSCH, P.-H., Direct determination of nitrogen content by Dumas analysis; Interlaboratory study on precision characteristics. AOAC International - Europe Section 4th International Symposium, Nyon, Switzerland, 1994
- [28] JOHANSSON, C.-G, Determination of total nitrogen in barley and malt by combustion method. Collaborative trial. Monatsschrift Für Brauwissenschaft, 11/12, 1996, p. 326
- [29] KINGBRINK, M. and SEBRANEK, J. G., Combustion Method for Determination of Crude Protein in Meat and Meat Products - Collaborative Study. J. AOAC International, 76, no. 4, 1993, pp. 787-93
- [30] REVESZ, R. N. and AKER, N., Automated determination of protein-nitrogen in cereals and grains. J. AOAC International, 60, no. 6, 1977, pp. 1238-42

- [31] SCHUSTER, M.; MORWARID M. and SATTES H., Dumas combustion method for determination of protein content in feed. VDLUFA-Schriftenr., 33, 1991, pp. 526-31
- [32] 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
- [33] SWEEMEY, R.A., Generic combustion method for determination of crude protein in feeds: Collaborative Study. J. AOAC International, 72, no. 5, 1989, pp. 770-774
- [34] TKACHUK, R., Nitrogen-to-protein conversion factors for cereals and oilseed meals. Cereal Chem., 46(4), 1969, pp. 419-423
- [35] WINKLER, R.; BOTTERBRODT S.; RABE E. and LINDHAUER M. G., Stickstoff-Proteinbestimmung mit der Dumas-Method in Getreide und Getreideprodukten. Get. Mehl Brot, 54, no. 2, 2000, pp. 86-91
- [36] ICC-Standard Nr. 167: Determination of crude protein in grain and grain products for food and feed by the Dumas Combustion Principle
- [37] Energy and protein requirements. Technical Report No. 522, Ad Hoc Expert Committee. Rome: FAO/WHO, 1973
- [38] BELLOMONTE, G., COSTANTINI, A. and GIAMMARIOLI, S. Comparison of modified automatic Dumas method and the traditional Kjeldahl method for nitrogen determination in infant food. J. of the Association of Official Analytical Chem., 70 (2), 1987, pp. 227-9
- [39] JUNG, S., RICKERT, D.A., DEAK, N.A., ALDIN, E.D., RECKNOR, J., JOHNSON, L.A. and MURPHY, P.A., Comparison of Kjeldahl and Dumas methods for determining protein contents of soybean products. J. Amer. Oil Chem. Soc., 80(12), 2003, pp.1169-73
- [40] SCHMITTER, BM. and RIHS, T., Evaluation of a macrocombustion method for total nitrogen determination in feedstuffs. J. Agric. Food Chem., 37, 1989, pp. 992-4
- [41] SIMONNE, A.H., SIMONNE, E.H., EITENMILLER, RR., MILLS, HA. and CRESMANN, III CP., Could the Dumas method replace the Kjeldahl digestion for nitrogen and crude protein determinations in foods? J. Sci. Food Agric., 73, 1997, pp. 39-45
- [42] SWEENEY, RA. and REXROAD, PR., Comparison of LECO FP-228 Nitrogen Determinator with AOAC copper catalyst Kjeldahl method for crude protein. J. AOAC International, 70(6) 1987, pp. 1028-30
- [43] WILES, PG., GRAY, I.K., and KISSLING, RC., Routine analysis of proteins by Kjeldahl and Dumas Methods: Review and interlaboratory study using dairy products. J. AOAC International, 81(3), 1998, pp. 620-31.