

---

---

**Продукты пищевые. Определение  
общего содержания азота путем  
сжигания согласно принципу Дюма и  
расчет содержания общего белка.**

Часть 2.

**Зерновые, бобовые и молотые  
зерновые продукты**

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

[https://standards.iteh.ai/Part 2: Cereals, pulses and milled cereal products id-88698453cf72/iso-ts-16634-2-2009](https://standards.iteh.ai/Part%202%3A%20Cereals%2C%20pulses%20and%20milled%20cereal%20products/id-88698453cf72/iso-ts-16634-2-2009)

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO/TS 16634-2:2009(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 16634-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5497a6a9-a24e-4906-baad-88698453cf72/iso-ts-16634-2-2009>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 734 09 47  
E-mail copyright @ iso.org

Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
Введение .....	v
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Сущность метода .....	2
5 Реактивы .....	2
6 Аппаратура .....	3
7 Отбор проб .....	3
8 Подготовка образца для испытания .....	3
9 Проведение испытания .....	4
9.1 Общие положения .....	4
9.2 Образец для анализа .....	4
9.3 Контроль подачи кислорода .....	4
9.4 Калибровка .....	5
9.5 Определение .....	5
9.6 Обнаружение и интегрирование .....	6
10 Расчет и обработка результатов .....	6
10.1 Расчет .....	6
10.2 Выражение результатов .....	6
11 Прецизионность .....	7
11.1 Межлабораторные испытания .....	7
11.2 Повторяемость .....	7
11.3 Воспроизводимость .....	7
11.4 Критическая разность .....	7
11.5 Неопределенность .....	8
12 Протокол испытания .....	8
Приложение А (информативное) Последовательность операция на аппарате Дюма .....	9
Приложение В (информативное) Схематические диаграммы подходящих типов аппаратов Дюма .....	10
Приложение С (информативное) Калибровка оборудование .....	13
Приложение D (информативное) Примеры коэффициентов преобразования содержания азота в содержание белка .....	15
Приложение E (информативное) Результаты межлабораторных испытаний .....	16
Библиография .....	23

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Для опубликования их в качестве международного стандарта требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

При других обстоятельствах, особенно при наличии настоятельных требований рынка, технический комитет может решить опубликовать другие типы нормативных документов:

- общедоступные технические условия ISO (ISO/PAS), представляющие собой соглашение между техническими экспертами рабочей группы ISO, и публикуемые при условии получения одобрения более чем 50% голосов членов головного технического комитета, принимавших участие в голосовании;
- технические условия ISO (ISO/TS), представляющие собой соглашение между членами технического комитета и публикуемые при условии утверждения 2/3 голосов членов комитета, принимавших участие в голосовании.

Документы ISO/PAS или ISO/TS пересматриваются через три года с целью принятия решения либо о продлении их действия на следующие три года, либо о пересмотре и публикации в качестве международного стандарта, либо прекращении действия. Если принимается решение о продлении действия ISO/PAS и ISO/TS, они должны быть пересмотрены через следующие три года, когда они должны быть либо преобразованы в международный стандарт, либо отменены.

Следует учитывать возможность того, что некоторые элементы настоящего документа могут быть предметом патентного права. ISO не несет ответственности за идентификацию любого из таких патентных прав.

ISO/TS 16634-2 был подготовлен Европейским комитетом по стандартизации (CEN) совместно с Техническим комитетом ISO TC 34, *Пищевые продукты*, в соответствии с Соглашением о техническом сотрудничестве между ISO и CEN (Венское Соглашение).

ISO 16634 состоит из следующих частей под общим названием *Продукты пищевые. Определение содержания общего азота путем сжигания по принципу Дюма и расчет содержания общего белка*:

- *Часть 1. Семена масличных культур и корма для животных*
- *Часть 2. Зерновые, бобовые и молотые зерновые продукты [Технические условия]*

## Введение

Долгое время метод Кьельдаля был самым широко используемым методом определения содержания белка в пищевых продуктах. Однако, в последние годы метод Кьельдаля все чаще заменяют методом Дюма, который является более быстрым методом и не использует опасные химические вещества. Хотя принципы этих двух методов различны, оба они предназначены для измерения содержания азота в пищевых продуктах. Содержание азота можно преобразовать в содержание белка, используя подходящий коэффициент. Значение этого коэффициента изменяется в зависимости от относительного содержания различных белков и их аминокислотного состава в данном продукте.

Метод Дюма и метод Кьельдаля не делают различий между протеиновым и непротеиновым азотом. В большинстве случаев результаты, полученные методом Дюма, немного выше результатов, полученных методом Кьельдаля. Это происходит потому, что метод Дюма измеряет почти весь непротеиновый азот, тогда как метод Кьельдаля измеряет только его часть.

Принимая во внимание тот факт, что содержание белка в продукте, рассчитанное обоими методами, только приближено к истинному значению, выбор метода дается на усмотрение заинтересованных сторон. Наиболее подходящим решением должно быть использование второго коэффициента для устранения систематической погрешности, вызываемой содержанием непротеинового азота в различных продуктах. Однако этот второй коэффициент необходимо определять для каждого продукта, как существующие коэффициенты, которые показывают отношение содержания белка к содержанию азота.

(standards.iteh.ai)

ISO/TS 16634-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5497a6a9-a24e-4906-baad-88698453cf72/iso-ts-16634-2-2009>



# Продукты пищевые. Определение общего содержания азота путем сжигания согласно принципу Дюма и расчет содержания общего белка.

## Часть 2.

## Зерновые, бобовые и молотые зерновые продукты

### 1 Область применения

Настоящая часть ISO 16634 устанавливает метод определения общего содержания азота и расчета содержания общего белка в зерновых, бобовых и молотых зерновых продуктах.

Настоящий метод, как и метод Кьельдаля (см. Ссылки [1] и [6]), не делает различий между протеиновым азотом и непротеиновым азотом. Для расчета содержания белка используются различные коэффициенты преобразования (см. Приложение D).

### 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения данного документа. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание указанного документа (включая все изменения).

ISO 712, *Зерно и зерновые продукты. Определение содержания влаги. Стандартный метод*

ISO 6540, *Кукуруза. Определение содержания влаги (в целых зернах и муке)*

ISO 24557, *Бобовые. Определение содержания влаги. Метод с применением сушильной печи*

### 3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

#### 3.1

##### **содержание азота** **nitrogen content**

массовая доля общего азота, определенного по методике, установленной в данной части ISO 16634

ПРИМЕЧАНИЕ Массовая доля выражается в процентах.

#### 3.2

##### **содержание общего белка** **crude protein content**

**содержание азота** (3.1), умноженное на коэффициент, составляющий обычно 5,7 для пшеницы, ржи и муки из них, и 6,25 для других продуктов, подпадающих под данную часть ISO 16634

ПРИМЕЧАНИЕ Коэффициенты для расчета общего белка по общему содержанию азота выводятся из метода Кьельдаля, который является стандартным методом для определения общего содержания азота. Поскольку метод, установленный в данной части ISO 16634, использует такие же коэффициенты, что и метод Кьельдаля, достоверность этих коэффициентов необходимо проверить ввиду небольшого различия в результатах, полученных методом Кьельдаля и методом Дюма.

## 4 Сущность метода

Пробы превращают в газы нагреванием в трубке для сжигания. Мешающие компоненты удаляют из полученной газовой смеси. Соединения азота в газовой смеси или репрезентативную часть их, преобразуют в молекулярный азот, который определяют количественно с помощью детектора по теплопроводности. Содержание азота затем рассчитывают с помощью микропроцессора.

## 5 Реактивы

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты или равноценные, установленные изготовителями прибора. За исключением стандартных образцов (см. 5.12), все реактивы должны быть свободны от азота.

**5.1 Газ(ы) –носитель(и):** используют 5.1.1 или 5.1.2.

**5.1.1 Диоксид углерода**, максимально чистый, минимальная чистота  $\text{CO}_2$  должна составлять 99,99 % по объему.

**5.1.2 Гелий**, максимально чистый, минимальная чистота He должна составлять 99,99 % по объему.

**5.2 Кислород**, максимально чистый, минимальная чистота  $\text{O}_2$  должна составлять 99,99 % по объему.

**5.3 Абсорбент диоксида серы и галогенов**, для удаления серы из пробы [например, хромат свинца ( $\text{PbCrO}_4$ ) или стальная вата].

**5.4 Катализатор оксид меди/ платина** для трубки дожигания.

Платиновый катализатор [5 % Pt на оксиде алюминия ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )] смешивают с  $\text{CuO}$  в соотношении 1 часть на 7 частей или 1 часть на 8 частей в соответствии с рекомендациями изготовителя.

Чтобы предотвратить разделение как результат различной насыпной плотности двух материалов, рекомендуется не готовить смесь перед наполнением трубки, а засыпать платиновый катализатор и оксид меди одновременно в трубку дожигания через подходящую воронку.

**5.5 Серебряная или медная вата.**

Перед помещением в трубку дожигания или восстановительную трубку вату необходимо распушить.

**5.6 Диоксид кремния (кварц) или стекловата или хлопковая вата**, в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора.

**5.7 Медь или вольфрам (проволока, стружка, опилки или порошок)**, для восстановительной трубки.

Применение меди или вольфрама в одной из указанных форм может повысить прецизионность аналитических результатов для проб с низким содержанием азота (порядка 1 % по массе).

**5.8 Пентоксид фосфора ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ) или гранулированный перхлорат магния [ $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ ]**, или другое подходящее осушающее вещество для наполнения сушильных трубок.

**5.9 Полые корундовые шары или гранулы оксида алюминия**, для трубки для сжигания.

**5.10 Оксид меди ( $\text{CuO}$ )**, как наполнитель для трубки для сжигания.

**5.11 Гидроксид натрия ( $\text{NaOH}$ )**, на подложке.

**5.12 Аспаргиновая кислота ( $\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$ ) или этилендиаминтетрауксусная кислота ( $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$ ) или глутаминовая кислота ( $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$ ) или гиппуровая кислота ( $\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_3$ ) как стандартный образец**, или другие подходящие стандартные образцы с известным постоянным аттестованным содержанием азота.



Минимальный выход должен предпочтительно составлять 99 % по массе.

**5.13 Светлая нефть**, с интервалом кипения от 30 °С до 60 °С, или **ацетон** или **этанол**.

## 6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее:

**6.1 Аналитические весы**, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,000 1 г.

**6.2 Измельчитель**, в соответствии с характером пробы.

**6.3 Сито**, с номинальным размером отверстий 800 мкм или 1 мм, изготовленное из материалов, кроме черных металлов.

**6.4 Тигли** (например, из нержавеющей стали, кварца, керамики или платины) или **оловянные капсулы** или **не содержащая азот фильтровальная бумага**, подходящая для используемого аппарата Дюма.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 В продаже имеются приборы, оснащенные автоматическим пробоотборником.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Некоторые твердые пробы (например, порошки) можно прессовать в таблетки.

**6.5 Аппарат Дюма**<sup>1)</sup>, оснащенный печкой, в которой можно поддерживать температуру равную или выше 850 °С, с детектором теплопроводности и подходящим устройством для интегрирования сигнала.

Подходящий аппарат Дюма работает в соответствии с общей диаграммой, представленной в Приложении А, хотя могут быть использованы разные компоненты.

ПРИМЕЧАНИЕ Схематические диаграммы трех имеющихся в продаже приборов приведены в качестве примеров на Рисунках В.1, В.2 и В.3.

Чтобы избежать утечек необходимо слегка смазать уплотнительные кольца высоковакуумной смазкой перед установкой.

Опыт показывает, что большое значение имеет тщательная очистка всех частей кварцевой и стеклянной посуды и удаление всех следов пальцев с трубок с помощью подходящего растворителя (например, ацетона), прежде чем поместить им в печь.

## 7 Отбор проб

Рекомендуется направлять в лабораторию представительную пробу. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортирования и хранения.

Отбор проб не является частью данного метода, установленного в настоящей части ISO 16634. Рекомендованные методы отбора проб приведены в ISO 24333 <sup>[7]</sup> для зерна и зерновых продуктов.

## 8 Подготовка образца для испытания

Образец для испытания должен быть приготовлен из лабораторной пробы таким образом, чтобы получить гомогенный образец для испытания.

---

1) Компании *Elementar Analysensysteme*, *Sumika Chemical Analysis Service* и *LECO Instruments* выпускает подходящее оборудование, поступающее в продажу. Эта информация дается для удобства пользователя данных Технических условий и не указывает на предпочтение, оказываемое ISO этому оборудованию. Можно использовать аналогичную продукцию, при условии получения аналогичных результатов.

Используют подходящий измельчитель (6.2), измельчают лабораторную пробу. Обычно пропускают измельченный материал через сито (6.3) с номинальным размером отверстий 800 мкм для проб небольшого объема (до 300 мг) или сито с номинальным размером отверстий 1 мм для проб большего объема (300 мг и выше). Мельницы, которые дают продукт, удовлетворяющий условиям, приведенным в Таблице 1, дают приемлемые результаты.

Таблица 1 — Требуемый размер частиц

Номинальный размер отверстий сита мкм	Проход через сито % по массе
710	100
500	От 95 до 100
200	85 или меньше

Измельчение может сопровождаться потерей влаги, поэтому содержание влаги в измельченной пробе предпочтительно определять также после измельчения, перед расчетом содержания азота или белка на основе сухого вещества или постоянного содержания влаги. Определение влагосодержания должно осуществляться в соответствии с ISO 712 для зерновых кроме кукурузы, ISO 6540 для кукурузы и ISO 24557 бобовых.

Эффективность измельчителя можно проверить повторным приготовлением измельченных образцов смеси 2+1 зерен кукурузы и сои. Ожидаемый коэффициент вариации должен быть меньше 2 % по массе.

## 9 Проведение испытания

### 9.1 Общие положения

Строго следуют инструкциям изготовителя при установке параметров прибора, оптимизации, калибровке и эксплуатации. Включают прибор и дают стабилизироваться в соответствии с указаниями по отдельным методам.

Испытание рабочих характеристик прибора рекомендуется выполнять ежедневно, используя стандартный образец (5.12). Возврат азота должно быть > 99,0 % по массе.

### 9.2 Образец для анализа

Взвешивают с точностью до 0,000 1 г, не менее 0,1 г испытуемой пробы и помещают в тигель или оловянную капсулу или не содержащую азота фильтровальную бумагу (6.4). Для проб с низким содержанием протеина (< 1 % по массе), размер образца для анализа можно увеличить до 3,5 г, в зависимости от типа прибора Дюма и свойств пробы.

В зависимости от типа используемого оборудования, если проба содержит 17 % по массе влаги, может потребовать сушка пробы перед анализом.

Могут потребовать меньшие массы для проб с очень высоким содержанием белка или в случае наличия очень малого количества материала для испытания. В случае массы образца менее 0,1 г, необходимо выполнить второе определение (валидацию).

### 9.3 Контроль подачи кислорода

Контроль подачи кислорода, в частности скорость потока, должен осуществляться в соответствии с инструкциями поставщика материала.

На каждую серию определения содержания азота проводят максимальное количество контрольных опытов, чтобы стабилизировать оборудование, используя для каждой серии эквивалентную массу сахарозы вместо образца для анализа. Контрольный опыт с сахарозой дает количество азота, вводимого в форме атмосферного воздуха, захватываемого органическим порошкообразным материалом. Среднее значение контрольных определений используют в качестве поправки на погрешность при калибровке в содержание азота в каждой пробе.

#### 9.4 Калибровка

Для длительной калибровки прибора используют чистые соединения с известным постоянным содержанием азота, например, аспарагиновую кислоту (см. 5.12), в качестве стандартного образца. Анализируют три чистых соединения в двух параллельных определениях, каждое соединение берут в трех вариантах по количеству, как функции диапазона измерения для реальных проб.

Чтобы построить калибровочную кривую, выполняют не менее пяти определений с различными количествами одного и того же соединения, выбирая параметры (количество и тип соединения) для применения, таким образом, чтобы полученная кривая охватывала диапазон содержания азота в анализируемых пробах.

Если анализируемый образец содержит более 200 мг азота, калибровочная кривая скорее всего будет нелинейной. На нелинейном участке короткие сегменты нельзя использовать для калибровки. Чтобы обеспечить надежность калибровочной кривой на этих сегментах, количество стандартного образца необходимо увеличить поэтапно от 1 мг до 5 мг азота на каждом сегменте.

Калибровку можно также выполнить с помощью стандартных водных растворов.

Проверяют калибровку не менее трех раз в начале серии анализов и после каждых 15 - 25 образцов, анализируя либо один из стандартных образцов (см. 5.12), либо образец с известным значением. Значение, полученное для массовой доли азота, должно отличаться менее чем на 0,05 % от ожидаемого значения. В противном случае повторяют проверку калибровки после проверки рабочих характеристик прибора.

ISO/TS 16634-2:2009

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5497a6a9-a24e-4906-baad-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5497a6a9-a24e-4906-baad-88698453cf72/iso-ts-16634-2-2009)

88698453cf72/iso-ts-16634-2-2009

#### 9.5 Определение

После стабилизации прибора вводят образец для анализа в соответствии с инструкциями изготовителя.

В ходе анализа в приборе происходят следующие процессы (см. Рисунок В.1, В.2 или В.3).

Анализируемый образец количественно сжигают в стандартных условиях при температуре не менее 850 °С, в зависимости от прибора и анализируемого материала.

Летучие продукты разложения (главным образом, молекулярный азот, оксиды азота, диоксид углерода и водяной пар) проводятся газом-носителем (см. 5.1) через прибор.

Оксиды азота восстанавливаются до молекулярного азота, а избыток кислорода связывается медью или вольфрамом (5.7) в восстановительной колонне.

Вода удаляется осушительными трубками, наполненными перхлоратом магния, пентоксидом фосфора или другим осушающим веществом (см. 5.8). Если в качестве газа-носителя используется диоксид углерода (см. 5.1.1), он удаляется посредством пропускания на соответствующим абсорбентом, например, гидроксидом натрия(5.11) на подходящей подложке.

Мешающие соединения (например, летучие соединения галогенов и серы) удаляются абсорбентами (5.3) или химическим реактивами, например, серебряной ватой (5.5) или гидроксидом натрия (5.11) на подходящей подложке.

Оставшаяся газовая смесь, состоящая из азота и газа-носителя, проходит через детектор по теплопроводности.

## 9.6 Обнаружение и интегрирование

Для количественного определения азота прибор использует чувствительный элемент по теплопроводности, оптимизированный для используемого газа-носителя, который может оснащаться автоматической настройкой нуля между измерениями последовательной серии образцов. После усиления и аналогового/цифрового преобразования сигнала детектора полученные данные обрабатываются периферийным оборудованием микропроцессора.

## 10 Расчет и обработка результатов

### 10.1 Расчет

#### 10.1.1 Содержание азота

Результаты по общему содержанию азота,  $w_N$ , выраженные в процентах по массе, прибор обычно выводит на печатающее устройство.

#### 10.1.2 Содержание общего белка

Поправочный коэффициент,  $F_c$ , получают из Формулы (1):

$$F_c = \frac{100 - w_{H_2O,1}}{100 - w_{H_2O,2}} \quad (1)$$

где

$w_{H_2O,1}$  массовая доля влаги, выраженная в процентах, до измельчения;

$w_{H_2O,2}$  массовая доля влаги, выраженная в процентах, после измельчения.

Содержание общего белка,  $w_p$ , выраженное в процентах по массе, получают из Формулы (2):

$$w_p = w_N F F_c \quad (2)$$

где

$w_N$  содержание азота, выраженное в процентах по массе, пробы при естественном содержании в ней влаги;

$F$  обычно согласованный коэффициент преобразования для анализируемого продукта, равный 5,7 для пшеницы, ржи и молотых продуктов из них, и 6,25 для других продуктов, подпадающих под действие данной части ISO 16634 (см. Приложение D).

Если требуется, можно рассчитать содержание общего белка, выраженное в процентах по массе от сухого вещества,  $w_{pd}$ , по Формуле (3):

$$w_{pd} = \frac{100 w_p}{100 - w_{H_2O}} \quad (3)$$

где  $w_{H_2O}$  содержание влаги, выраженное в процентах по массе, определенное в соответствии с ISO 712, ISO 6540 или ISO 24557.

### 10.2 Выражение результатов

Результат выражают до трех значащих цифр (например, 9,53 % или 20,5 % или 35,4 %).