

FOSS

Порівняння методів К'єльдаля та Дюма для визначення сирого протеїну

ANALYTICS BEYOND MEASURE



Порівняння методів К'ельдаля та Дюма для визначення сирого протеїну

Швидкість та зручність Дюма роблять цей метод очевидним для аналізу білка в завантаженій зразками лабораторії, в той час, К'ельдаль залишається визнаним референтним методом.

Короткий огляд основних відмінностей:

- Метод К'ельдаля заснований на «мокрій хімії», час аналізу займає близько 90 хвилин. Дюма заснований на методі спалювання в потоці кисню з набагато коротшим часом аналізу, що складає близько 3-5 хвилин
- Різниця у відновленні нітрогену. Дюма дає дещо вищі значення білка, а ніж метод К'ельдаля за рахунок врахування неорганічного нітрогену;
- Метод К'ельдаля дозволяє використовувати більшу наважку, що робить його привабливішим вибором для аналізу складних зразків з низьким вмістом нітрогену;
- Оскільки метод Дюма вимагає більш складнішого налаштування його бажано використовувати для рутинних аналізів з типовими зразками, наприклад корми. Простота методу К'ельдаля дозволяє швидко налаштуватись для тестування різних типів зразків;
- Визначення білка за К'ельдалем є офіційним методом для контролю продуктів харчування та кормів у відповідності до стандартів ЄС, що до сьогодні використовується у якості референтного методу.

Давайте трохи докладніше розглянемо кожне з перерахованих вище тверджень, а потім обговоримо, який з методів обрати.

Порівняння методів

Дюма — це метод спалювання, який визначає загальний вміст нітрогену в органічній речовині. Зразок спалюється при високій температурі в атмосфері чистого кисню. Завдяки ефективному відновленню оксидів нітрогену, що утворюються при згорянні, кількісно перетворюються у відновлений N₂. Інші летючі продукти згорання, такі як вода, сірка і вуглекислий газ вловлюються сорбентами. Детектор теплопровідності вимірює відновлені молекули N₂. Результати наводяться у вигляді % нітрогену або % білка шляхом перетворення нітрогену в білок з використанням коефіцієнтів перерахунку.

В методі Дюма додаткові хімічні кислоти/луги не використовуються. Час аналізу складає близько 3-5 хвилин. Високоавтоматизований автосамплер приладу Dumatec8000 дозволяє операторам звільнити свій час для іншої роботи на період аналізу.

К'ельдаль — це метод кількісного визначення органічного нітрогену. Він використовує ряд стадій відновлення і окислення: мінералізація, дистиляція і титрування. З них початкова процедура мінералізації є найбільш важливим і складним етапом. Як і в разі Дюма, результати наводяться у вигляді % нітрогену або % білка за коефіцієнтами перетворення. Використовуються додаткові хімічні речовини, в тому числі кипляча сірчана кислота, яка створює проблеми безпеки та утилізації токсичного пару.

Однак, розроблені процедури по автоматизації роблять метод безпечним і керованим, включаючи ефективну нейтралізацію парів з мінімальним втручанням оператора.

Питання про відновлення нітрогену

Це факт, що Дюма часто дає більш високі значення білка, ніж К'ельдаль. Це пов'язано з тим, що метод Дюма визначає загальний нітроген, включаючи неорганічні фракції, такі як нітрити і нітрата, а метод К'ельдаля - тільки органічний нітроген та аміак.

Кілька порівняльних досліджень виявили різницю, наприклад, дослідження проведене AAFCO (Американська асоціація представників з контролю за кормами). У таблиці нижче наведені результати для деяких зразків корму. Були обрані значення для еталонного методу AOAC 2001.11. Як видно, стандартні відхилення отриманих результатів (в дужках) можна порівняти, де метод Дюма призводить до більш високих значень.

Коротко про К'ельдаль

- У 2009 році Європейська комісія затвердила метод К'ельдаля в якості офіційного методу контролю харчових продуктів і кормів.
- Визначає нітроген на основі органічного нітрогену і аміаку.
- Метод «мокрої хімії» був винайдений Йоханом К'ельдалем в лабораторіях Карлсберга в далекому 1883 році, хоча сучасні розчини К'ельдаля вдосконалені для обробки партій зразків, що дозволяє обробляти до 20 зразків одночасно
- Розмір зразка не обмежений, що робить його придатним для аналізу складних типів зразків, таких як ґрунт та молочні продукти

Порівняння значень сирого білка, отриманих із зразків для перевірки за методом AAFCO

| Зразок | Тип | К'єльдадь | Дюма |
|--------------|------------------|--------------|--------------|
| AAFCO 200921 | Курка | 17,29 (0,15) | 17,64 (0,33) |
| AAFCO 200922 | Свинина | 23,94 (0,33) | 24,51 (0,39) |
| AAFCO 200923 | Харчові продукти | 12,30 (0,52) | 12,51 (0,65) |

Більш детальна інформація про це дослідження включена в цей технічний документ:

Дюма або К'єльдадь для аналізу?

Для обох методів було визначено загальний коефіцієнт перерахунку (6.25). Це пов'язано з тим, що сирий білок містить 16% нітрогену: $100/16 = 6.25$. Є деякі помітні винятки:

- % Білка в пшениці $N \times 5.70$
- % Білка в молочних продуктах $N \times 6.38$

Подальші офіційні рекомендації по коефіцієнту перерахунку від W. H. O.* & F. A. O** полягають в наступному:

| | |
|----------------------------|------|
| Пшениця (Цільна) | 5.83 |
| Пшеничне борошно, макарони | 5.70 |
| Пшеничні висівки | 6.31 |
| Рис (всі сорти) | 5.95 |
| Ячмінь, овес, жито | 5.83 |
| Арахіс, бразильські горіхи | 5.46 |
| Соя | 5.71 |
| Кокоси, каштани | 5.30 |
| Мигдаль | 5.18 |
| Кунжут, сафлор, соняшник | 5.30 |

*Всесвітня організація охорони здоров'я

** Продовольча та сільськогосподарська організація Сполучених Штатів

Тип зразка і концентрація білка

Обговорення питання про аналіз нітрогену вище, природно, призводить до очевидних міркувань про деякі типи проб.

К'єльдадь більш точний для зразків харчових продуктів та кормів з дуже високою або дуже низькою концентрацією білка, тому що він визначає тільки органічний нітроген та аміак.

Ще одним міркуванням є можливість створення репрезентативного зразка. Дюма використовує невеликий розмір зразка з максимумом 1 грам, в той час як К'єльдадь може використовувати розмір зразка до 10 грамів. За рахунок підготовки зразка можна отримати репрезентативний малий зразок для Дюма, наприклад, неоднорідний тип зразка такий як м'ясо можна ефектно підготувати для аналізу Дюма до мінімального 200 мг використовуючи охолоджуваний водою подрібнювач (млин) у якому не буде підвищення температури, що призводить до некоректних результатів.

Однак для деяких складних типів зразків, таких як ґрунт, К'ельдаль залишається кращим вибором через можливість обробляти більші та репрезентативні зразки.

Дивіться більше в цьому відеозвіті з аналізу ґрунту з автоматизованим К'ельдаль:

Автоматизований К'ельдаль для аналізу ґрунту і листя оливи

Практичні міркування: пропускна здатність, гнучкість і можливість мережевого підключення

Дюма має перевагу в швидкості отримання результату: три-чотири хвилини аналізу на зразок. Особливості автоматизації обладнання Дюма роблять його використання менш витратним за часом у порівнянні до К'ельдалю, наприклад дуже ефективна автоматизація завантаження партії дозволяє операторам завантажити зразки в прилад і після цього займатися іншими завданнями в лабораторії до кінця партії аналізу.

Дивіться більше в цьому відео-інтерв'ю:

Автоматизований аналіз Дюма економить час і ресурси в лабораторії

Однак, як обговорювалося в розділі про типи проб, метод К'ельдаля вважається найбільш універсальним методом, доступним для аналізу азоту. Це єдиний метод, який може бути використаний для аналізу вмісту нітрогену в різнотипних зразках.

Оскільки устаткування Дюма вимагає деякий час для запуску, воно придатне для довгої безперервної роботи. К'ельдаль, з іншого боку, можна використовувати для тестування на місці в будь-який час. Наприклад, якщо ви тестуєте добре відомий зразок, такий як пшеничне борошно, на вміст білка, і виконуєте близько 100 тестів в день, Дюма є очевидним вибором. В інших випадках, коли склад зразка невідомий і обсяг зразка малий, то передбачуваність К'ельдаля та репутація еталонного методу робить його самим практичним вибором.

Коротко Дюма

- Новий претендент на трон по тестуванню на білок. Дуже популярний для аналізу кормів і все частіше вказується в стандартах, як арбітражний метод
- Визначає загальний азот, включаючи неорганічні фракції.
- Метод спалювання, винайдений в 1883 році Жаном Батистом Дюма, в якому екзотермічна реакція миттєво перетворює будь-який органічний матеріал в його елемент - без використання додаткових хімічних речовин.
- Швидкий і зручний з дуже автоматизованим аналізом партій до 117 зразків завантаження.
- Обмежений розмір зразка із-за використовуваного методу спалювання

Ще одна перевага, яку слід врахувати, - це постійно зростаючі можливості, що надаються підключенням до інтернету. Нині рішення Дюма лідирують в цій області, хоча це тільки питання часу, коли К'ельдаль також "підключиться". Можливості мережевого підключення дозволяють здійснювати моніторинг «на

відстані», що означає, що результати вимірювань доступні у будь-який час у тому числі і по інтернету. Можливість контролювати результати вимірювань і налаштування приладу, продуктивність, порівнювати дані з приладів на різних виробництвах є дуже цінною характеристикою, економить час і може поліпшити контроль якості.

[Дивіться нашу анімацію відео для натхнення](#)

Офіційні маркування та торгові марки

К'ельдаль як і раніше є найбільш прийнятним еталонним методом для аналізу сирого білка/білкових фракцій, наприклад, Європейська комісія затвердила метод К'ельдаля в якості арбітражного методу офіційного контролю (ЄС № 152/2009).

Проте, Дюма має безліч стандартних і аналітичних правил, що дозволяють застосовувати його у багатьох лабораторіях для прямого еталонного аналізу Дюма, а також збору даних для калібрування прямих методів аналізу, таких як NIR або FITR. Наприклад, система FOSS Dumatec 8000 наслідує офіційно затверджені методи визначення змісту білка в продуктах харчування і кормах, таким як AOAC, AACC, ASBC і OIV.

Вибір клієнта

Крім міркувань, що стосуються офіційних методів, вибір між Дюма і К'ельдаль може зводитися до вподобань клієнта і відповідного діапазону результатів. Деякі клієнти вимагатимуть, щоб лабораторія використовувала той же метод, який вони використовують на своєму виробництві або у власній лабораторії. Інші можуть віддати перевагу швидкому аналізу, за нижчою ціною і згодні змінити свій метод, наприклад, якщо метою тестування є рутинний контроль якості, то багато клієнтів готові перейти до найефективнішого методу.



З іншого боку, якщо метою є перевірка результатів безпосередньо на виробництві, то багато клієнтів можуть захотіти зберегти свій використовуваний метод, щоб зберегти статистичну прослідковуваність результатів, накопичених раніше і зв'язаних з конкретним географічним регіоном. Нарешті, якщо метою тестування є отримання стороннього сертифікату, наприклад для маркування продукту, то обидва методи можуть використовуватися до тих пір, поки перевіряється відповідність еталонному методу.

Ще один аспект, який слід врахувати, — це діапазон значень. Чи готовий клієнт прийняти більш високі значення білка – тоді має сенс вимірювати загальний нітроген, чи краще отримати значення білка без урахування неорганічного нітрогену? Це знову буде зводитися до мети тестування і типу зразка клієнта.

Висновок

Завантажені лабораторії можуть отримати величезну користь, використовуючи рішення Дюма в якості ефективної, високопродуктивної «робочої конячки» для простих типів зразків, тоді як К'ельдаль використовується для складних зразків і для спеціальних аналізів з низькою концентрацією нітрогену. Так як і автоматизація К'ельдалю, рішення Дюма також стають усе більш економічними та сучасними, що пропонують швидке отримання результату з використанням невеликої наважки зразків, які скорочують використання кисню та гелію.

Тестування Дюма з низьким навантаженням зразками

К'ельдаль все ще розглядається як референтний метод для визначення вмісту сирого білка/білкових фракцій і залишається важливим варіантом аналізу, особливо враховуючи його унікальну здатність обробляти складні типи зразків. Зрештою, вибір клієнта відіграє важливу роль, тому, багато лабораторій

можуть вимагати обладнання для роботи у відповідності до двох методів.

FOSS

FOSS
Nils Foss Allé 1
DK-3400 Hilleroed
Denmark

Tel.: +45 7010 3370
Fax: +45 7010 3371

info@foss.dk
www.fossanalytics.com

Представництво FOSS UA
пр. Голосіївський 58А, офіс 15,
Київ, 03039

+380 44 494-30-15
+380 44 494-30-05

info@foss-ua.com
www.foss.dk
foss-ua.com

