

VALGU MÄÄRAMINE TOIDUAINETES: DUMAS' JA KJELDAHLI MEETODITE VÕRDLOS

Milline on parim viis valgu määramiseks? Sellele küsimusele mõistliku vastuse andmiseks võrdleme artiklis neid meetodeid üksikasjalikult, eelkõige täpsuse, ohutuse, tootlikkuse, kulude ja tööomaduste seisukohalt.

Klassikaline või populaarne?

Valgusisaldus on üks olulisemaid toiduaine kvaliteedinäitajaid, mis määrab selle toiteväärtuse. Kjeldahli meetod on klassikaline valgu määramise meetod, kuid Dumas' meetod on viimasel ajal muutunud üha populaarsemaks. Niisiis, Dumas või Kjeldahl? See artikkel annab sellele küsimusele vastuse.

Milline meetod on ekspertiisikõlblik?

Mõlemad meetodid – nii Dumas' kui Kjeldahl – on ametlikud ehk ekspertiisikõlblikud. Mida see tähendab? See, et neid on tunnustanud ja heaks kiitnud maailma juhtivad ametid ja organisatsioonid ning nende tulemused on väljaspool kahtlust.

Euroopas ja USA-s on viimastel aastakümnetel järjest populaarsemaks muutunud just Dumas' meetod, mis järk-järgult asendab Kjeldahli meetodit. Miks – selgitame allpool.

Dumas': meetodi ajalugu



Meetodi töötas välja prantsuse keemik Jean-Baptiste Dumas. Teadlane leiutas selle 1831. aastal õpingute ajal. Hiljem sai meetod nime tema järgi. Mis on huvitav: see meetod leiutati palju varem kui Kjeldahli meetod, kuid selle rakendamisega seotud raskuste tõttu - nõutava puhtusega gaaside, vajalike reaktiivide ja katalüsaatorite puudumine – meetod ei saavutanud populaarsust. Järk-järgult meetodit täiustati ja automatiseeriti. Meetodi rakendamiseks on välja töötatud automaatsed seadmed. Sellest hetkest alates hakkas Dumas' meetod

konkureerima Kjeldahli meetodiga ekspertiisimeetodina valgu määramisel toiduainetes.

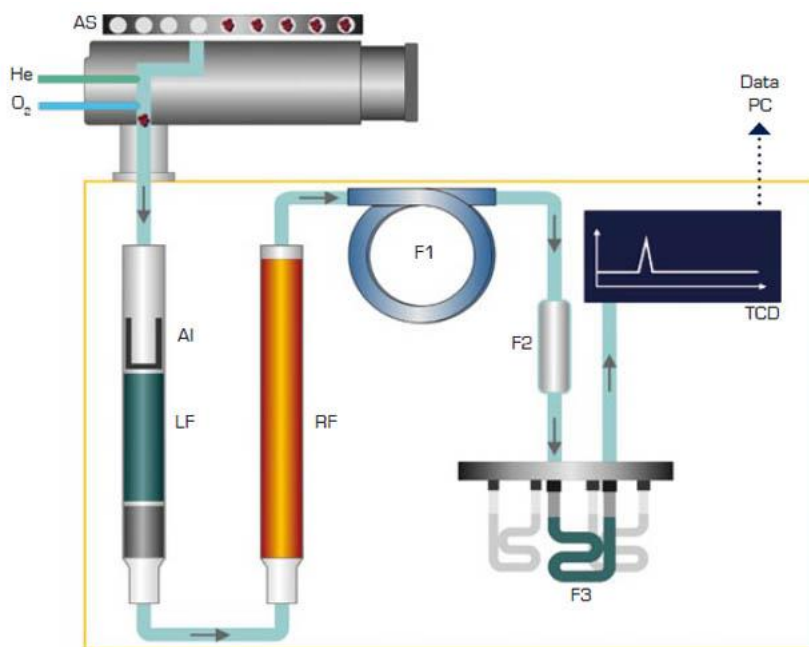
Millised on Dumas' meetodi etapid?

See algab proovi ettevalmistamisega. See etapp on üsna lihtne. Kõvad proovid tuleb lihtsalt jahvatada osakeste suuruseni 0,5 mm. Vedelikud tuleb segada.

Järgmisena tulevad peamised etapid. Esialt põletatakse proov temperatuuril üle 1000 °C. Seal laguneb proov elementaarseteks osakesteks, nagu lämmastikoksiidid, vesi ja süsinikdioksiid.

Järgmisena järgneb redutseerimise etapp, mille käigus lämmastikoksiidid oksüdeeritakse, saades tulemusena puhta lämmastiku, vee ja süsinikdioksiidi.

Seejärel ekstraheeritakse saadud segust süsinikdioksiid ja vesi. Järele jääb puhas lämmastik, mida tegelikult oligi vaja määrata. Teades lämmastiku hulka, saame valgu koguse teada, korrutades lämmastiku koguse vastava koefitsiendiga.



AS - Autosampler; AI – Tuha anum; LF - Põletusahi; RF - Redutseerimisahi; F1 - membraanisüsteem (Nafion); F2 - absorptsioonilõks; F3 - isetaastuv absorptsioonilõks; TCD – soojusjuhtivuse detektor.

Kjeldahl: meetodi ajalugu



Johan Kjeldahl Carlsbergi laboris 1880. aastatel

Läheme edasi Kjeldahli meetodi juurde. Meetodi töötas välja Taani keemik Johan Kjeldahl 18. sajandi lõpus Carlsbergi laboris. Talle tehti ülesandeks töötada välja kiire ja hea reprodutseeritavusega meetod valgu määramiseks teraviljas. See oli vajalik teatud kindlate tehnoloogiliste probleemide kõrvaldamiseks õlletootmises, mis olid seotud tooraine erineva valgusisaldusega. Ta sai selle ülesandega edukalt hakkama ja leiutas meetodi, mida hiljem hakati tema auks nimetama tema nimega. Tänu oma suurele täpsusele, reprodutseeritavusele ja hõlpsale rakendatavusele muutus see meetod kohe populaarseks ja laialdaselt kasutatuks. Ja tänapäeval on see kogu maailmas kõige enam tuntud ja laialdasemalt kasutatav meetod valgu määramiseks toiduainetes.

Millised on Kjeldahli meetodi etapid?

Nagu Dumas' meetod, koosneb ka Kjeldahli meetod kolmest põhietapist: mineraliseerimine, destilleerimine ja tiitrimine. Ja iga etapi jaoks on vaja eraldi seadmeid, nimelt: mineralisaatorit, aurudestillatorit ja titraatorit. Samas on aga juba seadmeid, mis ühendavad destilleerimise ja tiitrimise protsessi.

Võrdleme neid kahte meetodit

Analüüsi järgmisi kriteeriume:

- täpsus,
- ohutus,
- jõudlus,
- seadmete soetuskulud ja ekspluatatsioon.

Täpsus

Kui me räägime täpsusest, siis näeme, et Dumas' meetodi puhul on avastamispääri parem. Samal ajal tagavad mõlemad meetodid suurepärase reprodutseeritavuse.

Samuti tuleb märkida, et Kjeldahli meetod määrab ainult orgaanilist lämmastikku, Dumas' meetod aga nii orgaanilist kui ka anorgaanilist lämmastikku. Seetõttu annab Dumas' meetod reeglina paremaid tulemusi kui Kjeldahli meetod. Kuigi mitte alati. Kui me räägime anorgaanilisest lämmastikust, siis on need reeglina nitraadid ja nitritid. Ja neid ei pruugi uuritavas proovis üldse olla või neid võib olla väga väikestes kogustes. Näiteks teraviljas on nitraadid ja nitritid koondunud taime varre sisse ning neid on viljateras väga väikestes kogustes või pole üldse.

Kjeldahl

Avastamispääri = 0,1 mg N

Reprodutseeritavus $\leq 1\%$

**Ainult orgaanilise lämmastiku
määramine**

Dumas'

Avastamispääri = 0,001 mg N

Reprodutseeritavus $\leq 1\%$

**Nii orgaanilise kui anorgaanilise
lämmastiku määramine –
nitraadid ja nitritid**

Dumas' meetod määrab kogu lämmastiku koos anorgaanilisega, ja seepärast annab see meetod reeglina veidi suurema näidu kui Kjeldahli meetod.

Ohutus

Kui me räägime ohutusest, siis on Dumas'i vaieldamatu eelis. Selle meetodi rakendamine ei nõua nn. märgkeemia kasutamist. Kõik reaktiivid on mittetoksilised ega vaja nende kasutamiseks erilubasid. Tõsi, selle meetodi rakendamiseks on vaja kõrge puhtusastmega gaase, nimelt hapnikku proovi põletamiseks ja heeliumi või argooni kandegaasina.

Kjeldahl

Traditsiooniline nn. märgkeemia

Reaktiivid:

- Väävelhape, 98%
- NaOH, 32-35%
- Boorhape, 4%
- Katalüsaatorid
- Titrant

Operaator puutub kokku küttekehadega

Dumas'

Kuivkeemia

Reaktiivid ja gaasid:

- Katalüsaatorid
- Vask lämmastiku taastamiseks
- Suruõhk, 99,6%
- Hapnik, 99,99%
- Heelium / Argoon, 99,99%

Operaator ei puutu küttekehadega kokku

Analüüsi kestus ja jõudlus

Kjeldahli meetodit kasutades saame esimesed tulemused alles kahe tunni pärast, Dumas' meetodi abil aga 3-4 minutiga. Aga siinkohal tuleb märkida, et kasutades näiteks 20-positsioonilist mineralisaatorit, saab 20 proovi analüüsida vähem kui 4 tunniga. Dumas' meetodit kasutades kulub ühe proovi analüüsimiseks vaid 3-4 minutit.

Jõudlusest. Kjeldahli meetodi puhul sõltub see otseselt mineralisaatori võimsusest ja destilleerija automatiseerimisastmest ning võib ulatuda 18 kuni 60 analüüsini päevas. Dumas' meetod võimaldab teha kuni 120 analüüsi päevas. Tähelepanu tuleks pöörata ka sellele, et Kjeldahli meetod võimaldab üheaegselt analüüsida ainult sama maatriksiga proove partiis, Dumas meetod aga võimaldab samaaegselt analüüsida proove erinevate maatriksitega.

Analüüsi kestus ja jõudlus

Kjeldahl

Vähemalt 2 tundi

Jõudlus:

18 kuni 60 analüüsi päevas

- Kui kuni 60 analüüsi päevas, siis kuni 15 000 aastas
- Kui kuni 18 analüüsi päevas, siis kuni 3 000 analüüsi aastas

Proovid partiis ühesuguse matriksiga.

Dumas'

3-4 minutit ühele proovile

Jõudlus:

- Maksimaalselt 120 analüüsi päevas, või kuni 25 000 analüüsi aastas.
- Suur jõudlus ja kasutusmugavus (pole vaja protsessi jälgida)

Proovid partiis erinevate matriksitega.

Maksumus

Allpool saate numbreid võrrelda. Kuid tuleb märkida, et Kjeldahli meetodi rakendamise automaatse süsteemi maksumus võib ulatuda 26 tuhande euronile ja automaatse autosampleriga varustatud süsteem võib olla Dumas' analüsaatorist isegi kallim.

Seadmete soetusmaksumus ja eksploatatsioonikulud

Kjeldahl

Seadmete maksumus:

8 kuni 51 tuhat eurot

Analüüs on kallim.

Ekspluatatsioon:

- Koosneb mitmest järjestikust operatsioonist
- Töö seeriatega kaupade
- Nõuab operaatori sekkumist

Dumas'

Seadmete maksumus:

35 kuni 56 tuhat eurot

Analüüs on 20% odavam

Ekspluatatsioon:

- Proov tuleb ette valmistada ja kaaluda
- Töötamine on ohutu
- Protsessi pole vaja jälgida

Ekspluatatsioon

Ka siin on Dumas'i täielik eelis.

- **Kjeldahli** meetodi rakendamine koosneb mitmest järjestikusest toimingust. Töö toimub ainult seeriatena. Erinevat tüüpi proove ei saa samal ajal mineraliseerida. Isegi kõige rohkem automatiseeritud süsteem nõuab operaatori sekkumist.
- **Dumas'** meetodi puhul peab operaator ainult proovi ette valmistama ja kaaluma. Kõik analüüsietapid toimuvad automaatselt. Seade võib töötada pidevalt ja samaaegselt erinevat tüüpi proovidega. Operaatori järelevalvet pole vaja.

Allikas:

<https://apk.hlr.ua/ru/articles/opredelenie-belka-v-pishhevyix-produktax-sravnenie-metodov-dyuma-i-keldalya>

Bogdan Bondaruk – “toiduainete vahekohtumeetodite keemilise analüüsi” osakonna juhataja

Küsi pakkumist:

<https://costech.ee/paring/>