

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕЛКА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ: СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ДЮМА И КЬЕЛЬДАЛЯ

Какой способ определения белка лучше? Чтобы дать обоснованный ответ на этот вопрос в статье, подробно сравним методы, в частности, по критериям точности, безопасности, производительности, стоимости и особенностей эксплуатации.

Классика или популярность?

Содержание белка является одним из важнейших показателей качества, определяющих его пищевую ценность. Классическим способом определения белка является метод Кьельдаля, но в последнее время все большую популярность приобретает метод Дюма. Итак, Дюма или Кьельдаль? В этой статье ответ на этот вопрос.

Какой из методов арбитражный?

Оба этих метода – и Дюма, и Кьельдаля – являются официальными, то есть арбитражными методами. Что это значит? Что они признаны и одобрены ведущими мировыми органами и организациями и их результаты не подлежат сомнению.

Европе и в Соединённых Штатах в последние десятилетия все большую популярность приобретает именно метод Дюма, постепенно вытесняя метод Кьельдаля. Почему – Вы поймете далее.

Дюма: история метода



Метод был разработан французским химиком Жаном-Батистом Дюма. Ученый изобрел его в 1831 году во время учебы. Впоследствии метод был назван в его честь. Что интересно: метод был изобретен гораздо раньше, чем метод Кьельдаля, но из-за сложностей с его реализацией – отсутствие газов надлежащей чистоты, необходимых реагентов и катализаторов – не получил популярности. Постепенно метод был модифицирован и

автоматизирован. Были разработаны автоматические приборы для его реализации. С этого момента метод Дюма и начал конкурировать с методом Кельдаля как с арбитражным методом определения белка в пищевых продуктах.

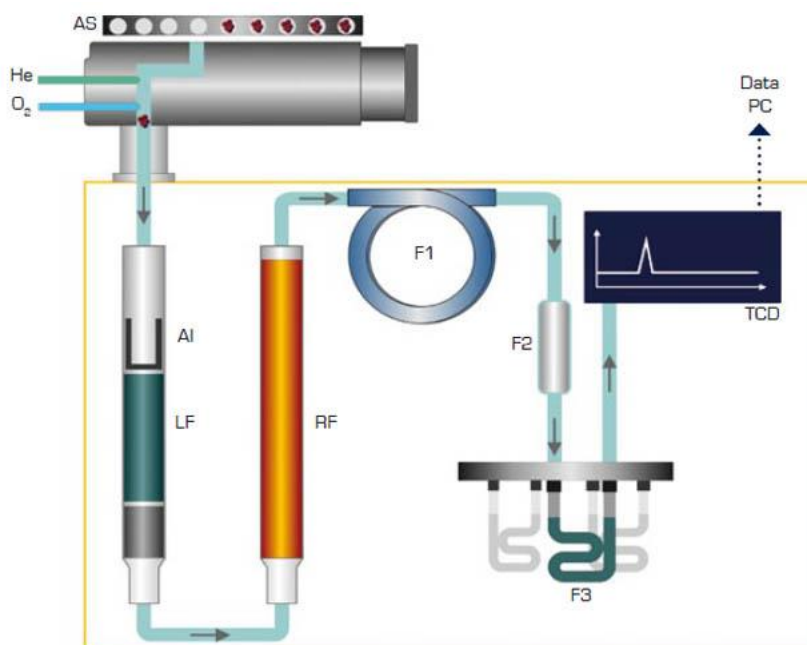
Из каких же этапов состоит метод Дюма?

Начинается, соответственно, с пробоподготовки. Этот этап достаточно прост. Для твердых образцов – их необходимо просто размолоть до крупности помола 0,5 мм. Для жидких – перемешать.

Далее идут основные этапы. Это сжигание образца при температуре более 1000 оС. После чего образец распадается на элементарные частицы, такие как оксиды азота, вода и углекислый газ.

Далее наступает этап восстановления, во время которого оксиды азота окисляются, и на выходе остается чистый азот, вода и углекислый газ.

Затем из полученной смеси извлекается углекислый газ и вода. Остается чистый азот, который, собственно говоря, и определяется. Зная количество азота, мы можем узнать количество белка, умножив количество азота на соответствующий коэффициент.



AS - Автосамплер; AI - Вставка для пепла; LF - Печь для сжигания; RF - Печь для восстановления; F1 - Мембранная система (Nafion); F2 - Абсорбционная ловушка; F3 - саморегенирирующая адсорбционная ловушка; TCD - Детектор теплопроводности.

Кьельдаль: история метода



Йохан Кьельдаль, в лаборатории Carlsberg в 1880s

Переходим к методу Кьельдаля. Метод был разработан датским химиком Йоханом Кьельдалем в конце XVIII в., когда он работал в лаборатории Карлсберга. Перед ним была поставлена задача разработать быстрый, с хорошей воспроизводимостью метод определения белка в зерне. Это было необходимо для устранения определенных технологических проблем в процессе пивоварения, связанных с различным содержанием белка в исходном сырье. Он с этой задачей успешно справился и изобрел метод, который позже также был назван в его честь. Благодаря высокой точности, воспроизводимости и простоте реализации метод сразу приобрел популярность и широкое применение. И на сегодняшний день является наиболее известным и широко применяемым методом по определению белка в пищевых продуктах во всем мире.

Из каких этапов состоит метод Кьельдаля?

Как и метод Дюма, метод Кьельдаля состоит из трех основных этапов: минерализация, дистилляция, титрование. И для каждого из этих этапов необходимы отдельные приборы, а именно: минерализатор, паровой дистиллятор и титратор. Но уже есть приборы, которые объединяют в себе процесс дистилляции и титрования.

Давайте сравним эти два метода

Проанализируем следующие критерии:

- точность,
- безопасность,
- производительность,
- инвестиции и эксплуатация.

Точность

Если говорить о точности, то мы видим, что предел обнаружения лучше у метода Дюма. В то же время оба метода обеспечивают отличную воспроизводимость.

Также следует отметить, что метод Кьельдаля определяет только органический азот, в то время как метод Дюма – и органический, и неорганический. Поэтому, как правило, метод Дюма дает более высокие результаты, чем метод Кьельдаля. Хотя не всегда. Ведь если мы говорим о неорганическом азоте, то это, как правило, нитраты и нитриты. А их в исследуемом образце может и не быть вообще, либо они могут быть в очень небольших количествах. Например, если мы говорим о зерновых культурах, то нитраты и нитриты концентрируются в стебле растения, а в зерне присутствуют в очень небольшом количестве или отсутствуют вообще.

Кьельдаль

Пределы обнаружения = 0,1мг N

Воспроизводимость $\leq 1\%$

**Определение только
органического азота**

Дюма

Пределы обнаружения = 0,001мг N

Воспроизводимость $\leq 1\%$

**Определение как
органического, так
неорганического азота –
нитратов и нитритов**

Метод Дюма определяет общий азот, включая неорганический, по этой причине, как правило, он даёт чуть большее значение, чем метод Кьельдаля.

Безопасность

Если говорить о безопасности, то несомненное преимущество на стороне Дюма. Ведь реализация этого метода не требует использования так называемой мокрой химии. Все реагенты являются нетоксичными и не требуют специальных разрешений для их использования. Правда для реализации этого метода необходимы будут газы высокой

чистоты, а именно – кислород для сжигания образца и гелий или аргон в качестве газа-носителя.

Кьельдаль

Традиционная мокрая химия

Реагенты:

- Серная кислота, 98%
- NaOH, 32-35%
- Борная кислота, 4%
- Катализаторы
- Титрант

**Контакт оператора с
нагревательными элементами**

Дюма

Сухая химия

Реагенты и газы:

- Катализаторы
- Медь для восстановления N
- Сжатый воздух, 99,6%
- Кислород, 99,99%
- Гелий / Аргон, 99,99%

**Отсутствует контакт оператора с
нагревательными элементами**

Время анализа и производительность

Что касается времени анализа, то мы видим, что используя метод Кьельдаля, первые результаты мы получаем только через два часа. Используя же метод Дюма – через 3-4 минуты. Но здесь следует отметить, что используя, например, 20-позиционный минерализатор, менее чем за 4 часа можно проанализировать 20 образцов. Используя метод Дюма, нам понадобится всего 3-4 минуты для анализа одного образца.

По производительности. Если говорить о методе Кьельдаля, то она напрямую зависит от емкости минерализатора и степени автоматизации дистиллятора и может колебаться в пределах от 18 до 60 анализов в день. Метод Дюма позволяет проводить до 120 анализов в день. Также следует обратить внимание на то, что метод Кьельдаля позволяет одновременно анализировать только образцы с одинаковой матрицей в партии, в то время как метод Дюма – с различными матрицами.

Время анализа и производительность

Кьельдааль

Не менее 2-х часов

Производительность:

От 18 до 60 анализов в день

- Если макс. 60 анализов в день, то около 15000 в год
- Если макс. 18 анализов в день, то около 3000 анализов в год.

Образцы с одинаковой матрицей в партии.

Дюма

3-4 минуты на 1 образец

Производительность:

Максимально 120 анализов в день, или около 25 000 анализов в год.

Высокая производительность, удобство эксплуатации (работает без присмотра).

Образцы с разными матрицами в партии.

Инвестиции

На рисунке Вы можете сравнить цифры. Но следует отметить, что стоимость автоматической системы для реализации метода Кьельдаля может достигать 26 тыс. евро, а оборудованная автосамплером будет даже дороже, чем анализатор Дюма.

Инвестиции и эксплуатация

Кьельдааль

Стоимость:

От 8 до 51 тысячи евро

Выше стоимость анализа.

Эксплуатация:

- Состоит из нескольких последовательных операций
- Работа в сериях
- Требуется вмешательство оператора

Дюма

Стоимость:

От 35 до 56 тысяч евро

Ниже стоимость анализа на 20%

Эксплуатация:

- Нужно подготовить и взвесить образец
- Безопасная работа
- Работа без присмотра

Эксплуатация

Здесь также полное преимущество на стороне Дюма.

- Реализация метода **Кьельдаля** состоит из нескольких последовательных операций. Работает только в сериях. Нельзя одновременно минерализовать различные виды образцов. Даже самая автоматизированная система требует вмешательства оператора.
- Если мы говорим о **Дюма**, то оператору необходимо лишь подготовить и взвесить образец. Все этапы анализа происходят в автоматическом режиме. Прибор может работать непрерывно и одновременно с различными типами образцов. Не требует присмотра оператора.

Источник:

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

Бондарук Богдан – руководитель направления «Химический анализ пищевых продуктов арбитражными методами»

Получить предложение:

<https://costech.ee/ru/forma-zaprosa-dumalyzer/>