

Összehasonlító vizsgálatok a LECO FP-428 gyors fehérje meghatározóval és Kjeldahl módszerrel

GAJZÁGÓ ILDIKÓ* és BALÁZSY ANDREA**

*Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

**GLOBUS Konzervgyár, Budapest

Érkezett: 1993. január 8.

Az American Association of Official Chemist (AOAC) által hivatalosan elfogadott két fehérjemeghatározási módszer a Kjeldahl és a Dumas eljárás. A két módszer alapján több műszergyártó cég automata berendezéseket fejlesztett ki (A/S N.FOSS-ELECTRIC, TECATOR, LECO).

A két módszer a fehérjetartalmú anyagok nitrogéntartalmának meghatározásán alapszik. A meghatározást a fehérjék közel azonos elemi összetétele teszi lehetővé, amely a fehérje eredetétől és minőségétől független.

A Kjeldahl módszer két fő műveletből áll. A szervesanyag kénsavas roncsolása után a második lépés a keletkezett ammónia mennyiségének meghatározása titrimetriásan vagy fotometriásan. Az eljárás időigényes, az egyes műveletekhez az egészségre és a környezetre káros vegyszerek szükségesek.

Az utóbbi 5 évben jelent meg a világpiacon a LECO cég (St. Joseph, Michigan, USA) automatikus, gyors fehérjemeghatározó műszere, amely a Dumas-féle égetéssel alapszik. A fehérje elégetése során a nitrogén, kötési módjától függetlenül elemi állapotban vagy nitrogénoxidok formájában szabadul fel. A nitrogénoxidok izzó rézen elemi nitrogénné redukálódnak, amelynek mennyisége a gáz hővezetőképessége alapján kerül meghatározásra.

A LECO cég néhány hónapra rendelkezésünkre bocsátotta az FP-428 (Fast Protein 428) fehérjemeghatározó műszert, amely különböző fehérjetartalmú anyagok, mint például gabonák, élelmiszerek, élelmiszer alapanyagok, olaj, gumi, talajminták, gyógyszerek, víz valamint kémiai anyagok nitrogén-, ill. fehérjetartalmának meghatározására alkalmas. Ez idő alatt lehetőségünk volt a hagyományos Kjeldahl módszerrel és a Dumas eljárással kapott eredmények összehasonlítására.

1. Anyagok és módszerek

1.1. Anyagok

Kísérleteinket a GLOBUS Konzervgyárral közösen végeztük. A vizsgálatokhoz húsipari alapanyagokat és késztermékeket használtunk fel. Meghatároztuk 2-fajta marhahús, szeparált marhahús, sertés apróhús, ipari szalonna, zsírtalan szójaliszt, szójakoncentrátum, szójaizolátum, két gyártásból származó marha májkrém, tavaszi vagdalt hús, kohl rolád és a lunch hús fehérjetartalmát.

1.2. Módszerek

A Kjeldahl szerinti nitrogénmeghatározást Kjeltec 1035 típusú készüléken végeztük. Egy-egy mintából 1-2g-ot mértünk be, mintánként 3 párhuzamos méréssel határoztuk meg az adott minta fehérjetartalmát.

Az FP-428 fehérjemeghatározó esetében a minta mennyisége 0,25-0,40 g volt. Egy-egy minta fehérjetartalmát 3 párhuzamos méréssel határoztuk meg.

A szójaminták kivételével a mintákat mintavétel előtt háztartási homogenizálóval homogenizáltuk. A késztermékek esetében egy fehérjemeghatározáshoz egy konzervet homogenizáltunk, tehát az átlagértékek 3-3 konzervből meghatározott fehérjeértékek átlagai.

1.3. Az FP-428 fehérjemeghatározó rövid leírása

Az FP-428 fehérjemeghatározó készülék asztali műszer. A fehérjemeghatározási folyamat mikroprocesszor által vezérelt, szoftver által ellenőrzött. A N meghatározáshoz nagy tisztaságú oxigén (a minta elégetéséhez) és hélium (vivőgáz), valamint sűrített levegő (a pneumatika működtetéséhez) szükséges.

A készülékhez csatlakoztatott analitikai mérlegen mérjük be a mintát alufóliába vagy ónkapszulába. A bemért mintát a mintatárolóba helyezve az analízis megindításakor a minta az égetőkemencében 850-900 °C-on elég. Az égés során keletkező égéstermékeket a készülék sűríti, majd 10 cm³ mintát vesz a égéstermékből, amely különböző tisztítási fázisok után a hővezetőképességet mérő cellába kerül.

A gyártó cég leírása szerint a készülék 0-100% N, illetve fehérjetartalmú anyagok N-, ill. fehérjetartalmának mérésére alkalmas.

2. EREDMÉNYEK ÉS KÖVETKEZTETÉSEK

2.1. A húsipari alapanyagok és késztermékek fehérjetartalma

A húsipari alapanyagok és késztermékek Kjeldahl és Dumas módszerrel meghatározott fehérjetartalmát az **1. táblázatban** mutatjuk be.

1. táblázat: Húsipari alapanyagok és termékek fehérjetartalma
Kjeldahl és Dumas módszerrel meghatározva

A vizsgált minta	Fehérjetartalom, % /Kjeldahl szerint/ \bar{X} s		Fehérjetartalom, % /Dumas szerint/ \bar{X} s	
	Marhamájkrém I.	11,28	0,09	11,10
Marhamájkrém II.	10,62	0,18	10,29	0,23
Lunchon meat	12,62	0,09	13,41	0,43
Tavaszi vagdalt	10,57	0,36	11,28	0,94
Ipari szalonna	5,53	0,51	5,51	0,57
Marha hús	21,12	0,20	20,40	0,08
K-hús /marha/	18,91	0,30	19,71	0,23
Szeperált marhahús	11,27	0,02	11,54	0,01
Sertés apróhús	13,30	0,14	13,17	0,50
Kohl rolád	17,98	0,14	17,50	0,28
Zsírtalan szójaliszt	49,70	0,20	50,00	0,11
Szójakoncentrátum	66,10	0,36	63,90	0,08
Szójaizolátum	84,10	0,42	85,57	0,11

\bar{X} : a mérési eredmények átlaga 3-3 mérés alapján

s : szórás

Az eredményekből látható, hogy a húsipari alapanyagok és késztermékek fehérjetartalma 5,5-85,6% között volt.

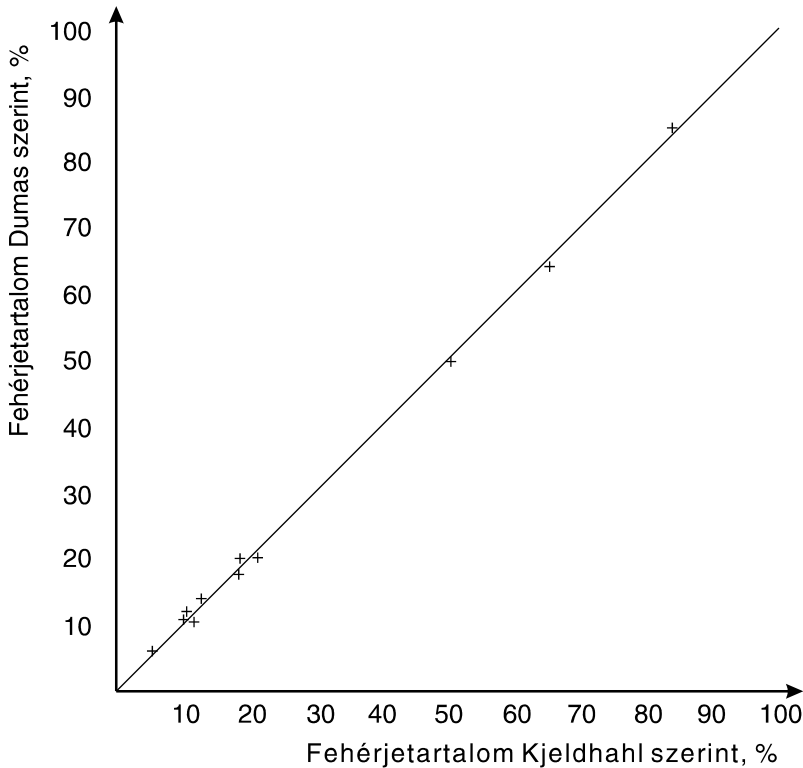
A két módszerrel meghatározott fehérjeértékek szórása legnagyobb az ipari szalonna esetében, ez valószínűleg a nagy zsírtartalommal és viszonylag kis fehérjetartalommal hozható összefüggésbe.

Homogén anyagok /zsírtalan szójaliszt, szójakoncentrátum és szójaizolátum/ fehérjetartalmának szórása lényegesen kisebb, mint a húsipari alapanyagok és késztermékek esetében, tehát az átlagértékek nagyobb szórásai nem a meghatározási módszertől, hanem a vizsgálandó anyag minőségétől függenek.

2.2. A Kjeldahl és a Dumas módszerrel mért fehérjetartalom összehasonlítása

A 13 vizsgált minta, amelynek fehérjetartalma 5,5-85,6% között helyezkedett el, Kjeldahl módszerrel meghatározott fehérjetartalmának átlagértéke 25,62%, a Dumas módszerrel végzett meghatározás esetén 25,64%.

A Kjeldahl és a Dumas módszerrel meghatározott fehérjetartalom közötti összefüggést az **1. ábrán** szemléltetjük.



1. ábra: Összefüggés a Kjeldahl és a Dumas módszerrel meghatározott fehérje-tartalom között

A Kjeldahl módszerrel meghatározott fehérjetartalmat független változónak tekintve az összefüggés az

$$Y' = 0,054 + 0,9987 X$$
$$r^2 = 0,999$$
$$r = 0,999***$$

egyenlettel írható le, ahol

Y' = a Dumas módszerrel mérhető fehérjetartalom

X = a Kjeldahl módszerrel mért érték

***= az összefüggés 99,9%-os valószínűségi szinten szignifikáns

Ha a Dumas módszerrel meghatározott fehérjetartalmat tekintjük független változónak az összefüggés az

$$Y' = -0,02 + 0,9999 X$$

egyenlettel írható le, ahol

Y' = a Kjeldahl módszerrel mérhető érték

X = a Dumas módszerrel mért érték

A függő és független változó felcserélésével számított összefüggést leíró egyenesek iránytangense ($0,9987 \pm 0,01$, ill. $0,9999 \pm 0,01$) alapján megállapíthatjuk, hogy a két egyenes egybeesik, az összefüggés megfordítható. Az eredmények azt mutatják, hogy a Dumas módszeren alapuló FP-428 gyors fehérjemeghatározó műszer ugyanúgy alkalmas élelmiszerek fehérjetartalmának meghatározására, mint a Kjeldahl módszeren alapuló műszerek.

Hasonlóan kedvező eredményekről számol be SIEGFRIED (1989) 14 különböző fehérjetartalmú minta (7,8-43,3%) Kjeldahl (KJEL-FOSS) és Dumas módszerrel végzett mérése összehasonlításakor. A két módszer közötti összefüggést leíró egyenes egyenlete a Kjeldahl módszerrel mért fehérjetartalmat független változónak tekintve $Y = 0,087 + 0,9999X$, $r = 0,9999$. SIEGFRIED (1991) gombamicélium és különböző talajminták nitrogéntartalmát vizsgálta a hagyományos Kjeldahl módszerrel és a gyors nitrogénmeghatározó módszerrel. A vizsgált minták N-tartalma 0,1-62% volt ($n=23$). A két módszer összehasonlítása esetében a hagyományos Kjeldahl módszerrel kapott értékeket független változónak tekintve az összefüggés $Y = 0,024 + 1,0015X$, $r = 0,9993$ egyenlettel írható le.

SCHMÜTZ (1989) 108 árpa és 124 búza-minta fehérjetartalmát Kjeltec és FP-228 gyors fehérjemeghatározóval vizsgálva megállapította, hogy az árpaminták fehérjetartalmának átlagértéke Kjeltec módszerrel 11,35%, a gyors fehérjemeghatározóval mért átlagérték 11,43%. Búzaminták esetében az átlagértékek 12,51, ill. 12,52%-nek adódtak.

Saját vizsgálati eredményeink és az irodalmi adatok azt bizonyítják, hogy a Dumas eljárásan alapuló automata, gyors fehérjemeghatározó készülékkel (FP-428) meghatározott fehérjeértékek megegyeznek a Kjeldahl módszerrel mért értékekkel.

Az FP-428 készülék különleges előnye, hogy lényegesen kisebb mintákból (0,2-0,4 g), óránként 20 minta analízisére adódik lehetőség gyakorlatilag vegyszer felhasználása nélkül.

A műszer árát nem tekintve egy-egy minta meghatározása hozzávetőlegesen egy nagyságrenddel olcsóbb, mint a Kjeldahl módszerrel.

IRODALOM

SCHMÜTZ, W. /1989/: Eiweiß-Schnellbestimmung mit dem LECO-Gerät. FP-428 Brauwissenschaft, **42**, 297-299

SIEGFRIED, R. /1991/: Konstruktive Verbesserungen für LECO-Stickstoffbestimmungsgerät. GIT Verlag GMBH, Fachzeitschrift, **35**, 301-304.

SIEGFRIED, R. /1989/: Protein- und Gesamtstickstoff - Bestimmung mit Hilfe des FP-228 im Vergleich mit anderen Analysenverfahren. Analytische Chemie **335**, 489-492

Összehasonlító vizsgálatok a LECO FP-428 gyors fehérje meghatározóval és Kjeldahl módszerrel

GAJZÁGÓ ILDIKÓ és BALÁZSY ANDREA

Összehasonlító vizsgálatokat végeztek a Kjeldahl módszeren alapuló Tecator és a Dumas módszeren alapuló FP-428 fehérjemeghatározó készülékkel. 13 húsipari alapanyag, ill. készítmény fehérjetartalmát határozták meg a két módszerrel. A vizsgált minták fehérjetartalma 5-85% volt. A Kjeldahl módszerrel mért fehérjetartalom függvényében ábrázolva a Dumas módszerrel mért értékeket igen szoros (99,9%-os valószínűségi szinten szignifikáns) lineáris összefüggést kaptak. A két fehérjemeghatározási módszerrel végzett meghatározások eredményeinek nagyon jó egyezése igazolja felcserélhetőségüket. Az FP-428 fehérjemeghatározóval óránként 20 analízis végezhető, gyakorlatilag vegyszer felhasználása nélkül.

Comparative Studies of LECO FP-428 Quick Protein Analyser and Kjeldahl Method

Gajzágó, I. and Balázs, A.

Comparative studies were performed with the Tecator protein analyser based on Kjeldahl method and the FP-428 instrument based on Dumas method. The protein content of 13 raw materials and products of meat industry was determined by both instruments. The protein content of the samples studied was in the range of 5-85 %. Plotting the values measured by Dumas method against the protein content by Kjeldahl method, a very close (significant at 99,9 % probability level) linear correlation resulted. The good agreement of the results of this two protein determination methods shows their equivalence. Using the FP-428 protein analyser, 20 analyses per hour can be performed, practically without using chemicals.

Vergleichende Untersuchungen mit dem Eiweiß-Schnellbestimmungsgerät vom Typ LECO FP-428 und mit der Kjeldahl-Methode

Gajzágó, I. und Balázs, A.

Verfasser haben vergleichende Untersuchungen mit dem Eiweiß-Schnellbestimmungsgerät vom Typ Tecator, das nach der Kjeldahl-Methode arbeitet, sowie mit dem Eiweiß-Schnellbestimmungsgerät vom Typ FP-428, das nach der Dumas-Methode arbeitet, durchgeführt. Der Eiweißgehalt von 13 Grundmaterialien und Produkten der Fleischindustrie wurde mit beiden Meßgeräten bestimmt. Der Eiweißgehalt der untersuchten Proben betrug 5 bis 85%. Die mit der Dumas-Methode bestimmten Werte wurden in Abhängigkeit von den mit der Kjeldahl-Methode gemessenen Eiweißgehaltswerten dargestellt, die miteinander einen sehr engen linearen Zusammenhang auf 99,9%-igem Signifikanzniveau aufweisen. Mit dem FP-428 Eiweißbestimmungsgerät kann man je Stunde 20 Analysen praktisch ohne Chemikalien durchführen.