VELP SCIENTIFICA

VELP E-BOOK

饲料中蛋白质的测定
杜马斯和凯氏定氮的方法比较

WWW.VELP.COM

目录

介绍......3

蛋白含量: 两种主要方法......4

材料和方法......6

氮/蛋白质的测定 7

杜马斯燃烧法......8

凯氏定氮法......10

方法比较 11

实验设备......13

总结......14

蛋白质分析 15

VELP 解决方案......19

VELP 元素分析仪 20

VELP 凯氏定氮分析......21

介绍

——

两种主要方法

蛋白含量：两种主要的方法

正如食品和饲料行业以及研究设施的国际标签规定所述，总蛋白质含量的分析是质量控制和蛋白质声明的关键。

对于食品和饲料中蛋白质含量的测定，两种不同的主要方法已在实验室操作中被广泛接受。这两种方法分别是凯氏湿化学法和杜马斯高温燃烧法。近红外光谱(NIRS)可以作为一种次要的分析手段，但这一过程需要一种主要的校准方法。

一个多世纪以来，凯氏定氮法是应用最频繁的方法，也是通过测量总有机氮含量来测定食品中总蛋白质含量的行业标准。

作为一种涉及湿化学品的分析，它需要过多的时间和人力成本，并意味着使用有毒和危险化学品。如今，从安全的角度和经济的角度来看，这是不可取的。因此，近年来，凯氏方法越来越多地被杜马斯燃烧法所取代。

依靠测试材料的燃烧和测量产生的元素氮，Dumas方法由于其速度和可靠性在实验室中越来越受欢迎。

在这种情况下，由BIPEA等机构组织的能力测试项目允许对多个实验室的结果进行比较，以评估它们应用不同方法对同一同质样品的分析性能。通过定期参加这样的项目，VELP仪器的性能不断得到评估。BIPEA提供的样品按照官方参考进行分析，得到的结果与给定的公差范围进行比较。

本文件中报告和讨论的结果确实是在BIPEA提供的各种饲料样品上获得的，这是专门的实验室研究的一部分。

实验设备与方法

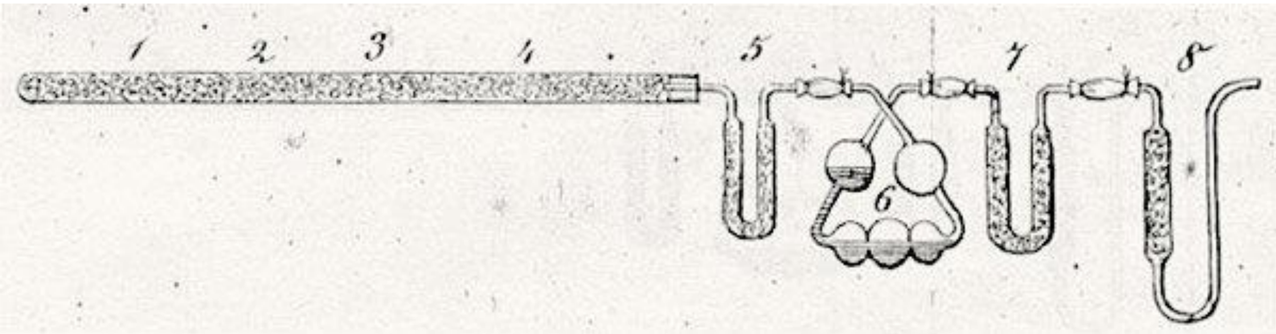
——

杜马斯燃烧法与凯氏定氮法

蛋白质测定

可以根据杜马斯法和凯氏定氮法对样品进行分析，以确定蛋白质的含量。这两种方法都是按照AOAC, AACC, ASBC,ISO, IFFO, OIV等国际标准工作的主要方法。

1831年发展起来的杜马斯测定氮的方法比凯氏定氮法(1883年)更早，但在速度、安全、清洁、生产率和每次分析成本等许多方面更方便。



过去的问题是不容易重现Dumas方法所要求的条件，因此凯氏定氮法占据先机，成为了氮/ 蛋白质测定的经典方法。

如今，由于技术的进步，杜马斯氮测定变得越来越广泛。

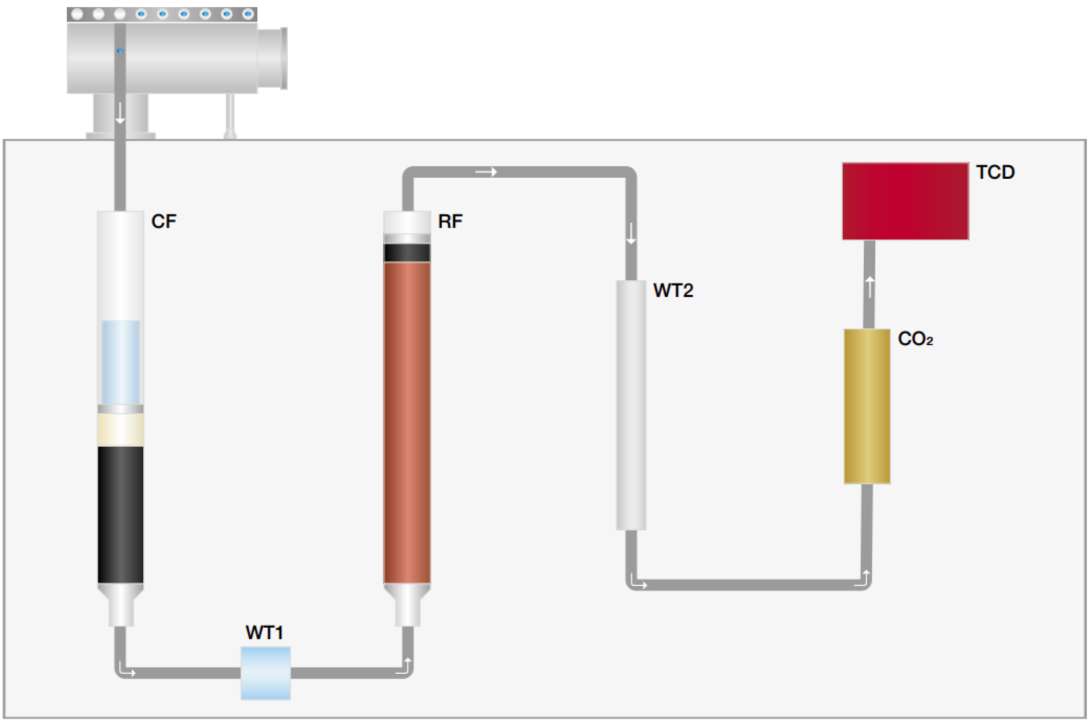
由于检测到硝酸盐、亚硝酸盐和杂环化合物等氮化合物，因此Dumas测氮法的结果通常略高于凯氏定氮法。

在凯氏定氮法中，这种化合物不完全转化为铵离子或根本不转化为铵离子。相反的情况也可能发生(很少发生)，因为在这种分析中，有很多变量可能会影响最终结果。

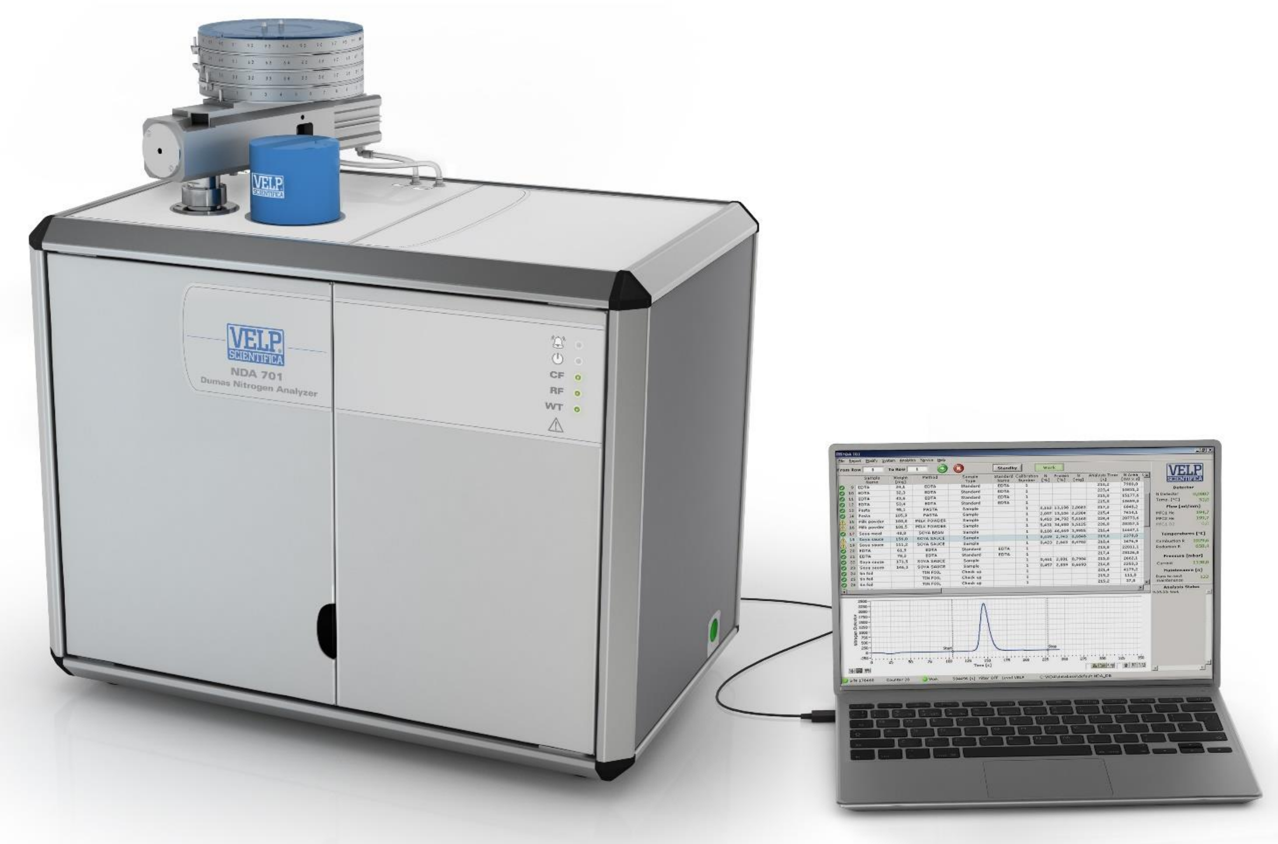
事实上，凯氏定氮法有许多微小的变体，包括使用不同的催化剂、加热时间、硫酸的体积和分布以及测试部分的质量:这表明凯氏定氮法可能会受到实验误差的影响。两种方法的回收率相同((≥99.5%)，而Dumas的检出限低于凯氏定氮(0.001 mg N 绝对值vs.0.1 mg N 绝对值)。

杜马斯方法

杜马斯法的原理是在保持950 - 1100°C的炉子中，通过完全燃烧，将样品中存在的氮转化为气态的NOx。最后的产物(NOx)被还原成N2，并用热导检测器进行测量。



杜马斯方法首先使用燃烧炉(CF)燃烧样品，获得元素化合物。水被第一个物理陷阱(WT1)和第二个化学陷阱(WT2)除去。在两者之间，元素物质通过还原炉(RF)。自动再生二氧化碳吸收器只让元素氮通过，这是由热导检测器(TCD)检测。



凯氏定氮法

凯氏定氮法包括在高于400° C 的消化温度下，在沸腾的硫酸和硫酸盐混合物中催化支持有机物质的消化过程。在此过程中，有机结合的氮转化为硫酸铵。将消解后的溶液碱化释放出氨，用蒸汽蒸馏和滴定法定量测定。

样品制备

- 均质化
- 称重
- 添加硫酸和KjTabsTM催化剂

消化

- 消化系统配置与烟气中和系统和JP泵
- 方法设置(时间和温度梯度)
- 420°C消化
- 冷却

蒸馏

- Vreceiver™ 硼酸制备和添加到接收瓶
- 试管与消化后的样品定位
- 蒸馏器方法设置
- 添加H2O - NaOH - VreceiverTM(不同自动化水平可用)
- 清除残余物(可采用不同的自动化水平)

滴定

- 手动或自动
- 根据AOAC的比色滴定包含在自动蒸馏装置中
- 外置电位滴定可用于选定的模型(电极需要定期校准)

方法比较

Dumas方法的主要优点是其易于使用、速度快、安全以及自动化水平高，保证了实验室的无人值守操作。杜马斯方法每次测量只需要几分钟，比凯氏定氮法快得多，凯氏定氮法通常需要一个多小时。此外，避免使用有毒和潜在有害的化学物质或催化剂，Dumas方法确保了实验室操作人员的完全安全。

另一方面，凯氏定氮法使用浓硫酸和催化剂来消化样品。

20世纪90年代，针对有害化学品的使用开始实施严格的标准，许多实验室对杜马斯方法进行了评估，将其作为替代方法，并开展和发表了许多比较研究。一系列国际标准被制定出来，美国、加拿大和澳大利亚的粮食检验机构也认可杜马斯方法。

参考方法	名称
ISO 16634-1:2008	食品--根据杜马斯原理用燃烧法测定总氮含量和计算粗蛋白质含量。第1部分:油籽和动物饲料
AACC Method 46.30	粗蛋白质--燃烧法(动物饲料、谷物和籽)
ICC Standard No. 167	用杜马斯燃烧原理测定食品和饲料用粮食及粮食产品中的粗蛋白质
AOAC 990.03	动物饲料中的蛋白质(粗)— 燃烧法
AOAC 992.23	谷物和油籽中的粗蛋白质
AOCS Ba 4f-00	燃烧法测定豆粕中粗蛋白质

杜马斯燃烧法的主要优势包含:

- 操作简单——使用Dumas方法，您只需要直接在锡纸中关闭样品，并将其装入元素分析仪
- 操作人员安全——杜马斯方法避免使用凯氏定氮法所需的危险化学物质
- 减少分析时间——从凯氏定氮法2小时开始。每个Dumas样本4分钟起。
- 无废物产生

设备

- NDA 702 – N/蛋白质分析仪
- DKL 20 – 消解单元
- 吸附中和装置
- UDK 159 – 蒸馏系统

NDA 702 - F30800080

UDK 159 - F30200150

DKL 20 - S30100210

JP Pump - F30620198 SMS Scrubber - F307C0199

总结

——

实验结果与探讨

蛋白分析

表 1 – 凯氏和杜马斯蛋白分析结果

样品	方法	VELP 结果 (P %)	标定值 (P %)	最大和最小值	BIPEA 符合情况
15-1213 豆粕	Kjeldahl	44.5	45.0	43.6-46.4	符合
	Dumas	46.1	45.6	44.2-47.0	符合
8-2913 小麦糟粕	Kjeldahl	29.2	29.5	28.6-30.4	符合
	Dumas	30.2	29.9	29.0-30.8	符合
4-1813 麸	Kjeldahl	15.9	16.0	15.5-16.5	符合
	Dumas	16.2	16.3	15.8-16.8	符合
16-0513 玉米	Kjeldahl	6.4	6.5	6.1-6.9	符合
	Dumas	6.6	6.5	6.1-6.9	符合
11-0313 鱼粉	Kjeldahl	68.7	69.0	66.9-71.1	符合
	Dumas	71.3	70.1	68.0-72.2	符合
17-2413 蛋鸡饲料	Kjeldahl	16.1	16.5	16.0-17.0	符合
	Dumas	17.0	16.8	16.3-17.3	符合
8-2513 家禽饲料	Kjeldahl	65.4	65.4	63.4-67.4	符合
	Dumas	67.0	66.4	64.4-68.4	符合

报告的饲料样品结果按照国际组织认可的官方参考方法获得。

凯氏引用:

AOAC 2001.11动物饲料、饲料(植物组织)、谷物、油籽中的蛋白质(粗);

AOAC 984.13动物饲料和宠物食品中的蛋白质(粗)

Reg ce 152/2009

EN ISO 5983-2:2009动物饲料

杜马斯引用

谷物和油籽中的粗蛋白质，

AOAC 990.03动物饲料中蛋白质(粗)燃烧法ISO 16634-1:2008油籽和动物饲料

实验结果表明，VELP凯氏定氮仪和VELP N/ 蛋白质杜马斯定氮仪对蛋白质的测定均在B IPEA所示的期望值范围内，表明VELP凯氏定氮仪和VELP N/ 蛋白质元素分析仪对蛋白质的测定具有良好的性能。

这两种技术都是可靠的，高效的，并能够分析各种饲料样品的高精度和重复性。

许多研究表明，Dumas方法通常提供的结果高于凯氏定氮法。微小的差异可能是由于在杜马斯方法中，非蛋白形式的氮几乎完全转化为单质氮，而在凯氏定氮方法中，硝酸盐、亚硝酸盐和一些含氮化合物不完全或根本不转化为铵离子。

这并不被视为一个问题，因为在粗蛋白质测定中，主要问题是 氨基氮从氨基酸转化为氨。历史上，传统凯氏定氮法的氮到蛋白质转换因子，都是根据样品的氨基酸模式建立的。

对于不同成分的饲料和食品样品，一般系数已商定为6.25。当使用相同的转化因子对不同的氮回收率的技术，结果可能会出现差异。

VELP UDK 159 – Colorimetric Titration Stages.

VELP N/ 蛋白质元素分析仪具有高生产率和不间断的性能，确实是高通量的理想选择，完全自动化，每次分析只需3-4分钟。

VELP凯氏定氮系统，仍然是食品和饲料领域蛋白质测定的一个可靠的解决方案。

作为一家独立的公司，VELP scientiica能够设计、生产和支持这两个系列仪器来测定各种饲料样品中的蛋白质含量，这是一个很大的优势。

此外，VELP scientiica内部生产的主要耗材，为您的分析提供最合适的交钥匙解决方案，保证在竞争中具有相当大的优势，因为所有的仪器和耗材优化实验室的性能来自单一来源。

VELP 解决方案

——

元素分析仪
凯士定氮分析

VELP 元素分析

NDA 702 – 杜马斯定氮仪

- 氮和蛋白质的测定只需 3-4 分钟
- 结果准确、灵敏度高
- 超低检出限（氦气为载气）
- 多功能，支持云计算
- 载气可选氦气或氩气

CN 802 – 碳氮元素分析

- 碳、氮、碳氮比、总有机碳和总无机碳测定
- 3-5 分钟内完成快速分析
- 多功能，支持云计算
- 载气：氦气或氩气可选

VELP 凯氏定氮仪

UDK 系列 – 蒸馏装置

- UDK系列蒸馏装置具有不同的自动化程度，可满足任何实验室要求
- 独家钛冷凝器和蒸汽发生器可最大限度地提高精度和效率
- 坚固耐用、耐化学腐蚀

DKL 系列 – 全自动消解仪

- 8 位、12 位、20 位和 42 位全自动消解
- 温度稳定、均匀（±0.5 °C）
- 快速、灵活、安全
- 坚固、紧凑

DK 系列 – 半自动消解仪

- 6、8、18、20 和 42 位半自动消解仪
- 温度稳定、均匀（±0.5 °C）
- 直观且易于使用

VELP® SCIENTIFICA

WWW.VELP.COM