

ВЕРИФИКАЦИЯ СТАНДАРТИЗИРОВАННЫХ МЕТОДИК НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА (БЕЛКА) В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Ю.Н. Архангелова, М. В. Петровичева,
М.А. Феофанова, М.И. Скобин

ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет», г. Тверь

В представленной статье предложена универсальная методика определения азота, с дальнейшим расчетом белка в различных пищевых продуктах. Проведены сравнительные исследования методик определения азота (белка) методом Кьельдаля по стандартизированным методикам в различных пищевых продуктах, выполнены соответствующие вычисления с расчетом метрологических характеристик и произведена верификация предложенной методики определения азота (белка) в пищевых продуктах по методу Кьельдаля.

Ключевые слова: метод Кьельдаля, верификация, определение азота (белка).

Введение

Питание – одно из основных условий жизни человека. Оно играет решающую роль во всех аспектах человеческой жизни и требует своевременного и регулярного приема пищи в достаточном количестве и правильном качестве. Правильное питание оказывает влияние на работоспособность и жизнедеятельность человека, а также определяет продолжительность жизни, замедляя или ускоряя процесс старения. Питание является ключевым фактором для нормального роста и развития организма, его способности к труду и приспособления к воздействию внешней среды.

Пищевые продукты должны удовлетворять физиологические потребности человека в необходимых веществах и энергии, соответствовать установленным нормативными документами требованиям к допустимому содержанию химических, радиоактивных, биологически активных веществ и их соединений, микроорганизмов и других биологических организмов. Пищевую же ценность в продуктах питания определяет содержание белков, жиров, углеводов, минеральных веществ, а также других биологически активных соединений. А для выявления пищевого достоинства и безвредности продукта должны

проводиться исследования, позволяющие контролировать качество и безопасность получаемых продуктов питания.

Белок – является важной составляющей для нашего организма. Из-за его нарушения могут появиться проблемы со здоровьем. Необходимость постоянного получения белковой пищи человеком вызвана наличием у белка определённых функций, которые необходимы живому организму для его развития, размножения и осуществления жизнедеятельности.

Как правило, при определении белка, его содержание в пищевых продуктах определяется не напрямую, а исходя из концентрации азота. Для этого, в зависимости от выбранной методики, при расчете белка, используются определенные для разных продуктов коэффициенты для пересчета азота на белок или выполняют построение градуировочных кривых при использовании спектрофотометрических методов. Таким образом, о количестве белка в объекте можно судить по количеству определяемого азота [1].

На протяжении более ста лет для пищевых лабораторий самым распространенным, простым и удобным в реализации и проведении исследований по определению азота (белка) в пищевых продуктах и с небольшими затратами продолжает оставаться метод Кьельдаля. Который и сегодня остаётся единственным общепризнанным арбитражным методом определения белка и продолжает демонстрировать свою эффективность, надежность и гарантирует достоверность результатов.

Кроме того, метод Кьельдаля используется в качестве эталонного (арбитражного) метода для калибровки и настройки другого оборудования и валидации для других методик при определении азота (белка) в пищевых продуктах.

На сегодняшний день существует огромное количество стандартизированных методик определения азота (белка) по методу Кьельдаля в различных пищевых продуктах. Но при поступлении большого объема разнообразных проб пищевых продуктов в лаборатории, использование разных методик становится неудобным в реализации и появляется необходимость в создании одной универсальной методики определения азота (белка) для быстроты, облегчения проведения исследований и увеличения производительности труда [2].

Актуальность данной работы обусловлена необходимостью подбора универсальной методики определения азота для различных категорий пищевых продуктов, что позволит специалистам в области

пищевой аналитики более эффективно и быстро проводить исследования, а также обеспечивать контроль качества.

Цель работы: верификация выбранного метода определения азота, с дальнейшим расчетом белка в продуктах питания.

На основании известных, стандартизированных методик по определению азота (белка) в различных пищевых продуктах по методу Кьельдаля, в экспериментальной части будут проведены исследования по определению азота (белка) методом Кьельдаля в различных пищевых продуктах, и произведены соответствующие вычисления. Важным аспектом работы станет сравнительный анализ использованных методик, который позволит оценить эффективность и точность методик, а также выбор одной универсальной методики для определения азота (белка) в разных продуктах питания. Будет проведена верификация выбранного метода с другими стандартизированными методами для возможности подтверждения получения достоверных результатов и ее использования в пищевых лабораториях.

Верификация [verification]—это процесс подтверждения того, что методика соответствует установленным к ней требованиям, в первую очередь требованиям к получению по ней результатов требуемого уровня качества [3].

Кроме этого, одним из факторов, влияющих на выбор методики, будет являться скорость получения результатов. В условиях быстроразвивающихся поставок и требований к качеству пищевых продуктов важным становится и возможность оперативного анализа. В таких случаях предпочтение может быть отдано методике, которая требует меньшего времени на подготовку образцов и непосредственно на сам анализ, что и будет являться критерием для выбора универсальной методики для всех видов пищевых продуктов.

Экспериментальная часть

Для проведения экспериментов были отобраны образцы различных пищевых продуктов, включая мясные продукты (сосиски), молочные продукты (сметана), овощное пюре. Продукция была заранее подготовлена для анализа и прошла необходимую пробоподготовку. Для этого, пробу мясного продукта измельчали, дважды пропустив через мясорубку и тщательно перемешивали. При этом температура пробы должна была быть не более 25°C. Пробу молочного продукта (сметаны) и овощного пюре тщательно перемешали, добиваясь однородности. Все исследования проводились в параллелях для получения более достоверного и правильного результата.

При использовании метода Кьельдаля во всех описанных ниже методиках строго соблюдались технологические этапы: сжигание пробы (минерализация), дистилляция (отгонка) и титрование.

Результаты по всем методикам определялись в процентном содержании азота с последующим пересчетом на белок (таблица 1), при использовании соответствующего коэффициента в зависимости от вида продукции, что позволило сопоставить полученные по разным методикам данные, которые дали возможность провести сравнительный анализ.

Таблица 1

Коэффициенты пересчета азота на белок

Наименование	Коэффициент пересчета K	Массовая доля белка B , %
Молоко	6,38	2,8
Творог обезжиренный	6,38	18,0
Творог с массовой долей жира 18 %	6,38	16,0
Отруби	6,31	14,1
Рис	5,95	7,4
Ячмень	5,83	11,5
Овес	5,83	10,1
Рожь	5,83	10,1
Орехи: арахис миндаль фундук все другие орехи	5,41	29,2
	5,18	18,6
	5,30	16,1
	5,30	-
Желатин	5,55	87,2
Все другие продукты	6,25	-

Определение азота (белка) в мясном продукте было проведено на основании ГОСТа 25011-2017 «Межгосударственный стандарт. Мясо и мясные продукты. Методы определения белка».

Для проведения исследования использовали пробу сосиски «молочной».

Для определения точности методики анализ проводился в 10 параллелях.

Ход анализа:

1) Сжигание (минерализация):

В необходимое количество колб Кьельдаля поместили примерно по 15 г безводного сульфата калия и 0,5 г сульфата меди;

На беззольные фильтровальные бумаги отвесили около 2 г подготовленной мясной пробы (сосиски), осторожно поместили в колбы Кьельдаля. Так же в колбы Кьельдаля добавили по 25 см³ серной кислоты. Содержимое колб осторожно перемешали.

Колбы поместили на нагревательное устройство (плитка), осторожно нагрели до появления пенообразования и продолжили сжигание при энергичном кипении до полного растворения проб, пока жидкости в колбах не стали абсолютно прозрачными и не приобрели светлые зелено-голубые окраски. Общая продолжительность минерализации составляла 2 часа.

2) Дистилляция (перегонка):

Все колбы Кьельдаля с содержимым после сжигания охладили до температуры 40°C, осторожно добавили по 50 см³ дистиллированной воды, перемешали и охладили до комнатной температуры. После охлаждения провели дистилляцию водяным паром для чего монтировали соответствующую установку.

После подключения колбы Кьельдаля с пробой после сжигания к установке, в колбу добавили 100 см³ раствора гидроокиси натрия. В качестве приемника применили химический стакан вместимостью 500 см³, в который налили 50 см³ раствора борной кислоты и четыре капли индикатора Таширо. Колбу поместили под холодильник установки для перегонки таким образом, чтобы нижний конец холодильника был полностью погружен в жидкость. С момента кипения содержимого колбы, обогрев продолжили еще в течение 20 мин., после получения не менее 150 см³ дистиллята перегонку закончили, а конец холодильника сполоснули водой и проверили изменение окраски конденсата, стекающего из холодильника при помощи лакмусовой бумажки. Отсутствие изменений окраски свидетельствовало о завершении перегонки. То же самое провели со всеми колбами мясного продукта.

3) Титрование

Содержимое стакана после дистилляции титровали раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³ с помощью бюретки. Полученные результаты титрования использовали для вычисления массовой доли общего азота и последующего пересчета на белок.

Также, провели контрольный опыт, поместив в контрольную колбу Кьельдаля вместо испытуемой пробы кусочек беззольной фильтровальной бумаги.

Массовую долю белка X , %, вычислили по формуле:

$$X = \frac{0,0014 \cdot (V_1 - V_2) \cdot K \cdot 100}{m} \cdot 6,25$$

где 0,0014 - количество азота, эквивалентное 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты

V1 - объем 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты или объем 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование исследуемой пробы, см³;

V2 - объем 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты или объем 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

K - коэффициент поправки к номинальной концентрации раствора соляной кислоты;

100 - коэффициент пересчета в проценты;

m - масса пробы, г;

6,25 - коэффициент пересчета на белок.

Таблица 2

Результаты обсчета проведенных исследований мясного продукта по ГОСТ 25011-2017

№ п/п	m1	m2	V1	V2	V0	X1	X2
1	2	2,0001	31,747	31,747	0,2	13,802	13,801
2	2	2	31,743	31,746	0,2	13,800	13,801
3	2,0001	2	31,747	31,743	0,2	13,801	13,800
4	2	2	31,746	31,75	0,2	13,801	13,803
5	2	2	31,749	31,745	0,2	13,803	13,801
6	2	2	31,765	31,753	0,2	13,810	13,804
7	2	2	31,763	31,748	0,2	13,809	13,802
8	2	2	31,754	31,749	0,2	13,805	13,803
9	2	2	31,761	31,745	0,2	13,808	13,801
10	2	2	31,755	31,754	0,2	13,805	13,805

Далее был произведен обсчет точности методики ГОСТ 25011-2017 по Р 50.2.060-2008, сравнены метрологические характеристики методики ГОСТ 25011-2017 и метрологические характеристики, полученные в ходе эксперимента в лаборатории по этому же ГОСТу.

Таблица 3

Значения по методике ГОСТ 25011-2017

σ_r (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_{с(отн)}$
0,10	0,20	0,15

Таблица 4

Значения, полученные при эксперименте по ГОСТ 25011-2017

σ_r (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_{с(отн)}$	$\pm\Delta$ (отн)
0,02	0,02	0,08	0,09

Вывод: Значения повторяемости, промежуточной прецизионности, точности в лаборатории не превышают значения аттестованной методики.

Определение азота (белка) в молочном продукте (сметана) провели по ГОСТ 34454-2018 «Межгосударственный стандарт. Продукция молочная. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля»

В стаканчики с крышками и вложенными в них стеклянными палочками, не выступающими за его края, поместили и взвесили необходимое количество пробы сметаны. С помощью палочек, перенесли пробы в колбы Кьельдаля, а пустые стаканчики (без продукта) с крышками и палочками вновь взвесили и по разнице между первым и вторым взвешиваниями установили массу анализируемых проб продуктов.

Для определения точности методики анализ проводился в 10 параллелях.

Ход анализа:

1) Сжигание

В колбы Кьельдаля с навесками добавили по 1,50 - 2,00 г смешанного катализатора, затем осторожно прилили 10 см³ концентрированной серной кислоты и 10 см³ 30%-ного раствора перекиси водорода. Колбы прикрыли и приступили к нагреванию при температуре 450 - 500 °С. В процессе нагревания следили, чтобы жидкость в колбах непрерывно кипела и на стенках колб не оставалось черных несгоревших частиц, смывая их легкими круговыми движениями. После того, как жидкости в колбах обесцветились, нагрев продолжили еще в течение 30 мин. Дали колбам остыть до температуры 20°С, и к содержимому колб прилили от 20 см³ дистиллированной воды и приступили к отгонке аммиака.

2) Дистилляция

Подготовили прибор для отгонки аммиака (такой же, что и при исследовании мясного продукта) под холодильник подставили стакан вместимостью 250 см³ с 25 см³ раствора борной кислоты массовой концентрации 40 г/дм³ и четырьмя каплями смешанного индикатора так, чтобы кончик холодильника был погружен в раствор. Присоединили колбу Кьельдаля с минерализованной пробой. В колбу Кьельдаля добавили раствор гидроокиси натрия. Перегонку проводили 10 мин, считая с того момента, когда раствор борной кислоты в приемной колбе приобрел зеленое окрашивание. После окончания отгонки конец трубки холодильника ополоснули дистиллированной водой и продолжили процесс перегонки еще 2 мин. То же самое провели со всеми колбами молочного продукта.

3) Титрование

Содержимое приемного стакана после дистилляции титровали раствором соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³ до перехода окраски индикатора от зеленого до слабого серо-фиолетового окрашивания.

Обработка результатов измерений

Массовую долю белка X , %, в анализируемой пробе вычислили по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot n \cdot 14,0067 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

где V - объем раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³, израсходованной на титрование испытуемого раствора, см³;

V_1 - объем раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³, израсходованной на титрование в контрольной пробе, см³;

n - фактическая молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм³,
14,0067 - масса азота, эквивалентная 1 дм³ раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм³, г;

K - коэффициент пересчета массовой доли общего азота на массовую долю общего белка;

100 - коэффициент пересчета результатов в проценты;

m - масса анализируемой пробы, г;

1000 - коэффициент пересчета см³ в дм³.

Таблица 5
Результаты обсчета проведенных исследований по ГОСТ 34454-2018

№ п/п	m1	m2	V1	V2	V0	X1	X2
1	0,46	0,42	1,646	1,511	0,1	3,003	3,002
2	0,47	0,43	1,679	1,546	0,1	3,002	3,005
3	0,46	0,46	1,645	1,646	0,1	3,001	3,003
4	0,46	0,47	1,647	1,679	0,1	3,005	3,002
5	0,46	0,46	1,647	1,646	0,1	3,005	3,003
6	0,48	0,46	1,712	1,646	0,1	3,001	3,003
7	0,46	0,43	1,646	1,547	0,1	3,003	3,007
8	0,42	0,41	1,512	1,477	0,1	3,004	3,001
9	0,46	0,42	1,646	1,511	0,1	3,003	3,002
10	0,42	0,46	1,511	1,645	0,1	3,002	3,001

Далее был произведен обсчет точности методики ГОСТ 34454-2018 по Р 50.2.060-2008, сравнены метрологические характеристики методики ГОСТ 25011-2017 и метрологические характеристики, полученные в ходе эксперимента в лаборатории по этому же ГОСТу.

Таблица 6
Значения по методике ГОСТ 34454-2018

σ_r (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_c$ (отн)
0,12	0,20	0,14

Таблица 7
Значения, полученные при эксперименте по ГОСТ 34454-2018

σ_r (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_c$ (отн)	$\pm\Delta$ (отн)
0,06	0,04	0,12	0,14

Вывод: Значения повторяемости, промежуточной прецизионности, точности в лаборатории не превысили значения аттестованной методики.

По ГОСТ 34111-2017 «Межгосударственный стандарт. Продукция соковая. Определение содержания азота методом Кьельдаля» был определен азот (белок) в овощном пюре.

Для проведения сравнительного анализа был взят аттестованный образец овощного пюре с известной массовой долей белка -1,403%. Было проведено 10 серий параллельных исследований этого образца.

Ход анализа:

1) Сжигание

Подготовленные пробы овощного пюре с необходимой массой около 10 г, поместили в пробирки для сжигания, так же в пробирки внесли по две таблетки катализатора, и добавили по 10 см³ пероксида водорода. После прекращения бурной реакции осторожно прилили в каждую пробирку серную кислоту, перемешивая содержимое пробирок для сжигания легкими круговыми движениями после каждого добавления, добиваясь полного растворения продукта.

В гнезда блочного минерализатора поместили пробирки для сжигания, установили вытяжную насадку, которую подключили к скрубберу (водяному насосу), и нагрели до температуры 250 °С, не допуская сильного вспенивания содержимого.

После выдерживания в течение 15 мин установили температуру (420 +/- 10) °С и продолжили минерализацию до образования прозрачного раствора (минерализата) светло-синего или синевато-зеленого цвета, после чего пробирки с полученным минерализатом охладили на воздухе.

2) Дистилляция

Пробирку с минерализатом охладили и осторожно добавили в нее по 20 см³ воды тщательно перемешали круговыми движениями.

В приемный стакан налили 50 см³ раствора борной кислоты, и установили приемный стакан в установке так, чтобы конец выходной трубки холодильника был погружен в раствор борной кислоты. Пробирку с минерализатом присоединили к установке для перегонки, добавили 50 см³ раствора гидроксида натрия, и провели дистилляцию. То же самое провели с другими пробирками.

3) Титрование

Провели титрование полученного дистиллята в конической колбе раствором соляной кислоты до приобретения красного или розового цвета. Так же провели холостой опыт для учета поправки на содержание азота, только вместо овощного пюре взяли 1 г сахарозы. Массовую концентрацию азота в овощном пюре, %, вычислили по формуле

$$X = \frac{1,4 \cdot (V - V_0) \cdot K \cdot 1000}{m}$$

где 1,4 - масса азота, эквивалентная 1 см³ соляной кислоты, концентрацией точно 0,1 моль/дм³, мг/см³;

V - объем раствора соляной кислоты, концентрации точно 0,1 моль/дм³, пошедший на титрование, см³;

V₀ - объем раствора соляной кислоты, концентрации точно 0,1 моль/дм³, пошедший на титрование в холостом определении, см³;

K - коэффициент поправки к концентрации раствора соляной кислоты;

1000 - коэффициент пересчета см^3 в дм^3 ;

m -масса пробы, г.

Таблица 8.

Результаты обседа проведенных исследований по ГОСТ 34111-2017

№ п/п	m1	m2	V1	V2	V0	X1	X2
	9,95	9,97	0,116	0,11599	0,1	1,407	1,403
	9,5	10,002	0,11527	0,11613	0,1	1,406	1,411
	9,9	10	0,11596	0,11615	0,1	1,410	1,413
	9,8	10,008	0,11574	0,11614	0,1	1,405	1,411
	9,31	10,004	0,11496	0,11602	0,1	1,406	1,401
	10,008	10,008	0,11614	0,11612	0,1	1,411	1,409
	9,72	10,005	0,11569	0,11617	0,1	1,412	1,410
	9,11	10,002	0,11467	0,1161	0,1	1,409	1,408
	10,009	10	0,1161	0,11613	0,1	1,407	1,411
	10,2	10,006	0,11643	0,11609	0,1	1,409	1,407

Далее был произведен обседа точности методики ГОСТ 34111-2017 по Р 50.2.060-2008, сравнены метрологические характеристики методики ГОСТ 25011-2017 и метрологические характеристики, полученные в ходе эксперимента в лаборатории по этому же ГОСТу.

Таблица 9.

Значения по методике ГОСТ 34111-2017

σ_r (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_c$ (отн)
3,00	8,30	6,00

Таблица 10.

Значения, полученные при эксперименте по ГОСТ 34111-2017

σ_r (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_c$ (отн)	$\pm\Delta$ (отн)
0,19	0,18	0,81	0,88

Вывод: Значения повторяемости, промежуточной прецизионности, точности в лаборатории не превышают значения аттестованной методики.

Методика фирмы BUCHI

Было проведено определение азота (белка) в выбранных выше пищевых продуктах по методике к прибору, разработанной фирмой BUCHI, которая является простой, быстрой и используется в комбинации с приборами этой же фирмы. Эта методика может использоваться для анализа различных видов пищевой продукции. Проведение анализа в данной методике не зависит от вида продуктов, что отличает ее от других стандартизированных методик на конкретные виды продукции.

Для определения азота (белка) в различных пищевых продуктах использовали Диджестер BUCHI-Digestion-Systems, Скруббер, в комбинации с дистиллятором BUCHI-Kjeldahl-Systems, и автотитратором. Температура кипения в методике BUCHI достигла 370⁰С. Данная методика позволяет проводить сжигание нескольких проб одновременно (до 12 проб включительно).

Ход анализа:

1) Сжигание

В колбы Кьельдаля с заранее подготовленными пробами и навесками около 1 г добавили по 20 см³ серной кислоты (конц.) и по 10 г (2 таблетки) катализатора Кьельдаля. Аккуратно перемешали содержимое колб.

Заранее произвели предварительный прогрев Диджестера в течение 15 мин на максимальной мощности и провели сжигание проб в течение 90 мин. После сжигания колбы Кьельдаля с содержимым охладили до комнатной температуры.

2) Дистилляция

Для проведения дистилляции использовали прибор BUCHI-Kjeldahl-Systems.

Для получения точных результатов при поглощении аммиака использовали раствор борной кислоты 2%.

Таким же образом была проведена аттестация метода по стандартному образцу.

Для аттестации метода провели сжигание и определение азота на эталонных образцах. Для этого использовали образец фенилаланина. Общее содержание азота в фенилаланине равно $w=0,0847$ (8,47%). Для получения более значимых результатов проанализировали данным образом 3 эталонных образца.

Для этого взяли точную навеску 1 г сухого органического вещества. Приготовили 3 холостых опыта в параллелях, для этого использовали только колбы Кьельдаля с реагентами, без пробы, в которые было помещено по 10 г (2 таблетки) смеси катализатора и по 20

см³ серной кислоты (конц.). после чего смесь в колбе перемешивали и производили сжигание в Диджестере, в течение 90 мин. После сжигания образцам дали остыть до комнатной температуры. Сначала определили содержание в 3-х холостых опытах в параллелях. Затем произвели определение в неизвестной пробе и рассчитали среднее значение холостой пробы для получения конечного результата содержания общего азота.

3) Титрование

Для удобства и точности при использовании данной методики использовали автотитратор. Титрование было проведено соляной кислотой 0,1 н., без добавления индикатора, до конечной точки pH=4,65. По достижении точки эквивалентности титрование автоматически прекращалось.

По полученным данным автотитратора, исходя из израсходованного объема соляной кислоты, пошедшей на титрование, произвели расчет общего содержания азота, с дальнейшим пересчетом на белок при использовании необходимого коэффициента в зависимости от вида пищевой продукции.

Расчет общего содержания азота:

$$X = ((V_1 - V_0) \cdot c \cdot 1,4) / m$$

где, X-содержание белка в пробе

V₁-объем титранта, мл

V₀-объем титранта для холостого опыта

c-концентрация титранта

1,4-масса азота, эквивалентная 1 см³ соляной кислоты, концентрацией точно 0,1 моль/дм³

m-навеска пробы

Таблица 11

Обсчет аттестации метода и определение азота на эталонных образцах
(фенилаланин)

Наименование пробы	Масса навеска	Объем, пошедший на титрование, мл	Массовая доля азота, %	Среднее значение
фенилаланин 1	0,400 г	3,963	8,45	

фенилаланин 2	0,400 г	3,967	8,46	8,46
фенилаланин 3	0,400 г	3,963	8,45	
фенилаланин 4	0,400 г	3,963	8,45	
фенилаланин 5	0,400 г	3,967	8,46	
фенилаланин 6	0,400 г	3,972	8,47	

Таблица 12

Результаты определения содержания общего азота в фенилаланине

Стандартный образец	N, №	Воспроизводимость методики	Выход (%)
фенилаланин	8,46	0,43	99,9

Среднее определений для шести образцов фенилаланина 8,46% (теоретическое содержание азота 8,47%). Следовательно, расчетный выход для данного метода равен 99,9%, а воспроизводимость равна 0,43%.

Далее были проведены исследования по методике BUCHI с выбранными образцами, а именно образец сосисок, сметаны и овощного пюре. Расчеты воспроизводимости и точности данной методики приведены ниже.

Таблица 13.

Обсчет, проведенных исследований для мясной продукции по методике BUCHI

№ п/п	m1	m2	V1	V2	V0	X1	X2
1	1,004	1,004	15,937	15,936	0,1	13,802	13,801
2	1,001	1,003	15,891	15,92	0,1	13,803	13,801
3	1,002	1,002	15,904	15,903	0,1	13,801	13,800
4	1,004	1,003	15,937	15,922	0,1	13,802	13,803
5	1,003	1,001	15,922	15,888	0,1	13,803	13,801
6	1,001	1,004	15,888	15,939	0,1	13,801	13,804
7	1,003	1,003	15,921	15,921	0,1	13,802	13,802
8	1,003	1,002	15,92	15,906	0,1	13,801	13,803
9	1,002	1,001	15,903	15,888	0,1	13,800	13,801
10	1,001	1,002	15,891	15,904	0,1	13,803	13,801

Таблица 14

Обсчет, проведенных исследований для молочной продукции (сметана) по методике BUCHI

№ п/п	m1	m2	V1	V2	V0	X1	X2
1	1,004	1,001	3,476	3,464	0,1	3,003	3,002
2	1,003	1,003	3,471	3,47	0,1	3,002	3,001
3	1,002	1,004	3,467	3,475	0,1	3,001	3,003
4	1,003	1,002	3,469	3,468	0,1	3,000	3,002
5	1,003	1,002	3,472	3,469	0,1	3,003	3,003
6	1,003	1,003	3,47	3,472	0,1	3,001	3,003
7	1,002	1,004	3,469	3,473	0,1	3,003	3,001
8	1,002	1,003	3,47	3,47	0,1	3,004	3,001
9	1,002	1,002	3,469	3,468	0,1	3,003	3,002
10	1,003	1,003	3,471	3,47	0,1	3,002	3,001

Таблица 15

Обсчет, проведенных исследований для овощного пюре по методике BUCHI

№ п/п	m1	m2	V1	V2	V0	X1	X2
1	1,002	1,003	1,708	1,706	0,1	1,404	1,401
2	1,002	1,002	1,709	1,706	0,1	1,405	1,402
3	1,001	1,002	1,706	1,706	0,1	1,404	1,402
4	1,002	1,004	1,709	1,71	0,1	1,405	1,403
5	1,003	1,003	1,706	1,706	0,1	1,401	1,401
6	1,004	1,002	1,71	1,709	0,1	1,403	1,405
7	1,003	1,002	1,711	1,707	0,1	1,405	1,403
8	1,003	1,001	1,705	1,702	0,1	1,400	1,400
9	1,002	1,003	1,706	1,705	0,1	1,402	1,400
10	1,003	1,004	1,708	1,708	0,1	1,403	1,401

Результаты и их обсуждение

Метрологические характеристики, полученные в ходе эксперимента в лаборатории по ГОСТ 25011-2017 и метрологические характеристики методики BUCHI в мясном продукте (сосиски) представляют следующее:

Таблица 16

Значения, полученные при эксперименте по ГОСТ 25011-2017

σ_r (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_{с(отн)}$	$\pm\Delta_{(отн)}$
0,02	0,02	0,08	0,09

Таблица 17

Лабораторные значения по методике ВУСНІ

σ_{Γ} (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_{\Sigma}$ (отн)	$\pm\Delta$ (отн)
0,01	0,01	0,08	0,08

Вывод: По результатам исследования следует, что лабораторные значения по методике ВУСНІ не выходят за рамки значений по ГОСТ 25011-2017

Метрологические характеристики, полученные в ходе эксперимента в лаборатории по ГОСТ 34454-2018 и метрологические характеристики методики ВУСНІ в молочном продукте (сметана) представляют следующее:

Таблица 18

Значения, полученные при эксперименте по ГОСТ 34454-2018

σ_{Γ} (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_{\Sigma}$ (отн)	$\pm\Delta$ (отн)
0,06	0,04	0,12	0,14

Таблица 19

Лабораторные значения по методике ВУСНІ

σ_{Γ} (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_{\Sigma}$ (отн)	$\pm\Delta$ (отн)
0,04	0,02	0,11	0,12

Вывод: По результатам исследования следует, что лабораторные значения по методике ВУСНІ не выходят за рамки значений по ГОСТ 34454-2018

Метрологические характеристики, полученные в ходе эксперимента в лаборатории по ГОСТ 34111-2017 и метрологические характеристики методики ВУСНІ представляют следующее:

Таблица 20

Значения, полученные при эксперименте по ГОСТ 34111-2017

σ_{Γ} (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_{\Sigma}$ (отн)	$\pm\Delta$ (отн)
0,19	0,18	0,81	0,88

Таблица 21

Лабораторные значения по методике ВУСНІ

σ_{Γ} (отн)	σ_R (отн)	$\pm\Delta_{\Sigma}$ (отн)	$\pm\Delta$ (отн)
0,10	0,10	0,81	0,83

Вывод: По результатам исследования следует, что лабораторные значения по методике BUCHI не выходят за рамки значений по ГОСТ 34111-2017

Заключение

В данной статье были проведены исследования и осуществлен анализ стандартизированных методик определения азота (белка) в различных пищевых продуктах. Результаты, полученные в ходе эксперимента по методике BUCHI, позволяют сделать выводы о хорошей воспроизводимости этой методики с другими рассмотренными стандартизированными методиками. Статистический обсчет полученных результатов по пищевым продуктам, показал, что значения метрологических характеристик, по методике BUCHI, не выходят за рамки и не превышают значения метрологических характеристик по рассмотренным ГОСТам. Полученные значения позволяют сделать вывод о том, что методика BUCHI является точной, эффективной, обладает хорошей воспроизводимостью и может быть использована в качестве универсальной при определении белка в различных пищевых продуктах. Также она оказалась удобной при исполнении, так как одинаковое выполнение действий при анализе и одинаковое количество используемых реактивов и навесок, дает возможность проводить анализ быстрее, благодаря чему данная методика может быть верифицирована и иметь практическое применение в сфере пищевой промышленности.

Список литературы:

1. Джэйкоб М. Определение азота (белка) в пищевых продуктах и кормах / М. Джэйкоб // Научно-технический журнал «Аналитика». Выпуск №3-2016.
2. Зауэр Е.А., Ершов А.Б. Современные анализаторы для определения азота методом Кьельдаля / Е.А. Зауэр, А.Б. Ершов // ж-л «Аналитика и контроль» Т. 23. № 2. Волгоградский государственный технический университет. Волгоград, 2019. – с. 168-192.
3. Киричевский М., Комарова С. Верификация методики измерений в химической лаборатории / М. Киричевский, С. Комарова // ж-л «Роль технического регулирования и стандартизации в эпоху цифровой экономики» РХТУ им. Д.И. Менделеева. г. Москва. – с. 262-268.

Об авторах:

АРХАНГЕЛОВА Юлия Николаевна – магистр химико-технологического факультета, ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» (170002, г. Тверь, Садовый пер., д.35); e-mail: yuliaarhal1@mail.ru

ПЕТРОВИЧЕВА Марина Владимировна – магистр химико-технологического факультета, ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» (170002, г. Тверь, Садовый пер., д.35); e-mail: marina-sd@mail.ru

ФЕОФАНОВА Мариана Александровна – кандидат химических наук, доцент кафедры неорганической и аналитической химии, ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» (170002, г. Тверь, Садовый пер., д.35); e-mail: m000371@mail.ru

СКОБИН Михаил Игоревич – кандидат химических наук, доцент кафедры неорганической и аналитической химии, ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» (170002, г. Тверь, Садовый пер., д.35); e-mail: Skobin.MI@tversu.ru

**VERIFICATION OF STANDARDIZED METHODS
FOR THE DETERMINATION OF NITROGEN (PROTEIN)
IN FOOD PRODUCTS**

**Y. N. Arkhangelova, M. V. Petrovicheva,
M.A. Feofanova, M.I. Skobin**

Tver State University, Tver

In the presented article, a universal method for determining nitrogen is proposed, with further calculation of protein in various food products. Comparative studies of methods for determining nitrogen (protein) by the Kjeldahl method according to standardized methods in various food products have been carried out, appropriate calculations have been performed with the calculation of metrological characteristics, and verification of the proposed method for determining nitrogen (protein) in food products using the Kjeldahl method has been performed.

Keywords: *Kjeldahl method, verification, determination of nitrogen (protein).*

Дата поступления в редакцию: 08.10.2025.
Дата принятия в печать: 13.10.2025.