

OBJET DE L'ÉTUDE

Lait : dosage des protéines. Comment atteindre et dépasser les exigences de la norme ISO08968-1?



Brève présentation

Dans le but d'optimiser la répétabilité de la teneur en protéines par la méthode de Kjeldahl dans le lait selon les normes officielles telles que AOAC 991.20 ou ISO 8968 - 1, les paramètres de minéralisation ont été modifiés pour obtenir un taux de récupération et une répétabilité les plus élevés possibles (significativement meilleure que 0,038% de protéines).

L'optimum a été trouvé pour un temps de minéralisation de 2 heures à une température de 390°C du bloc de minéralisation KJELDATHERM® KBL20s. La répétabilité entre deux échantillons identiques était significativement meilleure que 0,038% de protéines, celle-ci a même pu être observée dans une série de 20 (!) réplicats.

Seule l'apparence des minéralisats diffère des normes. Bien que celles-ci décrivent une solution limpide après la minéralisation, les échantillons peuvent parfois être encore sombre après la minéralisation selon la méthode décrite ici. Cependant, les bons résultats justifient, de notre point de vue, ce léger écart.

La récupération a été vérifiée avec le L-tryptophane (AppliChem, min. 99%), le taux de récupération moyen était de 99,494% avec la méthode décrite ici. Ainsi, la récupération était nettement plus élevée que le minimum de 98 % requis par les normes.

Paramètres des méthodes et résultats

Échantillon : lait
Numéro de saisie : 3590,3667
Date : 20.09.-19.10.2012
Type d'échantillon : lait

Détails de l'analyse

Eau : déminéralisée ou distillée
Acide sulfurique H₂SO₄, min. 98%
Catalyseur : Kjeltabs Cx similaires Kjelcat Cu
Soude NaOH, 32%
Acide borique H₃BO₃, 2%
Solution titrée : acide chlorhydrique HCl
c= 0,1 mol/l ou acide sulfurique
H₂SO₄ c= 0,05 mol/l

Tous les produits chimiques utilisés doivent présenter une qualité « pour analyse »

Appareils

Balance analytique (0,0001 g)
Bloc de minéralisation Kjeldahl KJELDATHERM® KBL20s, unité d'aspiration TURBOSOG
Distillateur VAPODEST VAPODEST® 50 s c

Préparation des échantillons

Le lait est chauffé à 38 ° C et mélangé dans un bain-marie à 40 ° C Laisser ensuite refroidir à la température ambiante. Le poids de l'échantillon est déterminé par double pesée avec une seringue jetable. L'acide sulfurique est ajouté sur les parois du tube de minéralisation afin de rincer les résidus se trouvant sur les parois.

Échantillon : ~4 g
Catalyseur : 2 Kjeltabs de type CX ou similaire 2 Kjelcat Cu
H₂SO₄ : 20 ml min. 98%



Paramètres KJELDATHERM® KBL 20s :

Durée [min]	Température [°C]	Remarques
	390	Les échantillons sont placés dans un bloc préchauffé
120	390	Au bout de 2 heures, blancs et échantillons sont sortis du bloc

En particulier au début de la minéralisation, les échantillons peuvent mousser, mais la mousse ne doit pas dépasser 2/3 de la hauteur du tube de digestion. Des résidus peuvent rester collés sur les parois du tube, mais ils sont repris au cours de la minéralisation par la condensation de l'acide sulfurique.

L'échantillon doit être clair après la minéralisation, toutefois, une légère coloration foncée était encore fréquemment observée après la minéralisation. Ceci, cependant, n'a eu aucun effet négatif sur les résultats, comme le montrent les données de l'analyse présentées en annexe.

Paramètres VAPODEST® 50sc :

Addition H ₂ O	~90 ml
Addition NaOH	~80 ml
Temps de réaction	0 s.
Temps de distillation	240 s.
Puissance de la vapeur	100%
Aspiration échantillon	30 s.
H ₃ BO ₃	~80ml
Aspiration flacon	30 s.
Titration	C _{eq} = 0,1

Méthode	Position série	Date	Échantillon	Poids net (g)	Blanc [ml]	Consommation [ml]	N [%]	P [%]	Détermination duplicata	
Lait	1	20.09.2012 13:39	3590	3,9856	0,1563	14,9352	0,5194	3,3137		
Lait	2	20.09.2012 13:45	3590	4,0618	0,1563	15,2158	0,5193	3,3133	0,0004	
Lait	3	20.09.2012 13:52	3590	3,9331	0,1563	14,7559	0,5199	3,3172		-0,0039
Lait	4	20.09.2012 13:58	3590	3,7237	0,1563	13,9711	0,5197	3,3154	0,0018	
Lait	5	20.09.2012 14:05	3590	3,8159	0,1563	14,2849	0,5186	3,3088		0,0066
Lait	6	20.09.2012 14:12	3590	3,9434	0,1563	14,8061	0,5204	3,3199	-0,0111	
Lait	7	20.09.2012 14:18	3590	4,2094	0,1563	15,7451	0,5187	3,3095		0,0104
Lait	8	20.09.2012 14:24	3590	4,0130	0,1563	15,0824	0,5210	3,3239	-0,0144	
Lait	9	20.09.2012 14:31	3590	3,7047	0,1563	13,8856	0,5191	3,3118		0,0121
Lait	10	20.09.2012 14:38	3590	4,1220	0,1563	15,4467	0,5196	3,3149	-0,0032	
Lait	11	20.09.2012 14:44	3590	4,2383	0,1563	15,9304	0,5213	3,3260		-0,0110
Lait	12	20.09.2012 14:50	3590	3,8869	0,1563	14,6354	0,5218	3,3289	-0,0030	
Lait	13	20.09.2012 14:57	3590	4,0947	0,1563	15,3363	0,5193	3,3129		0,0160
Lait	14	20.09.2012 15:03	3590	4,0010	0,1563	15,0150	0,5202	3,3188	-0,0058	
Lait	15	20.09.2012 15:10	3590	3,9217	0,1563	14,6804	0,5188	3,3097		0,0091
Lait	16	20.09.2012 15:16	3590	3,8691	0,1563	14,5212	0,5200	3,3179	-0,0082	
Lait	17	20.09.2012 15:23	3590	4,0271	0,1563	15,0520	0,5181	3,3055		0,0124
Lait	18	20.09.2012 15:30	3590	4,1710	0,1563	15,6061	0,5188	3,3102	-0,0047	
Lait	19	20.09.2012 15:36	3590	4,1738	0,1563	15,6212	0,5190	3,3112		-0,0010
Lait	20	20.09.2012 15:43	3590	4,2412	0,1563	15,8801	0,5193	3,3131	-0,0019	
						Valeur maximale	0,5218	3,3289		
						Valeur moyenne	0,5196	3,3151		
						Valeur minimale	0,5181	3,3055		
						Ecart max.	0,0037	0,0235		



Méthode	Position série	Date	Échantillon	Poids net [g]	Blanc [ml]	Consommation [ml]	N [%]	P [%]	Détermination duplicata	
Lait	1	21.09.2012 10:53	3590	4,1874	0,1560	15,5790	0,5159	3,2914		
Lait	2	21.09.2012 10:59	3590	5,3487	0,1560	19,9050	0,5172	3,2996	-0,0082	
Lait	3	21.09.2012 11:06	3590	4,2927	0,1560	16,0820	0,5197	3,3154		-0,0158
Lait	4	21.09.2012 11:12	3590	4,0159	0,1560	15,0300	0,5188	3,3099	0,0056	
Lait	5	21.09.2012 11:19	3590	3,7109	0,1560	13,8520	0,5170	3,2983		0,0116
Lait	6	21.09.2012 11:25	3590	4,1427	0,1560	15,4550	0,5173	3,3001	-0,0019	
Lait	7	21.09.2012 11:31	3590	3,9277	0,1560	14,6950	0,5185	3,3080		-0,0078
Lait	8	21.09.2012 11:37	3590	3,9669	0,1560	14,8390	0,5184	3,3076	0,0004	
Lait	9	21.09.2012 11:44	3590	3,7556	0,1560	14,0450	0,5180	3,3049		0,0026
Lait	10	21.09.2012 11:50	3590	3,8642	0,1560	14,4520	0,5182	3,3060	-0,0011	
Lait	11	21.09.2012 11:57	3590	4,2394	0,1560	15,9070	0,5204	3,3201		-0,0142
Lait	12	21.09.2012 12:03	3590	3,6609	0,1560	13,7220	0,5190	3,3114	0,0087	
Lait	13	21.09.2012 12:10	3590	3,8367	0,1560	14,3120	0,5168	3,2972		0,0142
Lait	14	21.09.2012 12:17	3590	3,9995	0,1560	14,9060	0,5166	3,2958	0,0014	
Lait	15	21.09.2012 12:23	3590	3,9099	0,1560	14,6550	0,5194	3,3139		-0,0182
Lait	16	21.09.2012 12:29	3590	3,8849	0,1560	14,5140	0,5177	3,3027	0,0113	
Lait	17	21.09.2012 12:36	3590	4,1005	0,1560	15,2740	0,5164	3,2946		0,0080
Lait	18	21.09.2012 12:43	3590	3,9932	0,1560	14,9290	0,5182	3,3061	-0,0115	
Lait	19	21.09.2012 13:12	3590	4,1403	0,1560	15,4080	0,5160	3,2920		0,0141
Lait	20	21.09.2012 13:19	3590	4,0088	0,1560	14,9780	0,5179	3,3041	-0,0121	
						Valeur maximale	0,5204	3,3201		
						Valeur moyenne	0,5179	3,3040		
						Valeur minimale	0,5159	3,2914		
						Ecart max.	0,0045	0,0288		

Méthode	Position série	Date	Échantillon	Poids net [g]	Blanc [ml]	Consommation [ml]	N [%]	P [%]	Détermination duplicata	
Lait	1	16.10.2012 13:07	3667	4,0717	0,2023	15,2790	0,5187	3,3090		
Lait	2	16.10.2012 13:16	3667	3,7255	0,2023	14,0800	0,5218	3,3289	-0,0199	
Lait	3	16.10.2012 13:23	3667	4,1337	0,2023	15,6018	0,5218	3,3292		-0,0003
Lait	4	16.10.2012 13:29	3667	4,1002	0,2023	15,4660	0,5214	3,3268	0,0024	
Lait	5	16.10.2012 13:36	3667	3,9186	0,2023	14,7417	0,5197	3,3158		0,0110
Lait	6	16.10.2012 13:42	3667	4,1053	0,2023	15,4515	0,5203	3,3195	-0,0037	
Lait	7	16.10.2012 13:49	3667	4,2131	0,2023	15,8274	0,5195	3,3143		0,0052
Lait	8	16.10.2012 13:56	3667	3,6923	0,2023	13,9341	0,5209	3,3235	-0,0092	
Lait	9	16.10.2012 14:02	3667	3,8203	0,2023	14,3501	0,5187	3,3095		0,0141
Lait	10	16.10.2012 14:09	3667	3,9688	0,2023	14,8952	0,5186	3,3084	0,0011	
Lait	11	16.10.2012 14:16	3667	4,0099	0,2023	15,0945	0,5202	3,3189		-0,0105
Lait	12	16.10.2012 14:22	3667	3,9603	0,2023	14,9183	0,5205	3,3207	-0,0018	
Lait	13	16.10.2012 14:29	3667	4,1726	0,2023	15,6498	0,5186	3,3084		0,0123
Lait	14	16.10.2012 14:35	3667	4,1243	0,2023	15,5270	0,5205	3,3205	-0,0121	
Lait	15	16.10.2012 14:42	3667	4,1194	0,2023	15,4634	0,5189	3,3107		0,0099
Lait	16	16.10.2012 14:49	3667	4,1454	0,2023	15,5674	0,5192	3,3123	-0,0017	
Lait	17	16.10.2012 14:56	3667	4,1413	0,2023	15,5274	0,5183	3,3070		0,0053
Lait	18	16.10.2012 15:02	3667	3,8252	0,2023	14,4547	0,5219	3,3297	-0,0227	
Lait	19	16.10.2012 15:09	3667	4,2073	0,2023	15,7720	0,5184	3,3071		0,0226
Lait	20	16.10.2012 15:16	3667	3,9366	0,2023	14,7825	0,5188	3,3098	-0,0028	
						Valeur maximale	0,5219	3,3297		
						Valeur moyenne	0,5198	3,3165		
						Valeur minimale	0,5183	3,3070		
						Ecart max.	0,0036	0,0227		



Méthode	Position série	Date	Échantillon	Poids net [g]	Blanc [ml]	Consommation [ml]	N [%]	P [%]	Détermination duplicata	
Lait	1	18.10.2012 12:11	3667	3,4133	0,2023	12,8085	0,5173	3,3005		
Lait	2	18.10.2012 12:25	3667	3,6963	0,2023	13,8524	0,5173	3,3002	0,0003	
Lait	3	18.10.2012 12:32	3667	3,5943	0,2023	13,5570	0,5204	3,3204		-0,0202
Lait	4	18.10.2012 12:39	3667	3,8219	0,2023	14,2929	0,5164	3,2947	0,0257	
Lait	5	18.10.2012 12:46	3667	3,6595	0,2023	13,7306	0,5178	3,3036		-0,0089
Lait	6	18.10.2012 12:53	3667	3,7314	0,2023	14,0334	0,5192	3,3125	-0,0089	
Lait	7	18.10.2012 13:00	3667	3,5626	0,2023	13,3612	0,5174	3,3008		0,0117
Lait	8	18.10.2012 13:07	3667	3,8268	0,2023	14,3613	0,5183	3,3065	-0,0056	
Lait	9	18.10.2012 13:15	3667	3,8050	0,2023	14,2601	0,5175	3,3016		0,0048
Lait	10	18.10.2012 13:21	3667	4,4999	0,2023	16,8589	0,5185	3,3079	-0,0062	
Lait	11	18.10.2012 13:28	3667	4,0541	0,2023	15,2076	0,5184	3,3076		0,0003
Lait	12	18.10.2012 13:35	3667	3,9354	0,2023	14,8308	0,5207	3,3218	-0,0142	
Lait	13	18.10.2012 13:42	3667	3,5699	0,2023	13,4644	0,5204	3,3199		0,0019
Lait	14	18.10.2012 13:48	3667	3,9336	0,2023	14,7559	0,5182	3,3063	0,0135	
Lait	15	18.10.2012 13:55	3667	3,9511	0,2023	14,8226	0,5183	3,3068		-0,0004
Lait	16	18.10.2012 14:02	3667	3,8191	0,2023	14,3456	0,5187	3,3095	-0,0027	
Lait	17	18.10.2012 14:09	3667	3,9122	0,2023	14,6109	0,5159	3,2913		0,0182
Lait	18	18.10.2012 14:16	3667	3,8360	0,2023	14,4045	0,5186	3,3086	-0,0173	
Lait	19	18.10.2012 14:22	3667	3,8617	0,2023	14,5230	0,5194	3,3140		-0,0054
Lait	20	18.10.2012 14:29	3667	3,9812	0,2023	14,9423	0,5186	3,3086	0,0054	
						Valeur maximale	0,5207	3,3218		
						Valeur moyenne	0,5184	3,3071		
						Valeur minimale	0,5159	3,2913		
						Ecart max.	0,0048	0,0305		

Méthode	Position série	Date	Échantillon	Poids net [g]	Blanc [ml]	Consommation [ml]	N [%]	P [%]	Détermination duplicata	
Lait	1	19.10.2012 12:13	3667	3,7384	0,2023	14,0532	0,5190	3,3110		
Lait	2	19.10.2012 12:19	3667	3,9010	0,2023	14,7057	0,5208	3,3225	-0,0115	
Lait	3	19.10.2012 12:26	3667	3,8669	0,2023	14,5834	0,5209	3,3235		-0,0010
Lait	4	19.10.2012 12:33	3667	3,8625	0,2023	14,5464	0,5202	3,3187	0,0048	
Lait	5	19.10.2012 12:40	3667	3,9185	0,2023	14,7356	0,5195	3,3144		0,0043
Lait	6	19.10.2012 12:47	3667	3,7295	0,2023	14,0657	0,5207	3,3219	-0,0075	
Lait	7	19.10.2012 12:53	3667	4,1781	0,2023	15,7384	0,5208	3,3230		-0,0011
Lait	8	19.10.2012 13:00	3667	4,0103	0,2023	15,1072	0,5206	3,3214	0,0016	
Lait	9	19.10.2012 13:07	3667	4,0094	0,2023	15,0517	0,5188	3,3097		0,0116
Lait	10	19.10.2012 13:14	3667	3,9677	0,2023	14,8945	0,5187	3,3091	0,0006	
Lait	11	19.10.2012 13:21	3667	3,9054	0,2023	14,7275	0,5210	3,3237		-0,0146
Lait	12	19.10.2012 13:28	3667	4,1788	0,2023	15,7528	0,5212	3,3255	-0,0018	
Lait	13	19.10.2012 13:34	3667	4,1184	0,2023	15,5028	0,5204	3,3200		0,0055
Lait	14	19.10.2012 13:59	3667	4,0040	0,2023	15,0695	0,5201	3,3182	0,0018	
Lait	15	19.10.2012 14:06	3667	4,0282	0,2023	15,1327	0,5192	3,3123		0,0059
Lait	16	19.10.2012 14:13	3667	4,1692	0,2023	15,6593	0,5193	3,3131	-0,0009	
Lait	17	19.10.2012 14:20	3667	3,9925	0,2023	15,0162	0,5197	3,3158		-0,0027
Lait	18	19.10.2012 14:27	3667	4,1946	0,2023	15,8242	0,5217	3,3282	-0,0124	
Lait	19	19.10.2012 14:33	3667	3,9430	0,2023	14,9214	0,5229	3,3360		-0,0078
Lait	20	19.10.2012 14:40	3667	4,2586	0,2023	16,0484	0,5212	3,3252	0,0107	
						Valeur maximale	0,5229	3,3360		
						Valeur moyenne	0,5203	3,3197		
						Valeur minimale	0,5187	3,3091		
						Ecart max.	0,0042	0,0268		



C. Gerhardt – La qualité made in Germany

AUTOMATISER LES METHODES REFERENCES

Les systèmes d'analyse de laboratoire entièrement automatiques de C. Gerhardt sont des appareils extrêmement évolués. Ils automatisent les processus d'analyse récurrents conformément aux standards et normes nationaux et internationaux. Ils fournissent rapidement des résultats d'analyse précis et reproductibles, à moindre coût, tout en préservant les ressources.



Extrait de notre gamme de produits

- + HYDROLYSE ENTIÈREMENT AUTOMATIQUE**
HYDROTHERM – Système d'hydrolyse acide automatique pour la détermination des matières grasses selon Weibull-Stoldt. En association avec SOXTHERM®, HYDROTHERM est une solution idéale pour la détermination des matières grasses totales.
- + EXTRACTION ENTIÈREMENT AUTOMATIQUE DE MATIÈRES GRASSES**
SOXTHERM® - Extracteur rapide et automatique pour la détermination des matières grasses
- + DÉTERMINATION DE CELLULOSE BRUTE ENTIÈREMENT AUTOMATIQUE**
FIBRETHERM® – élaboration entièrement automatique des opérations d'hydrolyse et de filtration lors de la détermination de cellulose brute, ADF et NDF
- + DISTILLATION ENTIÈREMENT AUTOMATIQUE À LA VAPEUR**
VAPODEST® – Système de distillation rapide pour la détermination des protéines et la distillation par entraînement à la vapeur
- + DUMATHERM® - DÉTERMINATION ENTIÈREMENT AUTOMATIQUE DE L'AZOTE**
Détermination de l'azote d'après le principe de la combustion de Jean Dumas

