

ESTUDIO SCIENTÍFICO

COMO SUPERAR NOTABLEMENTE LAS EXIGENCIAS ALTAS DE LA NORMA ISO 8969-1 PARA PROTEÍNA CON UN SIMPLE MÉTODO KJELDAHL



Resumen

Con el objetivo de optimizar la repetibilidad de los contenidos de proteínas según el método Kjeldahl en la leche conforme a las normas oficiales como AOAC 991.20 o ISO 8968 – 1, se variaron los parámetros de digestión para obtener la repetibilidad (significativamente mejor que el 0,038 % de proteína) y recuperación más altas posibles.

El valor óptimo se encontró a las 2 horas de digestión con una temperatura de 390 °C en un bloque de digestión KJELDATHERM® KBL20s. La repetibilidad entre las dos muestras similares fue significativamente mejor que el 0,038 % de proteína; esta repetibilidad pudo mantenerse incluso en una serie de 20 muestras similares.

La única divergencia respecto a las normas aplicadas fue el estado de las muestras tras la digestión. Incluso cuando las normas describen una solución clara después de la digestión, el método aquí descrito puede oscurecer parcialmente las muestras después de la digestión. Los buenos resultados justifican desde nuestro punto de vista esta leve divergencia.

La recuperación se comprobó con L-triptófano (AppliChem, mín. 99 %); el promedio de recuperación se situó en el 99,494 % con el método aquí realizado. De esta forma, la recuperación fue claramente más alta que el 98 % mínimo requerido en las normas.

Datos del método y resultados

Muestra: leche
Número de registro: 3590,3667
Fecha: 20.09.-19.10.2012
Tipo de muestra: leche

Datos analíticos

Agua: desmineralizada o destilada
Ácido sulfúrico H₂SO₄, mín. 98 %
Catalizador: Kjeltabs Cx análogo a Kjelcat Cu
Solución alcalina NaOH, 32 %
Ácido bórico H₃BO₃, 2 %
Solución estándar: ácido clorhídrico HCl c= 0,1 mol/l o bien ácido sulfúrico H₂SO₄ c= 0,05 mol/l

Todas las sustancias químicas utilizadas deben presentar calidad analítica.

Aparatos

Balanza analítica (0,0001 g)
Bloque de digestión Kjeldahl KJELDATHERM® KBL20s, lavador de gases TURBOSOG
Sistema de destilación VAPODEST® 50 s c

Preparación de la muestra

La leche se calienta a 38 °C en un baño María de 40 °C y se mezcla. A continuación se deja enfriar a temperatura ambiente. El peso de la muestra se determina mediante la pesada por diferencia con una jeringuilla desechable. El ácido sulfúrico se añade a través de las paredes del tubo de digestión para enjuagar los residuos de muestra de las paredes.

Muestra: ~4 g
Catalizador: 2 Kjeltabs Typ CX o bien 2 Kjelcat Cu
H₂SO₄: 20 ml mín. 98 %



Parámetros KJELDATHERM® KBL 20s:

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Observaciones
	390	Las muestras se añaden a un bloque precalentado
120	390	Pasadas 2 horas, la muestra y el análisis se enfrían

Especialmente al comienzo de la digestión las muestras pueden formar espuma; la espuma no debería superar 2/3 de la altura del tubo de digestión. En ese momento pueden quedar residuos de muestra pegados a las paredes del tubo; estos pueden enjuagarse durante la digestión mediante el uso de ácido sulfúrico de condensación.

La muestra debería ser clara tras la digestión pero en realidad suele presentar un color ligeramente oscuro tras la digestión. Esto no tiene ningún efecto negativo en los resultados, como muy bien muestran los datos de análisis adjuntos.

Parámetros VAPODEST® 50sc:

Añadir H ₂ O	~90 ml
Añadir NaOH	~80 ml
Tiempo de reacción	0 s
Tiempo de destilación	240 s
Fuerza de vapor	100 %
Succionar muestra	30 s
H ₃ BO ₃	~80 ml
Succionar matraces de vidrio	30 s
Valoración	C _{eq} = 0,1

Método	Posición Serie	Fecha	Muestra	Peso (g)	Valor del blanco [ml]	Consumo [ml]	N [%]	P [%]	Determinación por duplicado	
Leche	1	20.09.2012 13:39	3590	3,9856	0,1563	14,9352	0,5194	3,3137		
Leche	2	20.09.2012 13:45	3590	4,0618	0,1563	15,2158	0,5193	3,3133	0,0004	
Leche	3	20.09.2012 13:52	3590	3,9331	0,1563	14,7559	0,5199	3,3172		-0,0039
Leche	4	20.09.2012 13:58	3590	3,7237	0,1563	13,9711	0,5197	3,3154	0,0018	
Leche	5	20.09.2012 14:05	3590	3,8159	0,1563	14,2849	0,5186	3,3088		0,0066
Leche	6	20.09.2012 14:12	3590	3,9434	0,1563	14,8061	0,5204	3,3199	-0,0111	
Leche	7	20.09.2012 14:18	3590	4,2094	0,1563	15,7451	0,5187	3,3095		0,0104
Leche	8	20.09.2012 14:24	3590	4,0130	0,1563	15,0824	0,5210	3,3239	-0,0144	
Leche	9	20.09.2012 14:31	3590	3,7047	0,1563	13,8856	0,5191	3,3118		0,0121
Leche	10	20.09.2012 14:38	3590	4,1220	0,1563	15,4467	0,5196	3,3149	-0,0032	
Leche	11	20.09.2012 14:44	3590	4,2383	0,1563	15,9304	0,5213	3,3260		-0,0110
Leche	12	20.09.2012 14:50	3590	3,8869	0,1563	14,6354	0,5218	3,3289	-0,0030	
Leche	13	20.09.2012 14:57	3590	4,0947	0,1563	15,3363	0,5193	3,3129		0,0160
Leche	14	20.09.2012 15:03	3590	4,0010	0,1563	15,0150	0,5202	3,3188	-0,0058	
Leche	15	20.09.2012 15:10	3590	3,9217	0,1563	14,6804	0,5188	3,3097		0,0091
Leche	16	20.09.2012 15:16	3590	3,8691	0,1563	14,5212	0,5200	3,3179	-0,0082	
Leche	17	20.09.2012 15:23	3590	4,0271	0,1563	15,0520	0,5181	3,3055		0,0124
Leche	18	20.09.2012 15:30	3590	4,1710	0,1563	15,6061	0,5188	3,3102	-0,0047	
Leche	19	20.09.2012 15:36	3590	4,1738	0,1563	15,6212	0,5190	3,3112		-0,0010
Leche	20	20.09.2012 15:43	3590	4,2412	0,1563	15,8801	0,5193	3,3131	-0,0019	
						Valor máximo	0,5218	3,3289		
						Valor medio	0,5196	3,3151		
						Valor mínimo	0,5181	3,3055		
						Alcance variaciones	0,0037	0,0235		

Método	Posición Serie	Fecha	Muestra	Peso [g]	Valor del blanco [ml]	Consumo [ml]	N [%]	P [%]	Determinación por duplicado	
Leche	1	18.10.2012 12:11	3667	3,4133	0,2023	12,8085	0,5173	3,3005	0,0003	
Leche	2	18.10.2012 12:25	3667	3,6963	0,2023	13,8524	0,5173	3,3002		-0,0202
Leche	3	18.10.2012 12:32	3667	3,5943	0,2023	13,5570	0,5204	3,3204	0,0257	
Leche	4	18.10.2012 12:39	3667	3,8219	0,2023	14,2929	0,5164	3,2947		-0,0089
Leche	5	18.10.2012 12:46	3667	3,6595	0,2023	13,7306	0,5178	3,3036	-0,0089	
Leche	6	18.10.2012 12:53	3667	3,7314	0,2023	14,0334	0,5192	3,3125		0,0117
Leche	7	18.10.2012 13:00	3667	3,5626	0,2023	13,3612	0,5174	3,3008	-0,0056	
Leche	8	18.10.2012 13:07	3667	3,8268	0,2023	14,3613	0,5183	3,3065		0,0048
Leche	9	18.10.2012 13:15	3667	3,8050	0,2023	14,2601	0,5175	3,3016	-0,0062	
Leche	10	18.10.2012 13:21	3667	4,4999	0,2023	16,8589	0,5185	3,3079		0,0003
Leche	11	18.10.2012 13:28	3667	4,0541	0,2023	15,2076	0,5184	3,3076	-0,0142	
Leche	12	18.10.2012 13:35	3667	3,9354	0,2023	14,8308	0,5207	3,3218		0,0019
Leche	13	18.10.2012 13:42	3667	3,5699	0,2023	13,4644	0,5204	3,3199	0,0135	
Leche	14	18.10.2012 13:48	3667	3,9336	0,2023	14,7559	0,5182	3,3063		-0,0004
Leche	15	18.10.2012 13:55	3667	3,9511	0,2023	14,8226	0,5183	3,3068	-0,0027	
Leche	16	18.10.2012 14:02	3667	3,8191	0,2023	14,3456	0,5187	3,3095		0,0182
Leche	17	18.10.2012 14:09	3667	3,9122	0,2023	14,6109	0,5159	3,2913	-0,0173	
Leche	18	18.10.2012 14:16	3667	3,8360	0,2023	14,4045	0,5186	3,3086		-0,0054
Leche	19	18.10.2012 14:22	3667	3,8617	0,2023	14,5230	0,5194	3,3140	0,0054	
Leche	20	18.10.2012 14:29	3667	3,9812	0,2023	14,9423	0,5186	3,3086		
						Valor máximo	0,5207	3,3218		
						Valor medio	0,5184	3,3071		
						Valor mínimo	0,5159	3,2913		
						Alcance variaciones	0,0048	0,0305		

Método	Posición Serie	Fecha	Muestra	Peso [g]	Valor del blanco [ml]	Consumo [ml]	N [%]	P [%]	Determinación por duplicado	
Leche	1	19.10.2012 12:13	3667	3,7384	0,2023	14,0532	0,5190	3,3110	-0,0115	
Leche	2	19.10.2012 12:19	3667	3,9010	0,2023	14,7057	0,5208	3,3225		-0,0010
Leche	3	19.10.2012 12:26	3667	3,8669	0,2023	14,5834	0,5209	3,3235	0,0048	
Leche	4	19.10.2012 12:33	3667	3,8625	0,2023	14,5464	0,5202	3,3187		0,0043
Leche	5	19.10.2012 12:40	3667	3,9185	0,2023	14,7356	0,5195	3,3144	-0,0075	
Leche	6	19.10.2012 12:47	3667	3,7295	0,2023	14,0657	0,5207	3,3219		-0,0011
Leche	7	19.10.2012 12:53	3667	4,1781	0,2023	15,7384	0,5208	3,3230	0,0016	
Leche	8	19.10.2012 13:00	3667	4,0103	0,2023	15,1072	0,5206	3,3214		0,0116
Leche	9	19.10.2012 13:07	3667	4,0094	0,2023	15,0517	0,5188	3,3097	0,0006	
Leche	10	19.10.2012 13:14	3667	3,9677	0,2023	14,8945	0,5187	3,3091		-0,0146
Leche	11	19.10.2012 13:21	3667	3,9054	0,2023	14,7275	0,5210	3,3237	-0,0018	
Leche	12	19.10.2012 13:28	3667	4,1788	0,2023	15,7528	0,5212	3,3255		0,0055
Leche	13	19.10.2012 13:34	3667	4,1184	0,2023	15,5028	0,5204	3,3200	0,0018	
Leche	14	19.10.2012 13:59	3667	4,0040	0,2023	15,0695	0,5201	3,3182		0,0059
Leche	15	19.10.2012 14:06	3667	4,0282	0,2023	15,1327	0,5192	3,3123	-0,0009	
Leche	16	19.10.2012 14:13	3667	4,1692	0,2023	15,6593	0,5193	3,3131		-0,0027
Leche	17	19.10.2012 14:20	3667	3,9925	0,2023	15,0162	0,5197	3,3158	-0,0124	
Leche	18	19.10.2012 14:27	3667	4,1946	0,2023	15,8242	0,5217	3,3282		-0,0078
Leche	19	19.10.2012 14:33	3667	3,9430	0,2023	14,9214	0,5229	3,3360	0,0107	
Leche	20	19.10.2012 14:40	3667	4,2586	0,2023	16,0484	0,5212	3,3252		
						Valor máximo	0,5229	3,3360		
						Valor medio	0,5203	3,3197		
						Valor mínimo	0,5187	3,3091		
						Alcance variaciones	0,0042	0,0268		

C. Gerhardt – Calidad made in Germany

AUTOMATIZACIÓN DE ANÁLISIS NORMALIZADOS

Los sistemas de análisis para laboratorio completamente automáticos de C. Gerhardt son equipos especiales altamente desarrollados. Permiten automatizar procesos recurrentes de análisis conforme a los estándares y normas nacionales e internacionales, proporcionando continuamente resultados precisos y reproducibles de forma rápida y económica con un reducido consumo de recursos y un alto rendimiento.



Estos son algunos de nuestros productos:

- + EXTRACCIÓN DE GRASA COMPLETAMENTE AUTOMÁTICA**
SOXTHERM® – sistema de extracción rápida automático para la determinación de grasa.
- + HIDRÓLISIS COMPLETAMENTE AUTOMÁTICA**
HYDROTHERM – Sistema automático de hidrólisis de ácidos para la determinación de grasa según el método Weibull-Stoldt. En combinación con SOXTHERM® es una solución de sistema ideal para la determinación de la grasa total.
- + DETERMINACIÓN DE FIBRA BRUTA COMPLETAMENTE AUTOMÁTICA**
FIBRETHERM® – ejecución completamente automática de los procesos de ebullición y filtración en la determinación de fibra bruta, ADF y NDF.
- + DESTILACIÓN POR VAPOR DE AGUA COMPLETAMENTE AUTOMÁTICA**
VAPODEST® – Sistema de destilación rápida para la determinación de proteína y la destilación por vapor de agua
- + DUMATHERM® - DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO COMPLETAMENTE AUTOMÁTICA**
Determinación de nitrógeno según el principio de combustión de Jean Dumas

