



Analizado con unidad de digestión automática DKL 20 y sistema de destilación automático kjeldahl con valoración integrada UDK 159
VELP Scientific

DETERMINACIÓN N/PROTEÍNA CEREALES

Método Kjeldahl

PRECISIÓN



REPRODUCIBILIDAD



AUTOMÁTICO



REACTIVOS
EVALUADOS



TRAZABILIDAD



SOLUCIÓN LLAVE
EN MANO

Nuestro departamento de aplicaciones está a su servicio. Consúltenos para demostraciones, cursos de formación y webinars

Referencia: AOAC 979.09 Proteína en grano; AACC 46.11 A

F&F-K-009-2013/A2

INTRODUCCIÓN

Los cereales contienen del 8-15% de diferentes clases de proteínas como albuminas, globulinas, prolaminas, gliadinas, glutelinas and gluteninas.

Su composición química es importante no solo por su propuesta nutricional sino para la masa y el cocido del pan. Gliadinas y gluteninas, en contacto con agua forman gluten, una sustancia lipoproteína que genera viscosidad, elasticidad y cohesión para su masado y que mantenga y alcance su forma. Este se encuentra en muchos cereales y gramíneas como cebada y centeno.

Existe un gran interés en el gluten por sus aplicaciones tecnológicas y también por sus efectos en la salud (celiacos). El Gluten no está de forma natural en el maíz, arroz y avena, pero puede contaminarse en los procesos de fabricación trigo, cebada o centeno.

Con propuestas legales resulta importante conocer el contenido de proteína en cereales y harinas ya que su Calidad comercial depende de ello.

DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO PROTEÍNA EN CEREALES. MÉTODO KJELDAHL

El método Kjeldahl es hoy por hoy el método más utilizado para la determinación del contenido de nitrógeno y proteína en piensos y alimentos gracias a sus elevados niveles de precisión y reproducibilidad unido a su simplicidad operativa.

El moderno método Kjeldahl consiste en una mineralización catalizada de la materia orgánica en una mezcla de ácido sulfúrico y sales de sulfato en ebullición a 400 °C. En este proceso el Nitrógeno ligado a molécula orgánica se transforma en sulfato amónico. Tras llevar la disolución a pH básico con una disolución de sosa se libera como amonio el cual se destila cuantitativamente en corriente de vapor y se determina mediante valoración.

MUESTRAS

Cereales ● Trigo: Valor proteico esperado 14.2% ● Maíz: Valor proteico esperado 8.0%

DIGESTIÓN DE MUESTRA

Moler finamente la muestra mediante un molinillo de cereales (tamaño de partícula 0,5 mm).

Pesar 2 gramos en un recipiente de pesada libre de nitrógeno (ref;CM0486000) y transferirlo a un recipiente d análisis.

En cada tubo de análisis añadir:

- 2 tabletas catalizador VCM (Ref.A00000274; 3.5 gr K_2SO_4 , 0.1 gr $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ Missouri).
- 2 tabletas anti espumas VS (Ref.A00000283).
- 20 ml de ácido sulfúrico concentrado (96-98%).

Preparar algunos blancos con todos los reactivos pero sin muestra.

Conectar la unidad de digestión a una bomba de aspiración adecuada (JP Ref. F30620198) y un sistema neutralizador de humos (SMS Scrubber Ref.F307C0199) para neutralizar los vapores ácidos generados en la fase de digestión.

Digerir la muestra durante 40 minutos a 300 °C y en una segunda etapa 90 minutos a 420 °C, según el método pre programado "Wheat" (n°8 en la unidad DKL 20).

DESTILACIÓN Y VALORACIÓN

Dejar enfriar los tubos a 50-60 °C.

Acondicionar la unidad UDK 159 efectuando el “Check up” presente en el menú del sistema junto al “Wash down”.

Destilar la muestra según el método predefinido n° 8 (muestras de trigo) y n°9 (para otros cereales).

- H₂O (agua dilución): 50 ml.
- H₃BO₃ (4% con indicadores): 30 ml
- Factor proteína: 5.70 (trigo) y 6.25 (otros cereales).
- NaOH (32%): 70 ml.
- H₂SO₄ (0.2 N) Como disolución valorante.

Tiempo de ciclo analítico destilación y valoración: 4 minutos.

RESULTADOS TÍPICOS EN CEREALES

Los resultados se calculan como porcentaje de nitrógeno y como porcentaje de proteína.

Muestra	Cantidad de muestra (g)	Nitrógeno %	Proteína %
Trigo duro	2.014	2.510	14.308
	2.000	2.498	14.238
	2.007	2.498	14.237
	2.006	2.525	14.395
	2.001	2.520	14.365
	Media ± SD%	2.510 ± 0.012	14.309 ± 0.072
	RSD% *	0.494	0.503
Maíz amarillo	2.106	1.260	7.877
	2.004	1.271	7.943
	2.000	1.279	7.997
	2.003	1.289	8.057
	2.028	1.268	7.928
	Media ± SD%	1.274 ± 0.011	7.960 ± 0.069
	RSD% *	0.863	0.865

Valores esperados de proteína 14,2 % para trigo y 8.0 % para maíz.

Factor de proteína; 5.70 para trigo y 6.25 para maíz.

*RSD %= (desviación estándar x 100)/ media.

El procedimiento completo se verifica mediante una disolución patrón de 5 mls de glicina (3%) que contiene 28 mgr de nitrógeno, como sustancia de referencia. Obteniendo una recuperación que debe encontrarse en el rango: 98% - 102%.

CONCLUSIÓN

Los resultados obtenidos son reproducibles y en acuerdo a los valores esperados y con una baja desviación estándar (RSD < 1%) lo que indica su reproducibilidad.

Puntos relevantes método Kjeldahl sistema DKL 20 y UDK 159:

- Elevado nivel de exactitud y precisión.
- Productividad dado su nivel de automatismo.
- Método oficial reconocido en todo el mundo.
- Método fácil llave en mano.
- Ahorra tiempo.
- Costes operativos moderados.



DKL 20



UDK 159

