

Determinação de Nitrogênio/Proteína em Queijos de acordo com o método de Kjeldahl

Referência: IDF 20-1, ISO 8968-1 Second Edition 2014-02-01 Milk and milk products - Determination of nitrogen content; AOAC 991.20 Nitrogen (Total) in Milk

Testado com a Unidade de Digestão Automática de Kjeldahl DKL20 VELP Scientifica (Código S30100210) e Analisador Automático de Kjeldahl UDK 169 com AutoKjel Autosampler (Código S30200160)



Introdução

O leite e outros derivados cumprem um papel de grande importância para a alimentação humana, e são essenciais para o equilíbrio e adequação do racionamento de alimentos. É possível encontrar no mercado diferentes tipos de derivados vindos de espécies variadas de animais como leite de ovelha, leite e queijo de cabra e leite em pó, no qual inclui fórmula infantil com base em leite.

Comumente, esta pode ser processada para a produção de manteiga e queijo, como o queijo “Feta” grego e o queijo “caprino” italiano.

Recentemente, este mercado de derivados do leite tem crescido substancialmente devido a diferentes dietas, como por exemplo, o leite de cabra é muito apreciado por indivíduos com intolerância a lactose devido ao baixo conteúdo de lactose.

Para desenvolver algumas características sensoriais típicas destes produtos derivados do leite, é importante conhecer os componentes do leite puro, no qual também depende do seu conteúdo proteico. Devido ao aumento da demanda e consumo de produtos derivados do leite de cabra/ovelha, análises proteicas se tornaram mais importantes para garantir a segurança e qualidade dos alimentos, além da negociação internacional.

Determinação Proteica em Leite de Cabra de Acordo com o Método de Kjeldahl

Atualmente, o método de Kjeldahl é o mais utilizado para a determinação de nitrogênio e conteúdo proteico em alimentos e rações, graças ao alto nível de precisão, reprodutibilidade e simples aplicação.

O moderno método de Kjeldahl consiste no procedimento de mineralização catalítica de materiais orgânicos em uma solução fervente de ácido sulfúrico e sal sulfito com o bloco digestor a uma temperatura de 400°C. Durante o processo, o nitrogênio orgânico associado é convertido em sulfato de amônia. A alcalinização do componente digerido faz com que a amônia seja liberada, o qual é quantitativamente destilado a vapor e determinada por titulação.

Amostra

Queijo Italiano de Cabra -- Conteúdo proteico; 10-12% de acordo com a produção do lote.

Digestão da Amostra

Homogeneíze manualmente o queijo com uma colher.

Pesar 1,000g de amostra em um recipiente de pesagem livre de nitrogênio (código: CM0486000) e colocar dentro de um tubo teste de 250mL.

Para cada amostra, adicione dentro do tubo:

- 2 tabletes catalizador TST (código CT0006621; 3.5 g K₂SO₄, 0.105 g CuSO₄ x 5H₂O 0.105 g TiO₂)
- 12mL de ácido sulfúrico concentrado (96-98%)

Prepare algumas amostragens dos reagentes como controle (branco).

Conecte a unidade digestora à Bomba de Aspiração (JP - código: F30620198) e um Sistema de Neutralização de Gases (SMS Scrubber – código: F307C0199) para neutralização dos gases gerados a partir dos ácidos durante a fase de digestão.

Digerir as amostras por 15 minutos a 150°C, mais 15 minutos a 250°C e 40 minutos a 420°C de acordo com o método “*milk and derived products*” (n° 1 no DKL20).

Destilação e Titulação

Deixe os tubos resfriarem até uma temperatura de 50 - 60°C.

Condicione a unidade **UDK169 com o AutoKjel Autosampler** ao realizar o Check-Up Automático e Lavagem no Menu do Sistema.

Destile as amostras de acordo com os seguintes parâmetros (método pré-definido n°1):

- H₂O (água de diluição): 50mL
- H₂SO₄ (0.1 N) como solução de titulação
- NaOH (32%): 50mL
- Fator Proteico: 6.38
- H₃BO₃ (4% com indicadores): 30mL

Tempo de análise de Destilação & Titulação: a partir de 4 minutos para um teste.

O condensador de titânio da VELP garante que a temperatura de destilação sempre se mantenha abaixo do limite de segurança estabelecido (35°C), conforme indicado no IDF 20-1 e ISO 8968-1.

Resultados Típicos em Queijo de Cabra

Os resultados são automaticamente calculados pelo UDK169 como uma porcentagem de nitrogênio e uma porcentagem de proteínas. Isto é “proteína” com base no Nitrogênio Total.

Quantidade de Amostra (g)	Nitrogênio %	Proteína %
1.007	1.606	10.245
1.015	1.631	10.407
1.037	1.622	10.351
1.022	1.633	10.421
1.039	1.638	10.452
1.027	1.606	10.247
1.021	1.628	10.389
0.952	1.644	10.488
1.042	1.639	10.457
1.003	1.634	10.427
Média ± %DP	1.628 ± 0.012	10.390 ± 0.079
DPR% *	0.756	0.758

Conteúdo Proteico: 10-12%

Fator Proteico: 6.38

*DPR = (Desvio Padrão * 100)/Média

O procedimento completo foi verificado utilizando 5mL de solução padrão de glicina (3%) contendo 28mg de nitrogênio, como substância referência. A recuperação obtida foi >99%.

Conclusão

Os resultados obtidos são confiáveis e reprodutíveis de acordo com os valores esperados com baixo desvio padrão relativo (DPR < 1%), o qual indica alta reprodução dos resultados.

Os benefícios do método de Kjeldahl ao utilizar o DKL20 e UDK 169 com AutoKjel Autosampler são:

- Alto nível de precisão e reprodutibilidade
- Máxima produtividade e total automação
- Método Internacional Oficial
- Método fácil e confiável
- Economia de tempo
- Baixo custo para corridas