

DIN EN ISO 16634-1

ICS 65.120; 67.060; 67.200.10

Ersatz für
DIN EN ISO 16634-1:2009-03

**Lebensmittelerzeugnisse –
Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff mit dem
Verbrennungsverfahren nach Dumas und Berechnung des Gehaltes an
Rohprotein –
Teil 1: Ölsaatenschrote und Futtermittel (ISO 16634-1:2008);
Deutsche Fassung EN ISO 16634-1:2008**

Food products –
Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas
principle and calculation of the crude protein content –
Part 1: Oilseeds and animal feeding stuffs (ISO 16634-1:2008);
German version EN ISO 16634-1:2008

Produits alimentaires –
Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et
calcul de la teneur en protéines brutes –
Partie 1: Graines oléagineuses et aliments des animaux (ISO 16634-1:2008);
Version allemande EN ISO 16634-1:2008

Gesamtumfang 41 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 16634-1:2008) enthält unverändert die Internationale Norm ISO 16634-1:2008, die vom Unterausschuss SC 10 „Animal feeding stuffs“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) erarbeitet wurde. Es wurde innerhalb der Unterausschüsse ISO/TC 34/SC 2 „Oleaginous seeds and fruits and oilseed meals“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) und ISO/TC 34/SC 10 „Animal feeding stuffs“ beschlossen, ein horizontales Dumas-Verfahren zu erarbeiten.

Die Mitarbeit des DIN beim Europäischen Komitee für Normung (CEN) wird für den Bereich des CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) über das nationale Spiegelgremium, den Arbeitsausschuss „Futtermittel“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

Der Norm-Entwurf DIN EN ISO 16634 wurde nach der zweiten parallelen Umfrage in zwei Teile aufgeteilt. Dieser Teil 1 gilt für Ölsamen und Futtermittel. Ein Teil 2 für Getreide, Hülsenfrüchte und gemahlene Getreideerzeugnisse ist in Vorbereitung (soll als Technische Spezifikation erscheinen).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 542	siehe DIN EN ISO 542
ISO 664	siehe DIN EN ISO 664
ISO 665	siehe DIN EN ISO 665
ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 5983-1	siehe DIN EN ISO 5983-1
ISO 5983-2	siehe DIN EN ISO 5983-2
ISO 6497	siehe DIN EN ISO 6497
ISO 13690	siehe DIN EN ISO 13690
ISO 14891	siehe DIN EN ISO 14891
ISO 20483	siehe DIN EN ISO 20483

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 16634-1:2009-03 wurde folgende Korrektur vorgenommen:

- a) Im Anhang F, in der Tabelle F.1 ist die vorhandene Gleichung in der vorletzten Zeile 'Babynahrung', Spalte 'Umrechnungsgleichung' zu ersetzen.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 16634-1:2009-03

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 542, *Ölsamen — Probenahme*

DIN EN ISO 664, *Ölsamen — Verkleinerung der Laboratoriumsprobe auf die Untersuchungsprobe*

DIN EN ISO 665, *Ölsamen — Bestimmung des Gehaltes an Feuchtigkeit und flüchtigen Bestandteilen*

DIN EN ISO 5983-1, *Futtermittel — Bestimmung des Stickstoffgehaltes und Berechnung des Rohprotein-
gehaltes — Teil 1: Kjeldahl-Verfahren*

DIN EN ISO 5983-2, *Futtermittel — Bestimmung des Stickstoffgehaltes und Berechnung des Rohprotein-
gehaltes — Teil 2: Blockaufschluss/Dampfdestillationsverfahren*

DIN EN ISO 6497, *Futtermittel — Probenahme*

DIN EN ISO 13690, *Getreide, Hülsenfrüchte und Mahlerzeugnisse — Probenahme statischer Partien*

DIN EN ISO 14891, *Milch und Milchprodukte — Bestimmung des Stickstoffgehaltes — Verbrennungs-
verfahren nach Dumas (Routineverfahren)*

DIN EN ISO 20483, *Getreide und Hülsenfrüchte — Bestimmung des Stickstoffgehaltes und Berechnung des
Rohproteingehaltes — Kjeldahl-Verfahren*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1:
Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2:
Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten
Messverfahrens*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Lebensmittelerzeugnisse –
Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff mit dem
Verbrennungsverfahren nach Dumas und Berechnung
des Gehaltes an Rohprotein –
Teil 1: Ölsaatschrote und Futtermittel
(ISO 16634-1:2008)

Food products –
Determination of the total nitrogen content by combustion
according to the Dumas principle and calculation
of the crude protein content –
Part 1: Oilseeds and animal feeding stuffs
(ISO 16634-1:2008)

Produits alimentaires –
Détermination de la teneur en azote total par combustion
selon le principe Dumas et calcul de la teneur
en protéines brutes –
Partie 1: Graines oléagineuses et aliments des animaux
(ISO 16634-1:2008)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 31. Oktober 2008 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Reagenzien	6
6 Prüfeinrichtung	7
7 Probenahme	7
8 Herstellung der Untersuchungsprobe	8
9 Durchführung	8
9.1 Allgemeines	8
9.2 Einwaage	8
9.3 Steuerung des Sauerstoffbedarfs	9
9.4 Kalibrierung	9
9.5 Bestimmung	9
9.6 Nachweis und Auswertung	10
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	10
10.1 Berechnung	10
10.1.1 Stickstoffgehalt	10
10.1.2 Rohproteingehalt	10
10.2 Angabe der Ergebnisse	11
11 Präzision	11
11.1 Ringversuche	11
11.2 Wiederholpräzision	11
11.3 Vergleichpräzision	11
12 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Ablaufdiagramm für die Grundaufführung eines Dumas-Gerätes	13
Anhang B (informativ) Schematische Darstellung geeigneter Typen von Dumas-Geräten	14
Anhang C (informativ) Gerätekalibrierung	17
C.1 Substanzen für die Kalibrierung	17
C.2 Beispiel für die Berechnung des geschätzten Sauerstoffbedarfs	17
C.2.1 Beispiel 1	17
C.2.2 Beispiel 2	18
Anhang D (informativ) Beispiele für Umrechnungsfaktoren vom Stickstoffgehalt zum Proteingehalt	19
Anhang E (informativ) Ringversuchsergebnisse	21
Anhang F (informativ) Zusammenhang zwischen dem Dumas-Stickstoff und dem Kjeldahl-Stickstoff	30
Literaturhinweise	35

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 16634-1:2008) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2009 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder] CENELEC sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EG-Richtlinien.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 16634-1:2008 wurde vom CEN als EN ISO 16634-1:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ISO 16634 besteht unter dem allgemeinen Titel *Lebensmittelerzeugnisse — Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff mit dem Verbrennungsverfahren nach Dumas und Berechnung des Gehaltes an Rohprotein* aus folgenden Teilen:

— Teil 1: *Ölsaatschrote und Futtermittel*

Ein Teil 2 für Getreide, Hülsenfrüchte und gemahlene Getreideerzeugnisse ist in Vorbereitung.

Einleitung

Lange Zeit war das Verfahren nach Kjeldahl das am häufigsten angewendete Verfahren zur Bestimmung des Proteingehaltes von Lebensmittelerzeugnissen. In den letzten Jahren wurde das Verfahren nach Kjeldahl jedoch immer mehr durch das Verfahren nach Dumas verdrängt, das schneller ist und in dem keine Gefahrstoffe zur Anwendung kommen. Obwohl die Grundsätze beider Verfahren unterschiedlich sind, wird bei beiden der Stickstoffgehalt des Erzeugnisses gemessen. Durch Verwendung eines geeigneten Faktors kann Stickstoff in Proteingehalt umgerechnet werden. Der Wert dieses Faktors schwankt je nach dem relativen Anteil an verschiedenen Proteinen und ihrer Aminosäurezusammensetzung in dem jeweiligen Erzeugnis.

Weder beim Verfahren nach Dumas noch beim Verfahren nach Kjeldahl wird zwischen Protein-Stickstoff und Nicht-Protein-Stickstoff unterschieden. In den meisten Fällen sind die Ergebnisse, die mit dem Verfahren nach Dumas ermittelt wurden, etwas höher als die mit dem Verfahren nach Kjeldahl gewonnenen Ergebnisse. Das ist darauf zurückzuführen, dass beim Verfahren nach Dumas fast der gesamte Nicht-Protein-Stickstoff gemessen wird, während beim Verfahren nach Kjeldahl lediglich ein Teil davon gemessen wird.

Unter Beachtung der Tatsache, dass der berechnete Proteingehalt eines Erzeugnisses bei beiden Verfahren den tatsächlichen Wert lediglich in etwa widerspiegelt, ist es eine Ermessensfrage, welches Verfahren angenommen wird. Die beste Lösung sollte die Verwendung eines zweiten Faktors zur Beseitigung des durch den Nicht-Protein-Gehalt der verschiedenen Erzeugnisse verursachten systematischen Fehlers sein. Dieser zweite Faktor muss jedoch für jedes Erzeugnis bestimmt werden, ähnlich wie die vorhandenen Faktoren, die das Verhältnis des Proteingehalts zum Stickstoffgehalt wiedergeben.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 16634 legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gesamtstickstoffgehaltes und zur Berechnung des Rohproteingehaltes von Ölsaatschroten und Futtermitteln fest.

Dieses dem Kjeldahl-Verfahren ähnliche Verfahren unterscheidet nicht zwischen Protein-Stickstoff und Nicht-Protein-Stickstoff. Zur Berechnung des Proteingehaltes werden verschiedene Umrechnungsfaktoren verwendet (siehe Anhang D).

Dieses Verfahren gilt nicht für Milch und Milcherzeugnisse, für welche ein Verfahren in der ISO 14891 | IDF 185 [10] festgelegt ist.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 664, *Oilseeds — Reduction of laboratory sample to test sample*

ISO 665, *Oilseeds — Determination of moisture and volatile matter content*

ISO 771, *Oilseed residues — Determination of moisture and volatile matter content*

ISO 6496, *Animal feeding stuffs — Determination of moisture and other volatile matter content*

ISO 6498, *Animal feeding stuffs — Preparation of test samples*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Stickstoffgehalt

Massenanteil an Gesamtstickstoff, der nach dem in diesem Teil von ISO 16634 festgelegten Verfahren bestimmt wird

ANMERKUNG Der Massenanteil wird in Prozent angegeben.

3.2

Rohproteingehalt

Stickstoffgehalt (3.1) multipliziert mit einem Faktor, üblicherweise 6,25

ANMERKUNG 1 Eine Auflistung weiterer Faktoren für die eventuelle Anwendung bei verschiedenen Erzeugnissen ist im Anhang D angegeben.

ANMERKUNG 2 Die Faktoren zur Berechnung des Rohproteingehaltes aus dem Gesamtgehalt an Stickstoff sind vom Kjeldahl-Verfahren abgeleitet, welches das Bezugsverfahren zur Bestimmung des Gesamtstickstoffgehaltes ist. Da für das Verfahren die gleichen Faktoren wie für das Kjeldahl-Verfahren verwendet werden, muss die Anwendung dieser Faktoren auf Grund von kleinen Unterschieden in den Ergebnissen zwischen dem Kjeldahl- und dem Dumas-Verfahren verifiziert werden.

4 Kurzbeschreibung

Proben werden durch das Erhitzen in einem Verbrennungsrohr in Gase umgewandelt. Aus dem entstehenden Gasgemisch werden störende Bestandteile entfernt. Die Stickstoffverbindungen im Gasgemisch oder ein repräsentativer Teil davon werden in molekularen Stickstoff umgewandelt, der mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor quantitativ erfasst wird. Der Stickstoffgehalt wird mit Hilfe eines Mikroprozessors berechnet.

5 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit oder Reagenzien gleichwertiger Reinheit, wie seitens des Geräteherstellers festgelegt, zu verwenden. Mit Ausnahme der Referenzsubstanzen (5.12) müssen alle Reagenzien frei von Stickstoff sein.

5.1 Trägergas(e): es ist eines von 5.1.1 und 5.1.2 zu verwenden.

5.1.1 Kohlenstoffdioxid, möglichst rein und mit einem Mindestvolumenanteil $\varphi(\text{CO}_2)$ von 99,99 %.

5.1.2 Helium, möglichst rein und mit einem Mindestvolumenanteil $\varphi(\text{He})$ von 99,99 %.

5.2 Sauerstoff, möglichst rein und mit einem Mindestvolumenanteil $\varphi(\text{O}_2)$ von 99,99 %.

5.3 Schwefeldioxid und Halogenabsorptionsmittel, zur Eliminierung des gesamten vorhandenen Schwefels aus der Probe [z. B. Bleichromat (PbCrO_4) oder Stahlwolle].

5.4 Kupferoxid-Platin-Katalysator (als Füllmaterial für das Nachverbrennungsrohr).

Der Platinkatalysator [(5 % Pt auf Aluminiumoxid (Al_2O_3))] wird mit CuO im Verhältnis 1:7 Teilen oder 1:8 Teilen gemäß den Empfehlungen des Herstellers gemischt.

Um Entmischungen auf Grund der unterschiedlichen Schüttdichten der beiden Komponenten zu vermeiden, wird empfohlen, das Gemisch nicht vor dem Füllen des Nachverbrennungsrohres herzustellen. Es empfiehlt sich, den Platinkatalysator und das Kupferoxid mit Hilfe eines geeigneten Trichters gleichzeitig in das Nachverbrennungsrohr einzufüllen.

5.5 Silber- oder Kupferwolle.

Diese sollte vor dem Einfüllen in das Nachverbrennungs- oder Reduktionsrohr aufgelockert werden.

5.6 Siliciumdioxid- (Quarz) oder Glaswolle oder Baumwolle, wie seitens des Geräteherstellers empfohlen.

5.7 Kupfer (draht-, span-, schnitzel- oder pulverförmig) oder Wolfram, zur Füllung des Reduktionsrohres.

Die Benutzung von Kupferdraht kann die Präzision der Untersuchungsergebnisse für Proben mit geringem Stickstoffgehalt (ungefähr 1 % Massenanteil) erhöhen.

5.8 Diphosphorpentoxid (P_2O_5) oder granuliertes Magnesiumperchlorat [$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$] oder ein anderes geeignetes Trägermaterial zum Füllen der Trockenrohre.

5.9 Korundhohlkugeln oder Aluminiumoxidpellets, für das Verbrennungsrohr.

5.10 Kupferoxid (CuO), als Füllmaterial für das Verbrennungsrohr.

5.11 Natriumhydroxid (NaOH) auf Trägermaterial.

5.12 Asparaginsäure- ($C_4H_7NO_4$) oder **Ethylendiamintetraessigsäure-** ($C_{10}H_{16}N_2O_8$) oder **Glutaminsäure-** ($C_5H_9NO_4$) oder **Hippursäure-Standard** ($C_9H_9NO_3$), oder weitere geeignete Referenzsubstanzen mit bekanntem konstantem bestätigtem Stickstoffgehalt.

Die Mindestwiederfindungsrate sollte 99 % Massenanteil betragen.

5.13 Leichtpetroleum, mit einem Siedebereich zwischen 30 °C und 60 °C oder **Aceton** oder **Ethanol**.

6 Prüfeinrichtung

Übliche Laborausrüstung sowie insbesondere Folgendes:

6.1 Analysenwaage, mit der auf 0,000 1 g gewogen werden kann.

6.2 Mühle, für die jeweilige Art der Probe geeignet.

6.3 Sieb, mit einer Maschennennweite von 800 µm oder 1 mm, aus Nichteisenwerkstoff.

6.4 Tiegel (z. B. aus nichtrostendem Stahl, Quarz, Keramik oder Platin hergestellt) oder **Zinnkapseln** oder **stickstofffreies Filterpapier zum Pressen von Pellets**, die für das verwendete Dumas-Gerät geeignet sind.

ANMERKUNG 1 Einige handelsübliche Geräte verfügen über einen automatischen Probenehmer.

ANMERKUNG 2 Einige feste Proben (z. B. Pulver) können zu Pellets gepresst werden.

6.5 Dumas-Gerät¹⁾ ausgestattet mit einem Ofen, der eine festgelegte Temperatur von größer als oder gleich 850 °C halten kann, mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor und einem geeigneten Gerät zur Signalverarbeitung.

Geeignete Dumas-Geräte arbeiten nach dem im Anhang A dargestellten allgemeinen Ablaufplan, obwohl sie sich hinsichtlich der Anordnung und Bestandteile unterscheiden dürfen.

ANMERKUNG Ablaufpläne dreier im Handel erhältlicher Geräte werden beispielhaft in den Bildern B.1, B.2 und B.3 angegeben.

Um Leckstellen zu vermeiden, müssen die zur Abdichtung benutzten O-Ringe vor dem Einsetzen leicht mit einem Hochvakuumfett bestrichen werden.

Die Erfahrung hat gezeigt, dass es wichtig ist, alle Teile aus Quarz und alle Glasgeräte sorgfältig zu reinigen und Fingerabdrücke von den Rohren mit einem geeigneten Lösemittel (z. B. Aceton) zu entfernen, bevor diese in den Ofen eingebracht werden.

7 Probenahme

Dem Labor sollte eine repräsentative Probe zur Verfügung gestellt worden sein. Diese Probe sollte während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder verändert worden sein.

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in diesem Teil von ISO 16634 festgelegten Verfahrens. Als geeignet zu empfehlende Verfahren zur Probenahme sind in ISO 542 [1] für Ölsamen, in ISO 5500 [3] für Ölsaatenrückstände und in ISO 6498 für Futtermittel angegeben.

1) Elementar Analysensysteme, Sumika Chemical Analysis Service und LECO Instruments stellen geeignete handelsübliche Geräte her. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses Gerätes durch ISO. Gleichwertige Geräte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu gleichen Ergebnissen führen.

8 Herstellung der Untersuchungsprobe

Die Laborprobe ist so herzustellen, dass eine homogene Untersuchungsprobe erhalten wird, die repräsentativ ist für Ölsamen (siehe ISO 664) oder Futtermittel (siehe ISO 6498).

Mit einer geeigneten Mühle (6.2) ist die Laborprobe zu mahlen. Im Allgemeinen ist das Grundmaterial bei kleinen Probegrößen (unter 300 mg) durch ein Sieb (6.3) mit einer Maschennennweite von 800 µm oder bei größeren Probegrößen (300 mg oder mehr) durch ein Sieb mit einer Maschennennweite von 1 mm zu sieben [15]. Mühlen, die Teilchengrößen entsprechend den in Tabelle 1 angegebenen Anforderungen erzeugen, führen zu akzeptablen Ergebnissen.

Tabelle 1 — Erforderliche Teilchengröße

Maschennennweite des Siebes µm	Durch das Sieb laufende Menge %
710	100
500	95 bis 100
200	85 oder weniger

Das Mahlen kann zu einem Feuchteverlust führen und deshalb sollte der Feuchtegehalt der gemahlten Probe auch analysiert werden, wenn Stickstoff- oder Proteinwerte auf Basis der Trockensubstanz oder eines konstanten Feuchtegehalts angegeben werden. Die Bestimmung der Feuchte muss nach ISO 665, ISO 771 oder ISO 6496 erfolgen.

Die Wirksamkeit der Mühle darf durch wiederholte Herstellung von gemahlten Proben mit einer 2+1 Mischung aus Getreide und Sojasaaten geprüft werden. Der zu erwartende Variationskoeffizient sollte geringer sein als 2 % Massenanteil.

9 Durchführung

9.1 Allgemeines

Die Anweisungen des Geräteherstellers hinsichtlich der Geräteaufstellung, Optimierung, Kalibrierung und Bedienung sind genau zu befolgen. Das Gerät ist einzuschalten und es muss die Möglichkeit erhalten, sich je nach Verfahrensweise im jeweiligen Labor zu stabilisieren.

Eine Leistungsprüfung des Gerätes sollte täglich mittels der Referenzsubstanzen (5.12) durchgeführt werden. Die Stickstoffwiederfindungsrate sollte > 99,0 % Massenanteil sein.

9.2 Einwaage

Mindestens 0,1 g der Untersuchungsprobe werden auf 0,000 1 g in einen Tiegel oder eine Zinnkapsel oder in stickstofffreies Filterpapier zum Pressen von Pellets (6.4) eingewogen. Bei Proben mit einem niedrigen Proteingehalt (< 1 % Massenanteil) darf die Einwaage je nach Art des verwendeten Dumas-Gerätes und der Art der Einwaage bis auf 3,5 g erhöht werden.

Abhängig von der Art des verwendeten Gerätes kann es notwendig sein, Proben, die mehr als 17 % Massenanteil an Feuchte enthalten, vor der Analyse zu trocknen.

Geringere Mengen können bei Proben mit einem sehr hohen Proteingehalt oder wenn nur sehr geringe Probenmengen vorhanden sind, notwendig sein. Bei Mengen von weniger als 0,1 g muss eine Validierung durchgeführt werden.

9.3 Steuerung des Sauerstoffbedarfs

Die Steuerung des Sauerstoffbedarfs, insbesondere des Sauerstoffflusses, erfolgt nach den Anweisungen des Geräteherstellers.

Zur Stabilisierung der Prüfeinrichtung sind so viele Blindbestimmungen wie möglich durchzuführen, wobei bei jeder Reihe von Stickstoff- oder Proteinbestimmungen anstelle der Probe jeweils die gleiche Masse Saccharose zu verwenden ist, um einen Probelauf zu simulieren. Die Saccharose-Blindprobe liefert die Menge an Stickstoff, die mit den atmosphärischen Gasen eingeleitet und in einer pulverförmigen Quelle von organischem Material eingeschlossen wird. Der Mittelwert der atmosphärischen Blindbestimmungen ist als Fehlerkorrektur bei der Berechnung der Stickstoff- oder Proteinwerte jeder Probe zu verwenden.

9.4 Kalibrierung

Für die Langzeitkalibrierung des Gerätes sind reine Stickstoff-Standardverbindungen, z. B. Asparaginsäure (5.12), mit einem bekannten konstanten Stickstoffgehalt zu verwenden. Drei reine Verbindungen, jede davon in drei unterschiedlichen Konzentrationen, die nach dem Messbereich der tatsächlichen Proben ausgewählt wurden, sind doppelt zu analysieren.

Zum Erstellen einer Kalibrierkurve ist die Verbindung und ihre Menge so zu wählen, dass eine absolute Stickstoffmenge in Verbindung mit den zu analysierenden Matrices nachgewiesen werden kann. Für die Kalibrierung sollten je nach Anwendungsbereich der analysierten Matrices mindestens fünf Standardproben verwendet werden.

Bei über 200 mg Stickstoff ist davon auszugehen, dass die Kalibrierkurve nicht linear ist. In diesem nicht linearen Abschnitt dürfen mehrere kurze Teilabschnitte für die Kalibrierung verwendet werden. Zur Sicherstellung der Kalibrierqualität in diesem Bereich sollte die Masse der Standardproben in Schritten von 1 mg bis 5 mg Stickstoff erhöht werden.

Die Kalibrierung darf auch mit wässrigen Standardlösungen durchgeführt werden.

Zu Beginn einer Bestimmungsreihe ist die Kalibrierung mindestens drei Mal und danach alle 15 bis 25 Proben zu überprüfen, indem entweder eine der Wiederholproben oder eine Probe mit bekanntem Wert analysiert wird. Der so erhaltene Wert darf nicht mehr als 0,05 % Massenanteil an Stickstoff vom zu erwartenden Wert abweichen. Ist das nicht der Fall, sind die Proben nach dem Überprüfen der Funktionstüchtigkeit des Gerätes nochmals zu analysieren.

9.5 Bestimmung

Das Gerät wird in Betrieb gesetzt und die Einwaage nach den Anweisungen des Herstellers eingebracht.

Während der Analyse laufen in dem Gerät folgende Vorgänge ab (siehe Bilder B.1, B.2 und B.3).

Die Einwaage wird, je nach Gerät und zu prüfender Substanz, unter Normbedingungen bei einer Temperatur von mindestens 850 °C quantitativ verbrannt.

Die flüchtigen Zersetzungsprodukte (hauptsächlich molekularer Stickstoff, Stickstoffoxid, Kohlenstoffdioxid und Wasser) werden mit Hilfe des Trägergases (5.1) durch das Gerät transportiert.

Stickstoffoxide werden zu molekularem Stickstoff reduziert und der überschüssige Sauerstoff wird an dem Kupfer oder Wolfram (5.7) in der Reduzierkolonne gebunden.

Wasser wird mit einem mit Magnesiumperchlorat, Diphosphorpentoxid oder einem anderen Trocknungsmittel (5.8) gefüllten Kühler entfernt. Kohlenstoffdioxid wird, außer falls es als Trägergas (5.1.1) verwendet wird, über ein geeignetes Absorptionsmittel, z. B. Natriumhydroxid auf Trägermaterial (5.11), entfernt.