

DIN EN ISO 16634-2

ICS 67.060

Entwurf

Einsprüche bis 2014-12-17
Vorgesehen als Ersatz für
DIN SPEC 1138
(DIN ISO/TS 16634-2):2010-02

**Lebensmittelerzeugnisse –
Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff mit dem
Verbrennungsverfahren nach Dumas und Berechnung des Gehaltes an
Rohprotein –
Teil 2: Getreide, Hülsenfrüchte und gemahlene Getreideerzeugnisse
(ISO/DIS 16634-2:2014);
Deutsche Fassung prEN ISO 16634-2:2014**

Food products –

Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content –

Part 2: Cereals, pulses and milled cereal products (ISO/DIS 16634-2:2014);

German version prEN ISO 16634-2:2014

Produits alimentaires –

Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et calcul de la teneur en protéines brutes –

Partie 2: Céréales, légumineuses et produits céréaliers de mouture

(ISO/DIS 16634-2:2014);

Version allemande prEN ISO 16634-2:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-10-17 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16634-2:2014) enthält unverändert den internationalen Norm-Entwurf ISO/DIS 16634-2:2014, der vom Unterkomitee SC 4 „Cereals and pulses“ (Sekretariat: China) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: Frankreich/Brasilien) erarbeitet wurde. Auf Grund des Beschlusses des CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ wird die Bearbeitung im parallelen Abstimmungsverfahren unter Federführung des ISO/TC 34/SC 4 durchgeführt.

Die Mitarbeit des DIN beim Europäischen Komitee für Normung (CEN) wird für den Bereich des CEN/TC 338 (Sekretariat: Frankreich) über den Arbeitsausschuss NA 057-05-06 AA „Getreide und Getreideerzeugnisse“ des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

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

ISO 712	siehe DIN EN ISO 712
EN ISO 6540	siehe DIN EN ISO 6540

Änderungen

Gegenüber DIN CEN ISO/TS 16634-2 (DIN SPEC 1138):2010-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Veröffentlichungsform wurde von einer Technischen Spezifikation in eine Norm geändert. Inhaltlich und redaktionell ergaben sich keine weiteren Veränderungen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 712, *Getreide und Getreideerzeugnisse – Bestimmung des Feuchtegehaltes – Referenzverfahren*

DIN EN ISO 6540, *Mais – Bestimmung des Feuchtegehalts (von gemahlenden und ganzen Körnern)*

Lebensmittelerzeugnisse — Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff mit dem Verbrennungsverfahren nach Dumas und Berechnung des Gehaltes an Rohprotein — Teil 2: Getreide, Hülsenfrüchte und gemahlene Getreideerzeugnisse (ISO/DIS 16634-2:2014)

Produits alimentaires — Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et calcul de la teneur en protéines brutes — Partie 2: Céréales, légumineuses et produits céréaliers de mouture (ISO/DIS 16634-2:2014)

Food products — Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content — Part 2: Cereals, pulses and milled cereal products (ISO/DIS 16634-2:2014)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

C:\Users\sea\Documents\SEA\Normen
2_(D)_tr.doc STD Version 2.5a

+

Entwürfe\Entwürfe

europäisch\2014\16634-2:2014 ISO 16634

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte.....	6
7 Probenahme	7
8 Herstellung der Untersuchungsprobe	7
9 Durchführung	8
9.1 Allgemeines	8
9.2 Einwaage	8
9.3 Steuerung der Sauerstoffzufuhr.....	8
9.4 Kalibrierung	9
9.5 Bestimmung	9
9.6 Nachweis und Auswertung	9
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	10
10.1 Berechnung	10
10.2 Angabe der Ergebnisse.....	10
11 Präzision	11
11.1 Ringversuche	11
11.2 Wiederholpräzision.....	11
11.3 Vergleichpräzision	11
11.4 Kritische Differenz	11
11.5 Unsicherheit	12
12 Untersuchungsbericht	12
Anhang A (informativ) Ablaufdiagramm für die Grundauführung 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	20
E.1 Allgemeines	20
E.2 Präzisionsdaten für den Stickstoffgehalt	21
E.3 Präzisionsdaten für den Proteingehalt	24
Literaturhinweise	27

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16634-2:2014) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument wird derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 16634-2:2014 wurde vom CEN als prEN ISO 16634-2:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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 wahren 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 Gehalt an Nicht-Protein-Stickstoff 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 Proteingehaltes zum Stickstoffgehalt wiedergeben.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 16634 legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gesamtstickstoffgehaltes und zur Berechnung des Rohproteingehaltes von Getreide, Hülsenfrüchten und gemahlenen Getreideerzeugnissen fest.

Dieses Verfahren unterscheidet, wie auch das Kjeldahl-Verfahren (siehe Literaturhinweise [1] und [6]) nicht zwischen Protein-Stickstoff und Nicht-Protein-Stickstoff. Zur Berechnung des Proteingehaltes werden verschiedene Umrechnungsfaktoren verwendet (siehe Anhang D).

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 712, *Cereals and cereal products — Determination of moisture content — Routine reference method*

ISO 6540, *Maize — Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains)*

ISO 24557, *Pulses — Determination of moisture content — Air-oven method*

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 5,7 für Weizen, Roggen und deren Mahlerzeugnisse und 6,25 für andere Erzeugnisse, die in den Anwendungsbereich dieses Teils von ISO 16634 fallen

ANMERKUNG 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 in diesem Teil von ISO 16634 beschriebene Verfahren die gleichen Faktoren wie für das Kjeldahl-Verfahren verwendet werden, muss die Validität 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 dem die Proben vergast werden, 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 an CO₂ von 99,99 %.

5.1.2 Helium, möglichst rein und mit einem Mindestvolumenanteil an He von 99,99 %.

5.2 Sauerstoff, möglichst rein und mit einem Mindestvolumenanteil an O₂ von 99,99 %.

5.3 Schwefeldioxid und Halogenabsorptionsmittel, zur Eliminierung des gesamten vorhandenen Schwefels aus der Probe [z. B. Bleichromat (PbCrO₄) oder Stahlwolle].

5.4 Kupferoxid-Platin-Katalysator, für das Nachverbrennungsrohr.

Der Platinkatalysator [5 % Pt auf Aluminiumoxid (Al₂O₃)] 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, sondern den Platinkatalysator und das Kupferoxid mit Hilfe eines geeigneten Trichters gleichzeitig in das Nachverbrennungsrohr einzufüllen.

5.5 Silber- oder Kupferwolle.

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

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

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

Die Benutzung von Kupfer oder Wolfram in einer dieser Formen kann die Präzision der Untersuchungsergebnisse für Proben mit geringem Stickstoffgehalt (ungefähr 1 % Massenanteil) erhöhen.

5.8 Diphosphorpentoxid (P₂O₅) oder granuliertes Magnesiumperchlorat [Mg(ClO₄)₂] oder ein anderes geeignetes Trockenmittel 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 (C₄H₇NO₄)- oder Ethylendiamintetraessigsäure (C₁₀H₁₆N₂O₈)- oder Glutaminsäure (C₅H₉NO₄)- oder Hippursäure (C₉H₉NO₃)-Standard, 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 Geräte

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 Nennmaschenweite 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**, 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 Schematische Darstellungen 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 24333 [7] für Getreide und Getreideerzeugnisse angegeben.

8 Herstellung der Untersuchungsprobe

Die Untersuchungsprobe ist aus der Laborprobe so herzustellen, dass eine homogene Untersuchungsprobe erhalten wird.

Mit einer geeigneten Mühle (6.2) ist die Laborprobe zu mahlen. Im Allgemeinen ist das gemahlene Material bei kleinem Probenumfang (unter 300 mg) durch ein Sieb (6.3) mit einer Nennmaschenweite von 800 µm oder bei größerem Probenumfang (300 mg oder mehr) durch ein Sieb mit einer Nennmaschenweite von 1 mm zu sieben. Mühlen, die Teilchengrößen entsprechend den in Tabelle 1 angegebenen Anforderungen erzeugen, führen zu akzeptablen Ergebnissen.

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