

# Merkblatt

der Arbeitsgemeinschaft Getreideforschung e.V., Detmold

Merkblatt Nr. 150

Dezember 1999

## Bestimmung des Proteingehaltes mittels DUMAS-Verbrennungsmethode

Standardmethode der Arbeitsgemeinschaft Getreideforschung e.V. \*)

### 1. Titel

Bestimmung des Proteingehaltes in Getreide und Getreideprodukten für Lebensmittel und Futtermittel nach der DUMAS-Verbrennungsmethode.

### 2. Anwendungsgebiet

Diese Methode erfaßt den gesamten Stickstoffgehalt und ist für alle Getreidearten und Getreideerzeugnisse geeignet.

### 3. Definition

Protein ist ein Standardausdruck für den Gesamtgehalt des Untersuchungsproduktes an Stickstoffverbindungen, der durch Multiplikation des entsprechenden Gesamtstickstoffgehaltes mit einem Umrechnungsfaktor ermittelt wird.

### 4. Prinzip

- 4.1. Die Probe wird in einer sauerstoffreichen Atmosphäre bei etwa 1000° C verbrannt. Hierbei entstehen Stickoxide und molekularer Stickstoff. Nach katalytischer Nachoxidation werden alle Stickoxide in molekularen Stickstoff umgewandelt. Andere Verbrennungsprodukte werden durch eine selektive Absorption entfernt.
- 4.2. Der molekulare Stickstoff wird zu einem Wärmeleitfähigkeit-Detektor geleitet und gemessen.
- 4.3. Der Gesamtstickstoffgehalt wird vom Detektor quantitativ erfaßt. Der Detektor wird mit einem bekannten Stickstoffstandard kalibriert.
- 4.4. Die automatischen Verbrennungsgeräte benötigen ein Trägergas, z.B. Helium oder Kohlendioxid.

### 5. Reagenzien

---

\*) Diese Methode wurde bearbeitet von Dipl.-Ing. Sabine Botterbrodt, Prof. Dr. M.-G. Lindhauer, Dr. E. Rabe und Dr. W. Seibel, Detmold. Sie wurde am 23.11.1999 vom Ausschuß für Getreidechemie der Arbeitsgemeinschaft Getreideforschung e.V. verabschiedet.

- 5.1. **Gase:** Die verschiedenen Stickstoffbestimmungs-Geräte verlangen verschiedene Trägergase für die Stickstoffbestimmung. Hierbei ist den Anweisungen der Gerätehersteller zu folgen. Sämtliche Gase müssen einen Reinheitsgrad von 4.5 (99,995 %) aufweisen. Bei dem Umgang mit den Gasen sind die Sicherheitsvorschriften einzuhalten.
- 5.2. **Kalibrierung:** Die Kalibrierung wird mit Testsubstanzen mit bekanntem Stickstoffgehalt durchgeführt. Dieser Stickstoffstandard muß von höchster Reinheit, wie z.B. EDTA (Ethylendiamintetraessigsäure) oder Asparaginsäure sein.

## 6. Geräte

- 6.1. Labormühle zur Herstellung eines fein gemahlene(n) Produktes (0,8 mm Sieb).
- 6.2. Gerät für die DUMAS-Verbrennungsmethode mit Detektor für die Erfassung des Gesamtstickstoffes (z.B. Elementar Analysensysteme GmbH, Donaustraße 7, D-63452 Hanau, Deutschland oder Leco Instrumente GmbH, Benzstraße 5b, D-85551 Kirchheim bei München, Deutschland).
- 6.3. Analytische Waage mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,0005$  g.

## 7. Bezugsmethoden

- ICC-Standard Nr. 101/1: Musternahme bei Getreide  
 ICC-Standard Nr. 110/1: Praktische Methode zur Wassergehaltsbestimmung in Getreide und Getreideprodukten  
 ICC-Standard Nr. 120: Mechanische Musternahme bei Getreide  
 ICC-Standard Nr. 130: Musternahme von Mahlprodukten (Grieße, Mehle, agglomerierte Mehle und Nachprodukte)  
 ICC-Standard Nr. 138: Mechanische Musternahme von Mahlerzeugnissen

## 8. Durchführung der Untersuchung

- 8.1. Entsprechend den Angaben des betreffenden Geräteherstellers sind die notwendigen Vorbereitungen zu treffen: Aufstellung des Gerätes, Einstellung des Gasflusses und -druckes, Kontrolle der Verbrennungstemperatur.
- 8.2. Die Kalibrierung des betreffenden Gerätes erfolgt entsprechend den Herstellervorschriften. Für die Kalibrierung wird ein geeigneter Stickstoffstandard verwendet (siehe auch 5.2). Man kann auch Getreideproben verwenden, bei denen der Eiweißgehalt nach Kjeldahl bestimmt wurde, um dann einen Vergleich zwischen dem Kjeldahl-Stickstoff und dem DUMAS-Stickstoff zu erhalten. Kontrollproben (ohne Stickstoff) werden ebenfalls untersucht, um die Basislinie zu erhalten.
- 8.3. Man zerkleinert eine ausreichende Getreideprobe (schwarzbesatzfrei) auf einen Feinheitsgrad  $< 0,8$  mm, um ein repräsentatives Muster der Gesamtprobe für die Bestimmung des Gesamtstickstoffes zu erhalten.
- 8.4. Die Probe wird bis auf eine Genauigkeit von 0,001 g eingewogen. Die Einwaagemenge beträgt für Mehl und Schrot ca.  $300 \pm 20$  mg (siehe Herstellerangaben).
- 8.5. Sofern das Muster für die Bestimmung in Pelletform umgewandelt werden muß, ist eine Angleichung der Verbrennungstemperatur und -zeit notwendig.
- 8.6. Die Probe wird anschließend in das Gerät gegeben.

## 9. Darstellung der Ergebnisse

### 9.1. Berechnungsgrundlage

Die Berechnung des Gesamtstickstoffes erfolgt in der Regel automatisch durch die mitgelieferte Software des Gerätes. Die Ergebnisse werden als %-Stickstoff mit zwei Dezimalen angegeben. Für die Umrechnung auf den Proteingehalt verwendet man bei Weizen und bei Weizenmahlerzeugnissen den Faktor 5,7, bei anderen Getreidearten und Getreideerzeugnissen

den Faktor 6,25. Die Proteingehalte werden entweder als Frischsubstanz (as is) oder nach Ermittlung des Feuchtigkeitsgehaltes als Trockensubstanz mit einer Dezimalen angegeben. Die Ergebnisberichte enthalten den Hinweis auf die Methode, den verwendeten Protein-Umrechnungsfaktor und die Feuchtigkeitsbasis.

Die folgende Formel wird bei der Umrechnung der Ergebnisse auf einen spezifischen Feuchtigkeitsgehalt verwendet.

$$P_{\text{ auf X\% Feuchtigkeitsbasis }} = P_{\text{ as is }} * \frac{(100 - X)}{(100 - W)}$$

- P = Protein (%)**  
**W = Feuchtigkeitsgehalt des Musters (%)**  
**X = geforderter spezifischer Feuchtigkeitsgehalt (%)**

Anmerkung:  $P_{\text{ as is }}$  wird mit zwei Dezimalstellen und der spezifischen Feuchtigkeitsgehalt  $W$  mit einer Dezimalstelle angegeben.

## 9.2 Präzision

Die in der Tabelle angeführten statistischen Daten wurden von einem unter der Leitung der Arbeitsgemeinschaft Getreidewissenschaft e.V. durchgeführten Ringversuch berechnet, an dem sich 17 Laboratorien aus 3 Ländern beteiligten.

	WEIZENMEHL			
	Muster # 1	Muster # 2	Muster # 3	Muster # 4
Protein (N x 5,7) [% i. Tr.] Mittelwert	12,18	11,12	12,69	15,71
s(r)	0,0597	0,0409	0,0615	0,0917
rsd(r) [%]	0,490	0,368	0,485	0,584
r	0,1691	0,1158	0,1741	0,2596
s(R)	0,2123	0,2257	0,2057	0,1998
rsd (R) [%]	1,747	2,031	1,621	1,272
R	0,6024	0,6388	0,5822	0,5656

- s (r) = Standardabweichung der Wiederholbarkeit**  
**rsd (r) = Relative Standardabweichung der Wiederholbarkeit**  
**r = Wiederholbarkeit**  
**s (R) = Standardabweichung der Reproduzierbarkeit**  
**rsd (R) = Relative Standardabweichung der Reproduzierbarkeit**  
**R = Reproduzierbarkeit**

Diese Methode basiert auf dem Standard-Methodenentwurf Nr. 167 der ICC (Internationale Gesellschaft für Getreidewissenschaft und -technologie), der AOAC Methode 992.23 sowie auf der RACI (Royal Australian Chemical Institute)-Standardmethode.