

DIN EN 15948

ICS 67.060

**Getreide –
Bestimmung der Feuchte und des Proteins –
Verfahren der Nahinfrarot-Spektroskopie bei ganzen Körnern;
Deutsche Fassung EN 15948:2012**

Cereals –
Determination of moisture and protein –
Method using Near-Infrared-Spectroscopy in whole kernels;
German version EN 15948:2012

Céréales –
Détermination de la teneurs en eau et en protéines –
Méthode utilisant la spectroscopie dans le proche infrarouge sur des grains entiers;
Version allemande EN 15948:2012

Gesamtumfang 22 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist vom Technischen Komitee TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) erarbeitet worden.

Die Mitarbeit des DIN bei CEN wird für den Bereich des CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ über das nationale Spiegelgremium, den Arbeitsausschuss NA 057-05-06 AA „Getreide und Getreideerzeugnisse“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

Für die im Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Die Abkürzung „TS“ bedeutet „Trockensubstanz“.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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*

Deutsche Fassung

Getreide - Bestimmung der Feuchte und des Proteins -
Verfahren der Nahinfrarot-Spektroskopie bei ganzen Körnern

Cereals - Determination of moisture and protein - Method
using Near-Infrared-Spectroscopy in whole kernels

Céréales - Détermination de la teneur en eau et en
protéines - Méthode utilisant la spectroscopie dans le
proche infrarouge sur des grains entiers

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 28. Januar 2012 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-CENELEC 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, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, 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
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Analysenverfahren	4
5.1 Allgemeines	4
5.2 Nahinfrarot-Gerät	4
5.3 Vorhersagemodell	5
5.4 Anfangsvalidierung des Modells	5
5.5 Aktualisierung des Kalibriermodells und Validierung des neuen Modells	6
6 Probenahme	6
7 Durchführung	6
7.1 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	6
7.2 Messung	6
7.3 Lokale Validierung des Verfahrens	7
7.4 Regelmäßige Einstellung des Gerätes	7
7.5 Überprüfung der Messbeständigkeit	7
7.6 Überwachung der Leistungsdaten des Verfahrens	7
8 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	8
9 Genauigkeit und Präzision des Verfahrens	8
9.1 Genauigkeit	8
9.2 Präzision	8
10 Untersuchungsbericht	10
Anhang A (informativ) Ergebnisse eines Muster-Ringversuchs	11
Anhang B (informativ) Validierung des ANN-Vorhersagemodells WB003034	16
B.1 ANN-Vorhersagemodell WB003034 mit zugehöriger Datenbasis	16
B.2 Ergebnisse der Validierung nach EN ISO 12099	16
B.3 Stabilität und Robustheit	18
Literaturhinweise	20

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15948:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2012, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2012 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.

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, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein routinemäßiges Verfahren für die Bestimmung der Feuchte und des Proteins in ganzen Gersten- und Weizenkörnern unter Anwendung eines Nahinfrarot-Spektrophotometers in den folgenden Bestandteilbereichen fest:

Für Weizen:

- Feuchtegehalt mindestens von 8 % bis 22 %;
- Proteingehalt mindestens von 7 % bis 20 %.

Für Gerste:

- Feuchtegehalt mindestens von 8 % bis 22 %;
- Proteingehalt mindestens von 7 % bis 16 %.

In der vorliegenden Europäischen Norm sind die Modalitäten beschrieben, die vom Lieferanten (5.3 und 5.4) und vom Anwender des Verfahrens umzusetzen sind.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in dieser Norm teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

EN ISO 12099:2010, *Futtermittel, Getreide und gemahlene Getreideerzeugnisse — Anleitung für die Anwendung von Nahinfrarot-Spektrometrie (ISO 12099:2010)*

ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN ISO 12099:2010.

4 Kurzbeschreibung

Das Verfahren beruht auf der Nahinfrarot- (NIR-)Spektroskopie, einer indirekten, korrelativen Messtechnik zur Vorhersage der Konzentration von verschiedenen Bestandteilen in organischen Proben. Um die NIR-Spektren mit den Konzentrationen von Feuchte oder Protein, die nach offiziell zugelassenen Standardverfahren bestimmt wurden, in Zusammenhang zu bringen, werden lineare und nichtlineare Regressionsmodelle angewendet (z. B. Künstliches neuronales Netzwerk — en: artificial neural network-ANN, Regression nach der Methode der kleinsten Quadrate — en: Partial Least Square Regression-PLS).

5 Analysenverfahren

5.1 Allgemeines

Dem vorliegenden Dokument entsprechend ist das Analysenverfahren durch eine Kombination zwischen NIR-Gerät und Vorhersagemodell definiert.

5.2 Nahinfrarot-Gerät

Die Messung beruht auf den Messmethoden der diffusen Reflexion oder Transmission. Hierbei wird der Wellenlängenbereich von 700 nm bis 2 500 nm oder Teile davon erfasst oder bei ausgewählten Wellenlängen gemessen.

5.3 Vorhersagemodell

Das Modell für die Vorhersage des Protein- und Feuchtegehalts in ganzen Weizen- und Gerstenkörnern ist unter anderem definiert durch:

- die Anzahl der für die Kalibrierungsentwicklung verwendeten Proben;
- die durch das Modell abgedeckten Bestandteilebereiche für Feuchte und Protein;
- den Temperaturbereich der Proben;
- die Anzahl an beteiligten Referenzlaboratorien und deren Leistung (Leistungsfähigkeit im Hinblick auf die Analysenergebnisse);
- die Robustheit des Modells, d. h. die Anzahl der erfassten Ernten;
- die Kalibrierungsdatei, die durch ihren Namen und IT-Namen (zum Beispiel CHECKSUM) zur Sicherstellung der Integrität definiert ist;
- die erfassten saisonalen, geographischen und genetischen Variationen.

5.4 Anfangsvalidierung des Modells

5.4.1 Allgemeines

Da es sich bei der NIR-Analyse um eine indirekte, korrelative Messmethode handelt, müssen die Ergebnisse gegen analytische, chemische Referenzverfahren validiert werden. Es ist von Bedeutung, dass es sich bei den angewendeten Referenzverfahren um offiziell zugelassene Verfahren handelt, wie z. B. bei den vorstehend angegebenen EN ISO-Normen (Abschnitt 2). Die Validierung dient der Bestimmung des mittleren quadratischen Fehlers (des Unsicherheitsmaßes) der Vorhersage, der gleichzeitig von der Korrelation, der systematischen Abweichung (en: bias) und der Steigung (en: slope) abhängt.

Der mittlere quadratische Fehler zwischen den Verfahren zur chemischen Analyse und den Vorhersagen muss mit den Leistungsspezifikationen der Kalibrierung und/oder der früheren Leistungsfähigkeit der Kalibrierung verglichen werden.

5.4.2 Probensatz für die Anfangsvalidierung

Die Anfangsvalidierung eines Kalibriermodells ist in Übereinstimmung mit der EN ISO 12099 unter Anwendung unabhängiger Prüfsätze von Weizen- und Gerstenproben aus verschiedenen Ländern, die mit Hilfe der in Abschnitt 2 angegebenen Referenzverfahren analysiert wurden, durchzuführen.

Anforderungen an den Probensatz für die Validierung sind:

- mindestens 200 Proben aus 10 Ländern (mindestens 20 repräsentative Proben je Land), gleichmäßig über den Bestandteilebereich verteilt;
- die Größe eines Teilbereichs ohne Referenzprobe darf 0,3 % nicht überschreiten;
- unterschiedliche Scans von einer Probe dürfen nicht als unterschiedliche Proben betrachtet werden;
- im Datensatz müssen saisonabhängige Einflüsse über einen Zeitraum von mindestens drei Jahren, temperaturbedingte Einflüsse, Geräteabweichungen und die Variabilität der Referenzdaten enthalten sein.