

DIN EN ISO 12099



ICS 65.120

Ersatz für
DIN EN ISO 12099:2010-11

**Futtermittel, Getreide und gemahlene Getreideerzeugnisse –
Anleitung für die Anwendung von Nahinfrarot-Spektrometrie
(ISO 12099:2017);
Deutsche Fassung EN ISO 12099:2017**

Animal feeding stuffs, cereals and milled cereal products –
Guidelines for the application of near infrared spectrometry (ISO 12099:2017);
German version EN ISO 12099:2017

Aliments des animaux, céréales et produits de mouture des céréales –
Lignes directrices pour l'application de la spectrométrie dans le proche infrarouge
(ISO 12099:2017);
Version allemande EN ISO 12099:2017

Gesamtumfang 42 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 12099:2017) enthält unverändert die internationale Norm ISO 12099:2017, die vom Unterkomitee SC 10 „Animal Feeding Stuff“ (Sekretariat: ISIRI, Iran) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Food Products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) erarbeitet wurde. Auf Grund des Beschlusses des CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) wurde die Bearbeitung im parallelen Abstimmungsverfahren unter Federführung des ISO/TC 34/SC 10 durchgeführt.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“, (Spiegelausschuss zu CEN/TC 327) im DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) verantwortlich.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 712	siehe DIN EN ISO 712
ISO 5983-2	siehe DIN EN ISO 5983-2
ISO 6497	siehe DIN EN ISO 6497
ISO 6865	siehe DIN EN ISO 6865
ISO 9622	siehe DIN ISO 9622
ISO 11085	siehe DIN EN ISO 11085
ISO 13906	siehe DIN EN ISO 13906
ISO 16472	siehe DIN EN ISO 16472
ISO 16634-1	siehe DIN EN ISO 16634-1
ISO 16634-2	siehe DIN EN ISO 16634-2
ISO 20483	siehe DIN EN ISO 20483
ISO 24333	siehe DIN EN ISO 24333

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 12099:2010-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der informative Anhang A (Anleitungen für spezifische NIR-Normen) wurde technisch überarbeitet, z. B. wurde Tabelle A.1 (Kalibriersatz) gestrichen;
- b) der informative Anhang C (Ergänzende Begriffe) wurde neu formatiert sowie technisch und redaktionell überarbeitet;
- c) die Literaturhinweise wurden aktualisiert;
- d) die Norm wurde redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 12099: 2010-11

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

DIN EN ISO 6497, *Futtermittel — Probenahme*

DIN EN ISO 6865, *Futtermittel — Bestimmung des Rohfasergehaltes — Verfahren mit Zwischenfiltration*

DIN EN ISO 11085, *Getreide, Getreideerzeugnisse und Futtermittel — Bestimmung des Rohfettgehaltes und des Gesamtfettgehaltes mit dem Extraktionsverfahren nach Randall*

DIN EN ISO 13906, *Futtermittel — Bestimmung des Gehalts an Säure-Detergens-Faser (ADF) und Säure-Detergens-Lignin (ADL)*

DIN EN ISO 16472, *Futtermittel — Bestimmung des amylase-behandelten neutral gereinigten Fasergehaltes*

DIN EN ISO 16634-1, *Lebensmittelerzeugnisse — Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff mit dem Verbrennungsverfahren nach Dumas und Berechnung des Gehaltes an Rohprotein — Teil 1: Ölsaatschrote und Futtermittel*

DIN EN ISO 16634-2, *Lebensmittelerzeugnisse — Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff mit dem Verbrennungsverfahren nach Dumas und Berechnung des Gehaltes an Rohprotein — Teil 2: Getreide, Hülsenfrüchte und gemahlene Getreideerzeugnisse*

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

DIN EN ISO 24333, *Getreide und Getreideerzeugnisse — Probenahme*

DIN ISO 9622, *Milch und flüssige Milcherzeugnisse — Leitfaden für die Anwendung der Mittel-Infrarot-Spektroskopie*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Futtermittel, Getreide und gemahlene Getreideerzeugnisse —
Anleitung für die Anwendung von Nahinfrarot-Spektrometrie
(ISO 12099:2017)**

Animal feeding stuffs, cereals and
milled cereal products —
Guidelines for the application of
near infrared spectrometry
(ISO 12099:2017)

Aliments des animaux, céréales et
produits de mouture des céréales —
Lignes directrices pour l'application de
la spectrométrie dans le proche infrarouge
(ISO 12099:2017)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 14. Juli 2017 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, 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

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

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
Vorwort.....	5
Einleitung.....	6
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen.....	7
3 Begriffe.....	7
4 Kurzbeschreibung.....	8
5 Prüfgeräte.....	8
6 Kalibrierung und Anfangsvalidierung.....	8
6.1 Allgemeines.....	8
6.2 Referenzverfahren.....	9
6.3 Ausreißer.....	9
6.4 Validierung der Kalibriermodelle.....	10
6.4.1 Allgemeines.....	10
6.4.2 Korrektur der systematischen Abweichung.....	10
6.4.3 Korrektur der Steigung.....	10
6.4.4 Erweiterung des Kalibriersatzes.....	11
6.5 Änderungen in den Mess- und Gerätebedingungen.....	11
7 Statistiken für die Leistungsbeurteilung.....	11
7.1 Allgemeines.....	11
7.2 Graphische Darstellung der Ergebnisse.....	12
7.3 Die systematische Abweichung (Bias).....	13
7.4 Mittlerer quadratischer Fehler der Vorhersage (s_{RMSEP}).....	15
7.5 Standardfehler der Vorhersage (s_{SEP}).....	16
7.6 Steigung.....	18
8 Probenahme.....	19
9 Durchführung.....	20
9.1 Vorbereitung der Untersuchungsprobe.....	20
9.2 Messung.....	20
9.3 Bewertung des Ergebnisses.....	20
10 Überprüfung der Gerätestabilität.....	20
10.1 Kontrollprobe.....	20
10.2 Gerätediagnosen.....	21
10.3 Geräte in einem Netzwerk.....	21
11 Laufende Leistungsprüfung der Kalibrierung.....	21
11.1 Allgemeines.....	21
11.2 Qualitätskontrollkarten mit der Abweichung zwischen Referenz- und NIR-Ergebnissen.....	22
12 Präzision und Genauigkeit.....	23
12.1 Wiederholpräzision.....	23
12.2 Vergleichpräzision.....	23
12.3 Genauigkeit.....	23

12.4	Messunsicherheit	23
13	Untersuchungsbericht	24
Anhang A (informativ) Anleitungen für spezifische NIR-Normen.....		25
Anhang B (informativ) Beispiele für Ausreißer und Qualitätskontrollkarten		26
Anhang C (informativ) Ergänzende Begriffe		32
Literaturhinweise		38

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 12099:2017) 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 von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2018 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 12099:2010.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 12099:2017 wurde von CEN als EN ISO 12099:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 10, *Animal feeding stuffs*.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 12099:2010), die technisch überarbeitet worden ist.

Einleitung

Dieses Dokument wurde unter Verwendung von ISO 21543 | IDF-Norm 201 als Grundlage entworfen, die vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products*, und der International Dairy Federation (IDF) erarbeitet wurde.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gibt Anleitungen für die Bestimmung von Bestandteilen, wie z. B. Feuchte, Fett, Protein, Stärke und Rohfaser, und von Merkmalen, wie z. B. Verdaulichkeit des Futtermittels, von Getreide und gemahlenen Getreideerzeugnissen, mit der Nahinfrarot-Spektroskopie.

Die Bestimmungen basieren auf einer spektrometrischen Messung im Nahinfrarotbereich.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

3.1

Nahinfrarot-Gerät

NIR-Gerät

Gerät, das bei Verwendung unter den in diesem Dokument festgelegten Bedingungen die *Gehalte der Bestandteile* (3.3) und die *technologischen Merkmale* (3.4) in *Futtermitteln* (3.2), in Getreide und gemahlenen Getreideerzeugnissen durch die Beziehungen zu Absorptionen im Nahinfrarotbereich vorhersagt

3.2

Futtermittel

Substanz oder Produkt, einschließlich der Zusatzstoffe, ob verarbeitet, teilweise verarbeitet oder unverarbeitet, die/das für die orale Fütterung von Tieren vorgesehen ist

BEISPIEL Futtermittel, Futterausgangserzeugnisse, Grundfutter, Fleisch- und Knochenmehl, Mischfutter und andere Endprodukte, Haustierfutter usw.

3.3

Gehalt der Bestandteile

Massenanteil von Substanzen, der durch geeignete standardisierte oder validierte chemische Verfahren bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Massenanteil wird häufig in Prozentanteilen angegeben.

Anmerkung 2 zum Begriff: Für Beispiele geeigneter Verfahren siehe Literaturhinweise [1] bis [12].

BEISPIEL Feuchte, Fett, Protein, Rohfaser, Neutral-Detergentien-Faser und Säure-Detergentien-Faser.

3.4

technologisches Merkmal

Eigenschaft oder Zweckmäßigkeit von *Futtermitteln* (3.2), Getreide und gemahlenen Getreideerzeugnissen, die durch geeignete standardisierte oder validierte Verfahren bestimmt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Es ist möglich, NIR-Verfahren für andere als die zuvor aufgelisteten Merkmale und Probenarten zu entwickeln und zu bestätigen, solange das Verfahren dieses Dokumentes beachtet wird. Für die Maßeinheiten der zu bestimmenden Merkmale gelten die in den Referenzverfahren verwendeten Einheiten.

BEISPIEL Verdaulichkeit.

4 Kurzbeschreibung

Aus gesammelten Spektraldaten im Nahinfrarotbereich werden mit Kalibriermodellen, die anhand repräsentativer Proben des betreffenden Produktes entwickelt wurden, Bestandteil- oder Merkmal-Konzentrationen ermittelt.

5 Prüfgeräte

5.1 Nahinfrarot-Geräte

Nahinfrarot-Geräte basieren auf der Messung der diffusen Reflexion oder der Transmission im Nahinfrarot-Wellenlängenbereich von 770 nm bis 2 500 nm ($12\,900\text{ cm}^{-1}$ bis $4\,000\text{ cm}^{-1}$) oder Abschnitten davon oder bei ausgewählten Wellenlängen oder Wellenzahlen. Das optische Prinzip darf streuend (z. B. Gitter-Monochrometer), interferometrisch oder nicht-thermisch (z. B. Leuchtdioden, Laserdioden und Laser) sein. Das Gerät sollte mit einem diagnostischen Prüfsystem für die Prüfung des photometrischen Rauschens und der Vergleichpräzision, der Genauigkeit der Wellenlänge/Wellenzahl und der Präzision der Wellenlänge/Wellenzahl (für scannende Spektralphotometer) ausgerüstet sein.

Um jeden signifikanten Einfluss auszuschließen, der sich aus einer durch die chemische Zusammensetzung oder die physikalischen Eigenschaften der Probe hervorgerufenen Probeninhomogenität ergibt, sollte das Gerät ein(e) ausreichend(e) großes Probenvolumen oder -oberfläche messen. Die Weglänge durch die Probe (Probendicke) bei den Messungen der Transmission sollte nach den Empfehlungen des Herstellers hinsichtlich der Signalintensität zur Erlangung der Linearität und des maximalen Signal/Rausch-Verhältnisses optimiert werden.

5.2 Geeignete Vorrichtung zum Mahlen oder Zermahlen, für die Vorbereitung der Probe (falls notwendig).

ANMERKUNG Änderungen der Zermahl- oder Mahlbedingungen können die NIR-Messungen beeinflussen, zum Beispiel aufgrund von Erwärmung, die flüchtige Bestandteile, wie Wasser, verdrängen kann.

6 Kalibrierung und Anfangsvalidierung

6.1 Allgemeines

Das Gerät muss vor der Anwendung kalibriert werden. Kalibrierung beinhaltet den Vergleich mit einer Referenz und Anpassungsprozesse an dem Instrument. Da mehrere unterschiedliche Kalibriersysteme für NIR-Geräte verwendet werden können, kann kein bestimmtes Verfahren für die Kalibrierung angegeben werden.

Für Erläuterungen der Verfahren zum Kalibrierablauf siehe Literaturhinweis [16] und das entsprechende Handbuch des Herstellers. Für die Validierung ist das Vorhandensein einer ausreichenden Anzahl repräsentativer Proben wichtig, die Variationen in Bereichen, wie beispielsweise die folgenden, abdecken:

- a) Kombinationen und Zusammensetzungsbereiche der Haupt- und Nebenbestandteile der Probe;
- b) saisonabhängige, geographische und genetische Einflüsse auf Grünfutter, Futterausgangsstoffe und Getreide;
- c) Verarbeitungstechniken und -bedingungen;
- d) Lagerbedingungen;
- e) Temperatur der Probe und des Gerätes;
- f) Geräteabweichungen (d. h. Unterschiede zwischen Geräten).

ANMERKUNG Für eine zuverlässige Validierung werden mindestens 20 Proben benötigt.

6.2 Referenzverfahren

Für die Bestimmung von Feuchte, Fett, Protein und anderen Bestandteilen und Merkmalen sollten international anerkannte Referenzverfahren angewendet werden. Für Beispiele siehe Literaturhinweise [1] bis [12].

Das für die Kalibrierung verwendete Referenzverfahren sollte statistisch abgesichert sein. Es ist wichtig, dass die Präzision des Referenzverfahrens bekannt ist.

Soweit möglich sollten Referenzen verwendet werden, die eine Rückführbarkeit der Messung auf das SI (Internationales Einheitensystem) bieten, wie z. B. zertifizierte Referenzmaterialien.

6.3 Ausreißer

In vielen Situationen werden statistische Ausreißer während der Kalibrierung und Validierung beobachtet. Ausreißer können ihre Ursache in NIR-Daten (Spektralausreißer, nachstehend als „x-Ausreißer“ bezeichnet) oder in Fehlern in den Referenzdaten oder daher haben, dass sie ein abweichendes Verhältnis von Referenz- und NIR-Daten haben (nachstehend als „y-Ausreißer“ bezeichnet); für Beispiele siehe Bild B.1 bis Bild B.5.

In der Validierung dürfen Proben nicht als Ausreißer angesehen werden, wenn sie die folgenden Bedingungen erfüllen:

- a) wenn sie innerhalb des Geltungsbereichs der Kalibrierung(en) für die Bestandteile/Merkmale liegen;
- b) wenn ihre Spektraldaten von den Kalibrierproben abgedeckt werden, wie zum Beispiel geschätzt durch die Mahalanobis-Distanz;
- c) wenn das spektrale Residuum unterhalb einer durch den Kalibrierungsprozess festgelegten Grenze liegt;
- d) wenn das Vorhersage-Residuum unterhalb einer durch den Kalibrierungsprozess festgelegten Grenze liegt.

Falls eine Probe als Ausreißer erscheint, dann sollte zunächst geprüft werden, ob sie ein x-Ausreißer ist. Wenn die Probe die bei der Kalibrierung festgelegten Grenzen für x-Ausreißer überschreitet, dann sollte sie entfernt werden. Wenn sie kein x-Ausreißer ist, dann sollte sowohl der Referenzwert als auch der vorhergesagte NIR-Wert z. B. durch wiederholte Messungen geprüft werden. Wenn diese die Originalwerte bestätigen, dann sollte die Probe nicht verworfen werden, und die Validierstatistik sollte diese Probe berücksichtigen. Falls die wiederholten Werte zeigen, dass entweder die ursprünglichen Referenzwerte oder der vorhergesagte NIR-Wert fehlerhaft waren, dann sollten die neuen Werte verwendet werden.