

DIN EN ISO 13906



ICS 65.120

Futtermittel –**Bestimmung des Gehalts an Säure-Detergens-Faser (ADF) und
Säure-Detergens-Lignin (ADL) (ISO 13906:2008);
Deutsche Fassung EN ISO 13906:2008**

Animal feeding stuffs –

Determination of acid detergent fibre (ADF) and acid detergent lignin (ADL) contents
(ISO 13906:2008);

German version EN ISO 13906:2008

Aliments des animaux –

Détermination des teneurs en fibres au détergent acide (ADF) et en lignine sulfurique
(ADL) (ISO 13906:2008);

Version allemande EN ISO 13906:2008

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 13906:2008) enthält unverändert die Internationale Norm ISO 13906:2008, die vom Unterkomitee SC 10 „Food products“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Animal feeding stuffs“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) erarbeitet wurde. Auf Grund des Beschlusses des CEN/TC 327 wurde die Bearbeitung im parallelen Abstimmungsverfahren unter Federführung des ISO/SC 10 durchgeführt.

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.

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

ISO 5725-1 siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2
ISO 6497 siehe DIN EN ISO 6497

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 6497, *Futtermittel — Probenahme*

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

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

**Futtermittel —
Bestimmung des Gehalts an Säure-Detergens-Faser (ADF) und
Säure-Detergens-Lignin (ADL)
(ISO 13906:2008)**

Animal feeding stuffs —
Determination of acid detergent fibre (ADF) and acid
detergent lignin (ADL) contents
(ISO 13906:2008)

Aliments des animaux —
Détermination des teneurs en fibres au détergent acide
(ADF) et en lignine sulfurique (ADL)
(ISO 13906:2008)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 11. Juli 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: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	5
6 Geräte	6
7 Probenahme	7
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	7
9 Durchführung	8
10 Auswertung	10
11 Präzision	11
12 Untersuchungsbericht	14
Anhang A (informativ) Ringversuchsergebnisse	15
Anhang B (informativ) Ringversuchsergebnisse	19
Literaturhinweise	22

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 13906:2008) 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 Januar 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 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.

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 13906:2008 wurde vom CEN als EN ISO 13906:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Internationalen Norm ist möglicherweise mit gefährlichen Stoffen, Verfahrensschritten und Ausrüstungsgegenständen verbunden. Diese Internationale Norm erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsrisiken angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Internationalen Norm, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und die Anwendbarkeit einschränkender örtlicher Vorschriften vor der Anwendung zu bestimmen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gehalts an unlöslichen Säure-Detergens-Faserrückständen (ADF) und Säure-Detergens-Lignin (ADL) in allen Futtermittelarten fest. Die Bestimmungsgrenze für ADF ist 1 % Massenanteil und 1,5 % Massenanteil für ADL.

Ein gravimetrisches Routine- und Referenzverfahren wird angewendet.

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Gehalt an Säure-Detergens-Faser

ADF-Gehalt

Massenanteil an Faserrückständen, erhalten nach der Behandlung mit kationischem Detergens in 0,5 mol/l Schwefelsäure, vorzugsweise zusammengesetzt aus Cellulose, Lignin und unlösliche Proteinkomplexe

ANMERKUNG Der Gehalt an ADF wird als Massenanteil in Prozent angegeben.

3.2

Gehalt an Säure-Detergens-Lignin

ADL-Gehalt

Massenanteil an Rückstand, der verbleibt, nachdem Cellulose und andere organische Substanzen mit 72 % Massenanteil (12,00 mol/l) Schwefelsäure aufgelöst wurden

ANMERKUNG Der Gehalt an ADL wird als Massenanteil in Prozent angegeben.

4 Kurzbeschreibung

ADF wird im ersten Arbeitsgang des Verfahrens bestimmt.

Zur Entfernung von säureunbeständigen Kohlehydraten, Protein, das nicht in Maillard-Produkten gebunden (hitzebeschädigt) ist, und Fetten wird eine kationische Detergens-Lösung verwendet. Die verbleibenden Faserrückstände sind hauptsächlich Cellulose und Lignin (pflanzliche Produkte) oder unlösliche Proteinkomplexe (tierische Produkte und hitzebeschädigte Futtermittel). Der Rückstand wird für die Bestimmung von ADF gewogen.

Im zweiten Arbeitsgang wird der verbliebene Rückstand mit 72 % Massenanteil (12,00 mol/l) Schwefelsäure gelöst, wobei Lignin (ADL) zurückbleibt, das gravimetrisch bestimmt wird.

5 Reagenzien

Wenn nicht anders festgelegt, sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und nur destilliertes oder deionisiertes Wasser oder Wasser von mindestens gleichwertiger Reinheit zu verwenden.

5.1 Säure-Detergens-Lösung, 20 g Cetyl(trimethyl)ammoniumbromid (technisch rein) sind zu 1 l Schwefelsäure mit einer Konzentration von 0,5 mol/l, die zuvor standardisiert wurde, hinzuzufügen. Zum Erleichtern des Lösens ist zu rühren.

5.2 Schwefelsäure, 72 % Massenanteil (12,00 mol/l)

Schwefelsäure (H_2SO_4) ist auf eine relative Dichte von 1,634 bei 20 °C oder 12,00 mol/l wie folgt zu standardisieren:

Die für die Herstellung von 1 000 ml Lösung benötigten Mengen an Säure $m(\text{H}_2\text{SO}_4)$ und Wasser $m(\text{H}_2\text{O})$ in Gramm sind nach folgenden Gleichungen (1) und (2) zu berechnen:

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{100 \times 98,08 \times 12}{w(\text{H}_2\text{SO}_4)} \quad (1)$$

Dabei ist $w(\text{H}_2\text{SO}_4)$ der Massenanteilprüfwert von Schwefelsäure, angegeben in Prozent.

$$m(\text{H}_2\text{O}) = (1\,000 \times 1,634) - m(\text{H}_2\text{SO}_4) \quad (2)$$

Dabei ist 1,634 die relative Dichte von 72 % Massenanteil Schwefelsäure.

Das Wasser ist in einen 1 000-ml-Messkolben einzuwägen und die berechnete Menge an Schwefelsäure ist langsam unter gelegentlichem Schwenken hinzuzufügen. Der Kolben ist in einem Wasserbad zu kühlen, während die erforderliche Masse an Säure hinzugefügt wird. Die Lösung ist auf 20 °C zu kühlen und das Volumen ist zu überprüfen. Der Meniskus sollte bei 20 °C innerhalb von 0,5 cm von der Kalibriermarke liegen. Wenn das Volumen zu groß ist, sind 5 ml Wasser zu entnehmen und 4,55 ml Schwefelsäure hinzuzufügen. Wenn das Volumen zu gering ist, sind 1,5 ml zu entnehmen und 2,5 ml Wasser hinzuzufügen. Bei Bedarf ist diese Verfahrensweise zu wiederholen.

5.3 Filtrationshilfe, Kieselgur¹⁾.

5.4 Aceton, technisch rein.

5.5 n-Octanol, Antischaummittel.

1) Säuregewaschenes Celite und Celite 545 AW sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO. Es dürfen alternative Produkte verwendet werden, wenn sie nachweisbar vergleichbare Ergebnisse liefern.

6 Geräte

Übliche Laborausrüstung und insbesondere Folgendes.

6.1 Analysenwaage

6.1.1 Analysenwaage, mit der auf 0,1 mg gewogen werden kann, mit einer Ablesbarkeit von 0,1 mg.

6.1.2 Analysenwaage, mit einem Messbereich von bis zu 2 500 g, mit einer Ablesbarkeit von 1 g, um Schwefelsäure (5.2) abzuwiegen.

6.2 Mühle, Zyklonmühle oder Schneidmühle oder Rotationsmühle oder eine gleichwertige Mühle, die eine mittlere geometrische Größe von 0,22 mm bis 0,26 mm ermöglicht.

6.3 Trockenschrank

6.3.1 Trockenschrank mit Luftumwälzung, der bei $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ oder $130\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ betrieben werden kann.

6.3.2 Trockenschrank mit Luftumwälzung, der auf $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ gehalten werden kann.

Um das Trocknen von feuchten Proben zu beschleunigen, ohne Faseränderungen zu verursachen, darf auch ein Vakuumofen verwendet werden, der auf $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ gehalten wird.

6.4 Rückflussvorrichtung, mit einzelnen Heizeinheiten und Wasserkühlern. Jede herkömmliche Vorrichtung, die für die Bestimmung von Rohfaser oder amylasebehandelte, neutrale Detergensfaser (aNDF) geeignet ist, ist zulässig. Die Einstellwerte der Heizeinheiten sind so zu kalibrieren, dass 50 ml Wasser innerhalb von 4 min bis 5 min sieden, wenn ein Wasserkühler verwendet wird. Ein Fibertec²⁾-System kann verwendet werden und sollte 50 ml Wasser innerhalb von 10 min zum Sieden bringen.

ANMERKUNG Diese Einstellung lässt erwarten, dass sie zu einer signifikanten Teilchenbewegung während des Rückflusssiedens führt.

6.5 Frittentiegel

Großporige (Porengröße 40 µm bis 60 µm) Tiegel mit einem Fassungsvermögen von 40 ml bis 50 ml oder Fibertec P2²⁾ (Porengröße 40 µm bis 100 µm, Fassungsvermögen 26 ml bis 28 ml). Neue Tiegel sind zu reinigen und für 1 h bei $525\text{ °C} \pm 15\text{ °C}$ zu veraschen. Nach jeder Anwendung sind die Tiegel durch Veraschen für 3 h bei $525\text{ °C} \pm 15\text{ °C}$ zu reinigen, wobei die Asche durch Umdrehen in einer Reinigungsmittellösung und Behandlung mit Ultraschall für 7 min bis 10 min entfernt wird. Die Tiegel sind mit heißem Wasser zu spülen und bei Raumtemperatur für mindestens 30 min in Wasser einzuweichen.

Gelegentlich ist die Filtrationsgeschwindigkeit wie folgt zu prüfen. Jeder Tiegel ist mit 50 ml destilliertem Wasser (25 ml bei Fibertec P2²⁾-Tiegeln) zu füllen und die für das vollständige Leerlaufen ohne Vakuum erforderliche Zeit ist aufzuzeichnen (sie sollte $180\text{ s} \pm 60\text{ s}$ beim Gooch²⁾-Tiegel oder $75\text{ s} \pm 30\text{ s}$ bei P2 betragen). Wenn die Auslaufdauer $< 100\text{ s}$ (oder $< 30\text{ s}$ bei P2) beträgt, ist der Tiegel zu verwerfen. Wenn sie $< 120\text{ s}$ (oder $< 45\text{ s}$ bei P2) beträgt, ist der Tiegel auf Risse in der Filterplatte zu überprüfen. Wenn die Filtration $> 240\text{ s}$ (oder $> 105\text{ s}$ bei P2) in Anspruch nimmt, ist der Tiegel mit einer sauren oder alkalischen Reinigungslösung (Verweis [4]) zu reinigen. Wenn die Reinigung nicht zu einer Verbesserung der Filtrationsgeschwindigkeit führt, ist der Tiegel zu verwerfen.

2) Beispiel für ein geeignetes handelsübliche Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO.