

DIN EN ISO 6498

ICS 65.120

**Futtermittel –
Leitfaden für die Probenvorbereitung (ISO 6498:2012);
Deutsche Fassung EN ISO 6498:2012**

Animal feeding stuffs –
Guidelines for sample preparation (ISO 6498:2012);
German version EN ISO 6498:2012

Aliments des animaux –
Lignes directrices pour la préparation des échantillons (ISO 6498:2012);
Version allemande EN ISO 6498:2012

Gesamtumfang 60 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 6498:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme“, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ erarbeitet. Auf Grund des Beschlusses des CEN/TC 327 wurde die Bearbeitung im parallelen Abstimmungsverfahren unter Federführung des CEN/TC 327 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, wobei EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählernummer veröffentlicht sind:

ISO 664 siehe DIN EN ISO 664

ISO 6497 siehe DIN EN ISO 6497

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 664, *Ölsamen — Verkleinerung der Laboratoriumsprobe auf die Untersuchungsprobe (ISO 664:2008)*

DIN EN ISO 6497, *Futtermittel — Probenahme (ISO 6497:2002)*

Deutsche Fassung

Futtermittel - Leitfaden für die Probenvorbereitung (ISO 6498:2012)

Animal feeding stuffs - Guidelines for sample preparation
(ISO 6498:2012)

Aliments des animaux - Lignes directrices pour la
préparation des échantillons (ISO 6498:2012)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 31. Mai 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 Begriffe	4
2.1 Begriffe in Bezug auf „Probe“	4
2.2 Definitionen in Bezug auf „Parameter“	5
2.3 Beispiele für Eigenschaften von Futtermitteln	6
2.4 Definitionen in Bezug auf „Verfahren zur Probenvorbereitung“	9
3 Kurzbeschreibung	11
4 Betrachtungen zu Fehlern bei der Probenvorbereitung	12
4.1 Fehler bei der Entnahme von Teilproben und andere Fehler	12
4.2 Mindestmasse	13
4.3 Fehler in Verbindung mit Teilungstechniken	14
5 Sicherheitsvorkehrungen	16
6 Geräte	16
7 Durchführung	17
7.1 Allgemeines	17
7.2 Überprüfung der Probe	18
7.3 Mengenreduktion	20
7.4 Teilchengrößenreduktion	23
7.5 Teilweise Trocknung	27
7.6 Grobzerkleinerung	29
7.7 Spezielle Verfahren zur Probenvorbereitung	29
7.8 Lagerung	30
8 Leistungsprüfungen (Qualitätskontrolle)	30
8.1 Allgemeines	30
8.2 Leistungsprüfung in Bezug auf die Mengenreduktion (Teilen)	31
8.3 Leistungsprüfung in Bezug auf die Teilchengrößenreduktion (Mahlen)	32
8.4 Leistungsprüfung in Bezug auf das Mischen	33
9 Futtermittel-Kategorien — besondere Hinweise und Flussdiagramme	34
9.1 Allgemeines	34
9.2 Vogelfutter	35
9.3 Ganze Baumwollsaamen	36
9.4 Mineralstoffmischung	38
9.5 Trockenfutter	39
9.6 Grünfütterarten, einschließlich Silage, Heu, Anwelksilage, totaler Mischration und Nebenprodukten	40
9.7 Ölsaaten und Futtermittel mit hohem Fettgehalt	43
9.8 Große Futtermittelblöcke und Melasse-Futterblöcke	44
9.9 Flüssige Futtermittel	45
9.10 Dosenfutter für Heimtiere	46
9.11 Halbfeuchtes Heimtierfutter und Kauartikel für Hunde	47
9.12 Vormischungen	48
9.13 Grünmehl (Graswürfel) und Luzerne-Heu-Pellets	49
9.14 Strukturierte und klebrige Futtermittel	50
9.15 Futtermittel für Wassertiere	51
Anhang A (informativ) Berechnungen, Beispiele und Tabellen zur Mindestmasse	53
Literaturhinweise	58

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 6498:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme“, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ erarbeitet.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 6498:2012 wurde vom CEN als EN ISO 6498:2012 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt einen Leitfaden zur Herstellung von Untersuchungsproben aus Laboratoriumsproben von Tierfuttermitteln, einschließlich Futtermitteln für Heimtiere fest.

ANMERKUNG 1 Der Leitfaden leitet sich am häufigsten von den Richtlinien des AAFCO (en: Association of American Feed Control Officials) (Verband amerikanischer Kontrollbehörden für Futtermittel) ab (siehe Literaturhinweis [7]).

Der Leitfaden wird von speziellen Anweisungen und Vorschriften zur Probenvorbereitung aufgehoben, die durch spezifische Analysenverfahren gefordert werden.

ANMERKUNG 2 Solche Analyseverfahren werden von ISO und CEN entwickelt.

ANMERKUNG 3 Diese Internationale Norm enthält keinen speziellen Leitfaden zur Probenvorbereitung für die mikrobiologische Analyse von Mikroorganismen, wie z. B. Hefen, Bakterien und Schimmelpilze. Trotzdem sind für Mikroorganismen, die als Futtermittelzusätze (Probiotika) verwendet werden, einige wichtige Gesichtspunkte zur Probenvorbereitung genannt.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1 Begriffe in Bezug auf „Probe“

2.1.1

Partie

Menge eines Materials, die als Bestandteil desselben Produktionsprozesses angenommen wird und deren repräsentative Probenahme nach festgelegten Richtlinien erfolgt

ANMERKUNG Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die Festlegungen der Verordnung (EG) Nr. 152/2009 [3].

2.1.2

Laboratoriumsprobe

Probe, die zum Versand an das Laboratorium (aus der Partie) vorbereitet wurde und zur Überprüfung und Untersuchung vorgesehen ist

2.1.3

Untersuchungsprobe

Teilprobe oder Probe, die aus der Laboratoriumsprobe hergestellt wurde und aus der Prüfmengen entnommen werden

2.1.4

Prüfmenge

Menge an Material, die der Untersuchungsprobe (oder der Laboratoriumsprobe, falls beide identisch sind) entnommen wurde

2.1.5

Rückstellprobe

übrig gebliebenes Material von der Laboratoriumsprobe, nachdem durch Teilung oder Teilprobenentnahme Untersuchungsproben entnommen worden sind, und an dem keine weitere Teilchengrößenreduktion erfolgt

ANMERKUNG Wenn zum Beispiel an der gesamten Laboratoriumsprobe Mykotoxin- oder gentechnisch veränderte Organismen-Analysen durchgeführt werden, dann wird auch die Rückstellprobe auf die entsprechende Teilchengröße reduziert. Die Rückstellprobe sollte unter Bedingungen gelagert werden, unter denen ihre Unversehrtheit erhalten bleibt.

2.2 Definitionen in Bezug auf „Parameter“

2.2.1

Parameter

Analyt oder Bestandteil oder Mikroorganismus, auf den das Futtermittel mit mikroskopischen, mikrobiologischen, biologischen oder chemischen Verfahren zu untersuchen ist

2.2.1.1

stabile Parameter

Analyt, Bestandteil oder Mikroorganismus, der während der üblichen Probenvorbereitung oder der Lagerung bei Raumtemperaturen von 20 °C bis 25 °C keinem Abbau unterliegt

2.2.1.2

instabile Parameter

Analyt, Bestandteil oder Mikroorganismus, der während der üblichen Probenvorbereitung oder der Lagerung bei Raumtemperaturen von 20 °C bis 25 °C einem Abbau unterliegt, da er flüchtig, abbaubar, temperaturempfindlich oder empfindlich gegenüber Licht, enzymatischem Abbau oder chemischer Oxidation ist

ANMERKUNG In diesem Zusammenhang bezieht sich Stabilität der Parameter nur auf den Einfluss der Probenvorbereitung, wie z. B. intensives Zerkleinern, und nicht auf die vom Hersteller oder durch Kennzeichnung festgelegte Mindesthaltbarkeitsdauer, beispielsweise für ein Futter (Zusatzstoff).

Tabelle 1 — Einteilung (im Allgemeinen) in stabile oder instabile Parameter sowie Gründe für den Abbau im Hinblick auf die Probenvorbereitung

Ursprung	Stabile Parameter	Instabile Parameter	Grund (Gründe) für Abbau/Änderung:
Nährstoffe	(Roh-) Protein, Fett, Asche, Faser	Feuchte	Temperatur (flüchtig)
	Stärke, Zucker, Lactose	Ammoniak	Temperatur (flüchtig)
	Gaserzeugung und enzymlösliche organische Substanzen-Erzeugung in <i>in-vitro</i> -Versuche	Organische Säuren (z. B. Milchsäure, Essigsäure, Buttersäure, Fumarsäure, Ameisensäure)	Temperatur (flüchtig)
	Mineralstoffe (z. B. Ca, P, Mg, Na, K, Cl)	ungesättigte Fettsäuren	Luftoxidation (kann zur Entstehung von kurzkettigen Fettsäuren führen)
Futtermittel-zusatzstoffe	Spurenelemente (z. B. Cu, Zn, Mn, Fe, Se, Co)	Vitamine (z. B. Vitamin A, C, D, E)	Temperatur, ultraviolettes (UV) Licht, Luftoxidation (empfindlich)
	Aminosäuren (z. B. Lysin, Methionin, Tryptophan)	1,2-Propandiol, Ethylenglykol	Temperatur (flüchtig)
	Enzyme (z. B. Phytasen, Enzyme für Nicht-Stärke-Polysaccharide)	Mikroorganismen wie Probiotika (z. B. <i>Saccharomyces cerevisiae</i> , <i>Enterococcus faecium</i>)	Temperatur (Gefrieren), Druck (empfindlich gegenüber Zerkleinern); Feuchte/Trockenheit (beeinflusst die Zunahme von Mikroorganismen)
Unerwünschte Substanzen	Schwermetalle (z. B. As, Pb, Cd, Hg)	Mykotoxine (z. B. Aflatoxin B ₁ , Deoxynivalenol, Fumonisine, Ochratoxin A, T-2- und HT-2-Toxin, Zearalenon, Mutterkornalkaloide)	Schimmelwachstum und Änderung von Mykotoxinen bei Raumtemperatur möglich; UV-Licht (empfindlich – Aflatoxin B ₁)
	Dioxine und polychlorierte Biphenyle (PCBs) mit ähnlichen Wirkungen auf Dioxine	Arzneimittel, Antibiotika, Pestizide	Temperatur (empfindlich)
		Cyanwasserstoffsäure	Temperatur (flüchtig)
Verbotene Substanzen	Proteine tierischen Ursprungs	verbotene Arzneimittel, verbotene Antibiotika	Temperatur (empfindlich)
(Weitere) Mikroorganismen		Hefen, Bakterien, Schimmelpilze	Temperatur (empfindlich), Trockenheit, Eintritt von Sauerstoff (Anaerobiose)

2.3 Beispiele für Eigenschaften von Futtermitteln

Zur Identifizierung und Einteilung einer Laboratoriumsprobe nach den Begriffen und Anhängen in diesem Leitfaden sind hier einige Beispiele für Eigenschaften von Futtermitteln vorgegeben.

ANMERKUNG Definitionen von Tierfuttermitteln sind in der internationalen Gesetzgebung zu finden. In den Literaturhinweisen [4] [5] [6] [8] sind Definitionen für Proben aus Europäischen Richtlinien und für Einzelfuttermittel eine alphabetische Auflistung eines deutschen Komitees vorgegeben.

2.3.1

Vogelfutter

Samen, die zur Fütterung von Vögeln vorgesehen sind

BEISPIELE Körner und Ölsaaten.

2.3.2

ganze Baumwollsaamen

nicht bearbeitetes Baumwollsaatprodukt, einschließlich Schale, Lint und Kern

2.3.3

Mineralstoffmischung

Ergänzungsfutter, das hauptsächlich aus mineralischen Bestandteilen in Form von Granulat, Kügelchen oder kleinen Pellets besteht und das als gesamte Mischung rieselfähig ist

ANMERKUNG Mineralstoffpellets sind eine agglomerierte Mineralstoffmischung, geformt durch einen mechanischen Vorgang (im Allgemeinen).

2.3.4

Trockenfutter

Futtermittelbestandteil oder Alleinfutter, der/das üblicherweise nicht mehr als 15 % Massenanteil Feuchte enthält

ANMERKUNG Trockenfutterpellets sind ein agglomeriertes Trockenfuttermittel, hergestellt durch einen mechanischen Vorgang (im Allgemeinen).

2.3.5

Grünfutter

genießbare Teile von Pflanzen, mit Ausnahme von abgetrenntem Korn, die Futter für Weidetiere darstellen können oder die für Fütterungszwecke, einschließlich Äsungsfutter (Ziegenfutter), Aufwuchs auf Grünland, und Mastzwecke geerntet werden können

ANMERKUNG Üblicherweise bezieht sich der Begriff auf leichter verdauliches Material im Gegensatz zu schwerer verdaulichem Pflanzenmaterial, das als Raufutter bekannt ist.

2.3.6

Silage

als Saffutter durch organische Säuren, die durch anaerobe Vergärung von Zuckern im Grünfutter gebildet werden, konserviertes Grünfutter

2.3.7

Raufutter

faserige, grob strukturierte Pflanzenteile

BEISPIELE Maisstängel und -blätter, Strohhalme, Schalen/Hülsen, Maisspindeln und Halme/Stängel.

2.3.8

Heu

oberirdischer Teil von Gras, der speziell für die Tierfütterung geschnitten und getrocknet wird

2.3.9

Anwelksilage

Gärheu

als Saffutter durch organische Säuren, die durch anaerobe Vergärung von Zuckern im Grünfutter produziert werden, konserviertes Grünfutter mit einem Feuchtegehalt von etwa 45 % Massenanteil

2.3.10

totale Mischration

TMR (en: total mixed ration)

vollständige Mischung mit allen Futtermittelzutaten (Grünfutter, Körner und Ergänzungsfutter), die für ein Tier für einen Zeitraum von 24 h bereitgestellt wird

ANMERKUNG In der Praxis darf die 24-h-Zuteilung der Mischung in einer oder mehreren Fütterungen angeboten werden.

2.3.11

Nebenprodukt

Produkt, das nach Verarbeitungsverfahren zur Produktion von Bestandteilen aus Pflanzenmaterial zurückbleibt

BEISPIEL Trockenschlempe (DDGS, en: dried distillers grains with solubles) aus alkoholischer Gärung.

2.3.12

Ölsaaten

jede Saat, aus der Öl extrahiert wird

BEISPIEL Sonnenblumenkerne

2.3.13

großer Futtermittelblock

Melasse-Futtermittelblock

agglomeriertes Futtermittel, das zu einer festen Masse gepresst ist, die hinreichend kohäsiv ist, um die Form beizubehalten

ANMERKUNG Großer Futtermittelblock wiegt über 1 kg, im Allgemeinen etwa 20 kg. Diese Art von Futtermittel kann in Form eines Mineralstoffblockes oder eines „karamellisierten“ Melassezylinders, der verschiedene Mineral- und Nährstoffe enthält, verkauft werden. Im Laboratorium können die Proben in Form von großen Brocken, Bohrkernen oder „klebrigen Klumpen“ eingehen.

2.3.14

Flüssigfutter

Futtermittelprodukt, das nicht fest und nicht gasförmig ist

ANMERKUNG Ein Flüssigfutter enthält hinreichend Feuchte, um leicht zu fließen, und darf Melasse beinhalten.

2.3.15

Dosenfutter für Heimtiere

Futtermittelprodukt für Heimtiere, das in Dosen oder ähnlichen Behältnissen zur Konservierung verarbeitet, verpackt, luftdicht verschlossen und sterilisiert wurde

2.3.16

halbfeuchtes Futter

ein auf Fleisch basierendes Futtermittelprodukt für Heim- oder Wassertiere, das zur Verhinderung einer mikrobiellen Zersetzung teilweise getrocknet wurde

ANMERKUNG Der Massenanteil an Feuchte darf im Bereich von 15 % bis 40 % liegen. Das Produkt liegt im Allgemeinen in Form von Streifen oder Würfeln vor und ist dafür ausgelegt, bei Raumtemperatur gelagert zu werden.

2.3.17

Kauartikel für Hunde

Rohleder Knochen

Fleisch- und Hautstreifen, die nahezu vollständig bis zu einer lederartigen Beschaffenheit getrocknet wurden

2.3.18

Vormischung

Mischung von einem oder mehreren Mikrobestandteilen mit einem Verdünnungsmittel oder einer Trägersubstanz

ANMERKUNG Vormischungen werden verwendet, um die gleichmäßige Feinverteilung der Mikrobestandteile (z. B. Vitamine, Probiotika, Arzneimittel oder Antibiotika) in einem Fertigfutter zu ermöglichen.

2.3.19

Grünmehl- und Luzerne-Heu-Pellet

agglomeriertes Futtermittel, geformt durch Verdichten und Pressen der Mischung durch beispielsweise quadratische Öffnungen durch einen mechanischen Vorgang

ANMERKUNG Die Pellets haben meistens einen Durchmesser von etwa 2 cm und eine Länge von etwa 5 cm (Volumen etwa 16 cm³) und dürfen Melasse enthalten; diese Definition gilt auch für Luzerne-Würfel (gehäckselt Luzerneheu) größerer Abmessungen.

2.3.20

strukturierte Futtermittel

klebrige Futtermittel

Mischung aus verschiedenen Körnern und herkömmlichem Futter (im Allgemeinen pelletiert), wobei alles mit einer Schicht, z. B. Melasse, überzogen wird

ANMERKUNG Ein Teil der Körner darf vor der Einarbeitung in das strukturierte Futtermittel durch Dampf erhitzt oder gequetscht (gewalzt) worden sein.

2.3.21

Futtermittel für Wassertiere

Futtermittel für Wassertiere, das mechanisch zu eingekapselten Pellets (Tabletten), Flocken, Granulat verarbeitet wurde, und als luftdicht verpacktes Pulver vorliegt

2.4 Definitionen in Bezug auf „Verfahren zur Probenvorbereitung“

2.4.1

Homogenität

Grad der gleichförmigen Verteilung einer Eigenschaft oder eines Bestandteils in einer Materialmenge

ANMERKUNG In praktischer Hinsicht darf davon ausgegangen werden, dass die Homogenität erreicht ist, wenn der Probenahmefehler (Stichprobenfehler) des verarbeiteten Anteils im Vergleich zum Gesamtfehler des Messsystems vernachlässigbar ist. Da die Homogenität von der Größe der betrachteten Einheiten abhängt, kann eine Mischung aus zwei Materialien auf molekularer oder atomarer Ebene inhomogen sein, jedoch ausreichend homogen auf der Teilchenebene. Ein gleichmäßiges visuelles Erscheinungsbild stellt jedoch keine Homogenität bezüglich der Zusammensetzung sicher.

2.4.2

teilweise Trocknung

Teil des Verfahrens zur Probenvorbereitung bei Futtermittelproben mit einem hohen Feuchtegehalt (Trockenmasseanteil < 85 %), bei dem die Probe vorsichtig getrocknet wird, um anschließend die Anwendung von Verfahren zur Probenvorbereitung, wie z. B. die Teilchengrößenreduktion durch Mahlen in einer Mühle, zu ermöglichen

ANMERKUNG 1 Das Verfahren zur teilweisen Trocknung hängt vom Futtermittel (z. B. bei Temperaturen unterhalb von 55 °C bis 60 °C bei Silage) und von der Hitzestabilität der Parameter (z. B. 70 °C ± 10 °C bei Arzneimitteln und Antibiotika) ab.

ANMERKUNG 2 Proben für die mikrobiologische Untersuchung sollten nicht getrocknet werden (bei Temperaturen über 40 °C).

ANMERKUNG 3 Eine teilweise Trocknung kann auch mit dem Verfahren der Gefriertrocknung erreicht werden; dies ist ein schonender Trocknungsvorgang, bei dem ein Vakuum angewendet wird, um die Feuchte verdunsten zu lassen.

2.4.3

Grobzerkleinerung

erster Schritt der Zerkleinerung der gesamten Probe, wenn die Laboratoriumsprobe große Klumpen enthält oder wenn ihre Teilchengröße vor der Mengenreduktion etwa über 6 mm beträgt

ANMERKUNG Grobzerkleinerung ist eine besondere Art der Teilchengrößenreduktion zur Sicherstellung der Homogenität der Laboratoriumsprobe für die Entnahme von Teilproben.

2.4.4

Mengenreduktion

Teil des Verfahrens zur Probenvorbereitung zur Verringerung der Masse einer Laboratoriumsprobe durch Teilung oder Entnahme von Teilproben unter Anwendung von (feststehenden oder Rotations-) Probenteilern oder durch Teilungs- (alternierendes) Schaufeln ohne Konsistenzänderung der Probe

ANMERKUNG Nach der Mengenreduktion sollten alle Teilproben dieselben Eigenschaften wie die ursprüngliche Laboratoriumsprobe aufweisen.

2.4.5

Teilchengrößenreduktion

Teil des Verfahrens zur Probenvorbereitung, der durch Häckseln, Brechen, Schneiden, Mixen (Homogenisieren), Mazerieren, Mahlen (Zerkleinern), Pressen, Pulverisieren erfolgt, um eine homogene Untersuchungsprobe für die weitere Analyse zu erhalten

ANMERKUNG Im Allgemeinen folgt die Teilchengrößenreduktion nach dem Schritt der Mengenreduktion des Verfahrens der Probenvorbereitung mit unterschiedlichen Auswahlmöglichkeiten hinsichtlich der Siebgröße, um die Unversehrtheit der Untersuchungsprobe(n) sicherzustellen.

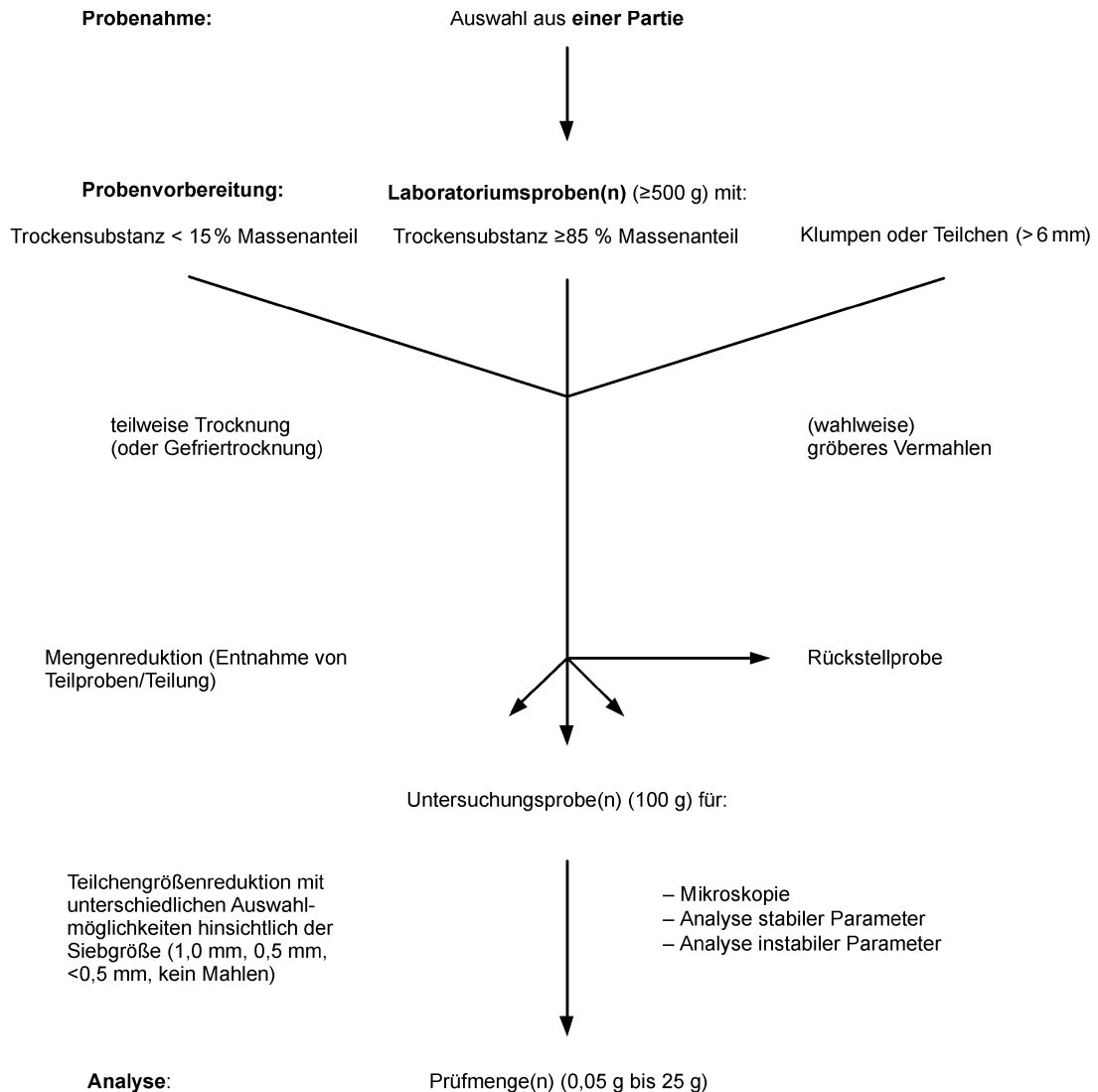


Bild 1 — Veranschaulichung der Definitionen in Bezug auf „Probe“, „Substanzen“ und „Verfahren zur Probenvorbereitung“

3 Kurzbeschreibung

Sämtliche Schritte der Probenvorbereitung hängen von den unterschiedlichen Eigenschaften der Futtermittel und von den zu analysierenden Parametern ab. In jedem Fall erfordern alle speziellen Anweisungen in Bezug auf Probenvorbereitung bei den Analysenverfahren Berücksichtigung.

Der Leitfaden beschreibt ein Verfahren zur Vorbereitung, von einer im Laboratorium eingehenden Probe (im Allgemeinen mit einer Mindestmasse von 0,5 kg), einer homogenen Untersuchungsprobe (mit einer Mindestmasse von 100 g) mit derselben Beschaffenheit, derselben Zusammensetzung und ohne Verunreinigungen.

In einigen Fällen kann der Umfang der Laboratoriumsprobe weniger als 500 g betragen (z. B. Standards von Futtermittelzusätzen), aber es ist notwendig, die Rechtsvorschriften einzuhalten und in jedem Fall sollte der Probenumfang groß genug sein, dass er repräsentativ ist.

Im Allgemeinen wird die gesamte Laboratoriumsprobe in Bezug auf Masse und Teilchengröße reduziert, um eine oder mehrere Untersuchungsprobe(n) für die Analyse der stabilen und instabilen Parameter, die mikroskopische Untersuchung oder als Rückstellprobe zu erhalten. Wenn die Analysenvorschrift und die für die Rückstellprobe vorgesehene Verfahrensweise es zulassen, sollte die Laboratoriumsprobe vorzugsweise zuerst vollständig auf eine angemessene grobe Teilchengröße reduziert und anschließend die Masse verringert, um die Homogenität der Untersuchungsproben sicherzustellen.

Aus einer für die Futtermittelanalyse einzuwiegenden Prüfmenge (von 0,05 g bis zu 25 g und mehr) sollten repräsentative Ergebnisse für die Laboratoriumsprobe und letztendlich für die gesamte Partie, aus der die Probe entnommen wurde, erhalten werden.

Deshalb sollten alle Schritte der Probenvorbereitung schnell, unter geeigneten und sehr sauberen Bedingungen erfolgen, damit kein Abbau von empfindlichen Analyten, keine Verunreinigungen aus den Rückständen der eingesetzten Geräte oder aus vorher oder gleichzeitig vorbereiteten Proben und keine Oxidation durch die Einwirkung von überhöhten Temperaturen, Tageslicht oder Luft stattfinden. Besonders die Kontamination von Probe zu Probe sollte verhindert werden.

Ein Verlust an Feuchtemassenanteil ("Gehalt") oder eine Änderung des Feuchtegehalts bei der Probenvorbereitung sollte vermieden werden. In jedem Fall ist es notwendig zu berücksichtigen, dass bei der amtlichen Untersuchung die Ergebnisse eine Korrektur erfordern (bezogen auf den ursprünglichen Feuchtegehalt, Trockenmasseanteil 88 % oder 100 %).

Bei Futtermittel mit einem höheren Feuchtegehalt (Trockensubstanz < 85 % Massenanteil) kann vor der Mengenreduktion eine teilweise Trocknung oder Gefriertrocknung notwendig sein.

Bei Futtermittel mit Klumpen oder Teilchengrößen > 6 mm ist vor der Mengenreduktion oder Entnahme von Teilproben ein gröberes Vermahlen der gesamten Laboratoriumsprobe auf eine Teilchengröße von < 6 mm unbedingt notwendig.

Die Proben müssen auf jeder Stufe der Probenvorbereitung unter geeigneten Bedingungen (z. B. bei Raumtemperatur, gekühlt, gefroren, in einem luftdichten Behälter, lichtgeschützt oder im Dunkeln) gelagert werden, um ihre Unversehrtheit zu erhalten.

Bei der mikrobiologischen Untersuchung müssen alle Schritte der Probenvorbereitung unter aseptischen Bedingungen erfolgen. Laboratoriumsproben sollten weder eingefroren oder erhitzt (> 40 °C), noch einem Vakuum oder Einfluss höherer Sauerstoffkonzentrationen als in der Außenluft ausgesetzt werden.

4 Betrachtungen zu Fehlern bei der Probenvorbereitung

Es wurde gezeigt, dass die Schritte der Probenvorbereitung eine der größten Quellen zum Laborfehler darstellen. Dieser Fehler, der im Allgemeinen übersehen wird, kann viel größer sein als der Fehler, der sich durch nachfolgende Analyseverfahren ergibt.

4.1 Fehler bei der Entnahme von Teilproben und andere Fehler

4.1.1 Allgemeines

Sich aus der Heterogenität der Probe ergebende Fehler können auf zwei Ebenen zum Gesamtfehler der Teilprobenahme (TSE, en: total subsampling error) beitragen (Literaturhinweis [12]):

4.1.2 Konstitutionelle Heterogenität (Heterogenität hinsichtlich der Beschaffenheit, Teilchenheterogenität)

Auf einer ersten Ebene ist die konstitutionelle Heterogenität ein Maß dafür, dass nicht alle Teilchen der Laboratoriumsprobe dieselbe Zusammensetzung (Form, Größe, Dichte usw.) haben. Wenn insgesamt große Unterschiede zwischen den einzelnen Teilen (Fragmenten) bestehen, ist die konstitutionelle Heterogenität hoch, wenn die Fragmente jedoch homogener sind, ist die konstitutionelle Heterogenität geringer. Der Gesamtbeitrag zur Heterogenität ist nie null, das wäre jedoch der Fall, wenn alle Fragmente genau identisch wären. Die konstitutionelle Heterogenität ändert sich nicht durch Mischen. Die einzige Art und Weise, die konstitutionelle Heterogenität eines gegebenen Materials zu ändern, ist die Zerkleinerung (Brechen oder Schneiden) oder die Anwendung anderer Verfahren, die die physikalischen Eigenschaften der Probe verändern. Die Verringerung der mittleren Korngröße ist der bestimmende Faktor bei der Verringerung der konstitutionellen Heterogenität auf diese Weise.

Deshalb ist am Anfang ein grobes Vermahlen („Vorvermahlen“) der gesamten Laboratoriumsprobe notwendig, bevor die Entnahme von Teilproben oder Teilung die konstitutionelle Heterogenität verringert.

Dieser fundamentale Fehler der Teilprobenahme (FSE, en: fundamental subsampling error) kann durch eine entsprechende Wahl der Masse der Untersuchungsprobe kontrolliert werden (siehe 4.2). Daher ist hinreichend Masse zu entnehmen, um sicherzustellen, dass in der Teilprobe oder Teilmenge sämtliche Teilchen unterschiedlicher Zusammensetzung enthalten sind. Je größer die Teilchengröße eines Materials, desto größer muss die Masse der Teilprobe sein, um den Fehler auf ein Mindestmaß zu verringern.

4.1.3 Verteilungsheterogenität

Auf einer zweiten Ebene ist die Verteilungsheterogenität ein Maß für die nicht zufällige Verteilung von Teilchen in der Probe, die hauptsächlich bedingt ist durch die Schwerkraft der Teilchen unterschiedlicher Dichte, Größe und Form, was zu einer Gruppierung und Entmischung (Segregation) sämtlicher Teilchen führt. Teilchen mit großen Unterschieden hinsichtlich der Größe oder Dichte neigen zu einer starken Entmischung oder Schichtenbildung, wobei sich die kleinsten oder dichtesten Teilchen am Boden der Probe befinden. Zur Veranschaulichung kann eine gedachte Laboratoriumsprobe dienen, die aus schwarzen und weißen Kugeln besteht, wobei ein wesentlicher Unterschied in der Korngrößenverteilung besteht. Wenn alle schwarzen Kugeln am Boden der Probe zu finden sind und die weißen Kugeln eher an der Oberfläche, weist das System eine sehr hohe Verteilungsheterogenität auf. Wenn andererseits die Kugeln gut gemischt (homogenisiert) wurden, würde sich die Verteilungsheterogenität des Systems wesentlich verringern.

Zur Verringerung dieses Gruppierungs- und Segregationsfehlers (GSE, en: grouping and segregation error) ist die Probe vor der Entnahme von Teilproben zu mischen oder zu vermischen und es sind nach dem Zufallsprinzip viele Einzelproben von der Laboratoriumsprobe zu entnehmen (siehe 4.3).

Mischen ist bei vielen Materialien nicht geeignet. Bei einigen Materialien und unter bestimmten Umständen kann Mischen in Wirklichkeit die Segregation erhöhen statt den Gruppierungs- und Segregationsfehler zu verringern. So lange die Schwerkraft existiert, so lange gibt es Segregation. Viele Materialien weisen immer eine natürliche Neigung zur Segregation auf, sogar unmittelbar nach dem Mischen, z. B. stark nach Dichte fraktionierten Materialien, Suspensionen. Derartige Systeme erfordern eine ständige Überwachung und Behandlung, wenn dieses Merkmal jedoch einmal richtig erkannt wurde, kann mit ihm immer zufriedenstellend umgegangen werden.

Die Entnahme von Einzelproben (d. h. Entnahme vieler zufälliger Einzelproben aus der Laboratoriumsprobe zur Bildung einer Teilprobe oder Teilmenge) trägt immer zur Verringerung des durch die Verteilungsheterogenität bedingten Fehlers bei und erfordert weniger Zeit und Ausrüstung für die Umsetzung. Im Allgemeinen sind 30 Einzelproben angemessen. Bei sehr heterogenen Materialien werden mehr Einzelproben gefordert und, wenn bekannt ist, dass eine geringe Segregation vorliegt, können weniger Einzelproben verwendet werden; aber auf keinen Fall kann die Verwendung von weniger als 10 Einzelproben empfohlen werden.

4.1.4 Andere Fehler

Andere Fehler können sich aus der Probenvorbereitung ergeben, einschließlich Verlusten und Erhöhungen beim Analytgehalt durch derartige Mechanismen wie z. B. Zerkleinern, übermäßige Hitze, Verlust an Feinanteil, Kontamination und elektrostatische Trennung. Diese Fehler können groß sein und sind üblicherweise das Ergebnis von Unachtsamkeit oder Unkenntnis.

4.2 Mindestmasse

Die Teilprobe oder Teilmenge muss eine angemessene Masse im Hinblick auf den fundamentalen Fehler der Teilprobenahme (FSE) und die maximale Teilchengröße („Mindestmasse“) umfassen, um die Laboratoriumsprobe richtig darzustellen — siehe Tabelle 2.

Die erforderliche Masse hängt von dem in Bezug auf die Teilprobe oder Teilmenge zulässigen Fehler, der Dichte, Heterogenität und Gehalt der Analytteilchenmatrix sowie von der größten Teilchengröße ab (siehe Berechnungen im Anhang A, Beispiel 1 bis Beispiel 3 sowie Tabelle A.1 bis Tabelle A.3).

Tabelle 2 — Mindestmasse: erwarteter Variationskoeffizient (CV) bei der Entnahme von Teilproben im Laboratorium; angenommene Dichte, 1 g/cm³

Maximale Teilchengröße d mm	FSE (erwarteter CV) %				
	15	10	5	2	1
	Minimale Masse g				
0,5	0,06	0,13	0,5	3	12,5
0,75	0,2	0,4	2	10,5	42
1	0,4	1	4	25	100
2	4	8	32	200	400
5	56	125	500	3 130	12 500

ANMERKUNG Bei Materialien mit anderen Dichten als 1 g/cm³ können die Einträge mit der Dichte des interessierenden Materials multipliziert werden; z. B. erfordert die Teilprobenahme bei einem Material mit einer maximalen Teilchengröße von 2 mm, einen zulässigen CV für die Teilprobenahme von 5 % und einer Dichte von 0,5 g/cm³ eine Masse von 16 g.

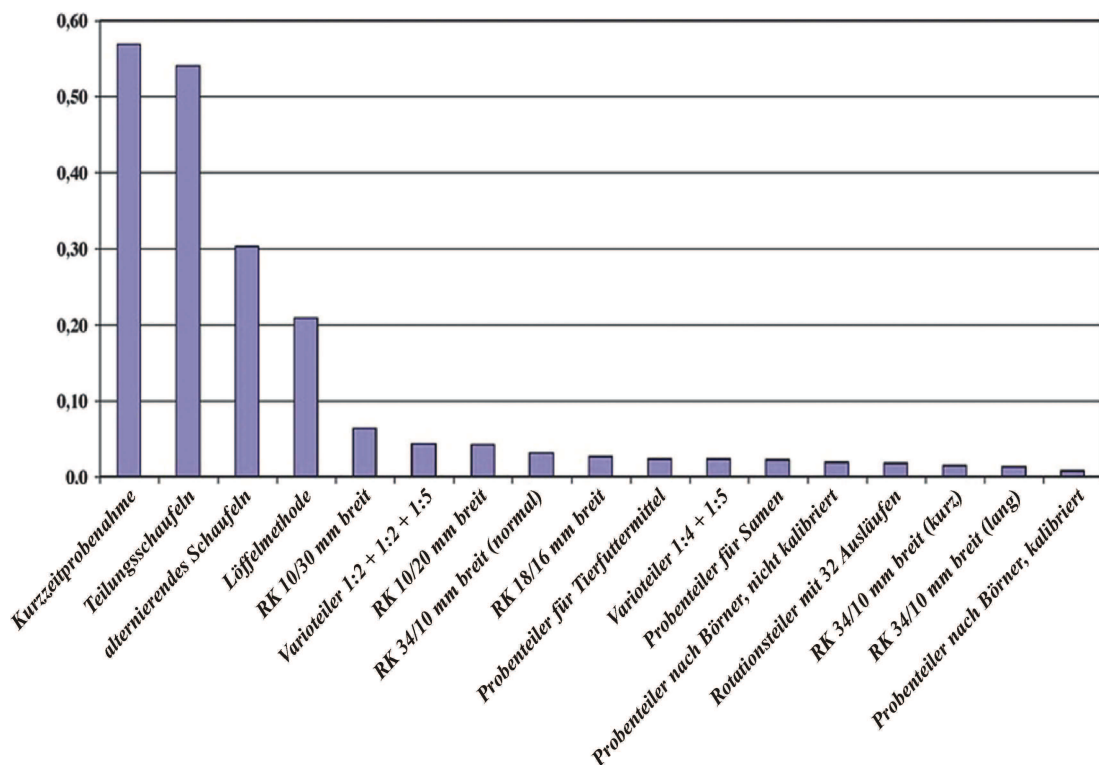
4.3 Fehler in Verbindung mit Teilungstechniken

Die Daten in Tabelle 3 veranschaulichen den mit verschiedenen Teilungstechniken verbundenen Fehler für eine Modellmischung von Sandteilchen. Bild 2 veranschaulicht die Repräsentativität (d. h. die Summe der Probenahmefehler in Bezug auf Präzision und Genauigkeit) von 17 verschiedenen Geräten zur Mengenreduktion für eine Modellmischung, die 89,9 % Massenanteil Weizen, 10,0 % Massenanteil Rapssamen und 0,10 % Massenanteil Glas [11] [12] enthalten. Der Hauptunterschied zwischen den Verfahren zur Mengenreduktion besteht in der Anzahl der ausgewählten Einzelproben. Dafür, um wahre Angaben hinsichtlich der Struktur zu erhalten, ist die korrekte Anwendung der Geräte zur Mengenreduktion erforderlich (z. B. gleiche Wahrscheinlichkeit der Auswahl sämtlicher Teilchen, kein Verlust an Teilchen, Einhaltung der Schwerpunktregel, parallele Schnitte), was mit Schaufeln und Verfahren der Kurzzeitprobenahme schwierig oder unmöglich zu erreichen ist. Deshalb können Verfahren zur Mengenreduktion, die auf Verfahren der Kurzzeitprobenahme oder Schaufeln beruhen, zu beträchtlichen Problemen hinsichtlich der Präzision und Genauigkeit bei Spurenbestandteilen führen, die als einzelne Teilchen vorliegen, was möglicherweise durch selektiven Verlust oder mangelhafte Probenahme kleinerer Teilchen bedingt ist [11] [12]. Aus Tabelle 6 und Bild 2 kann die Schlussfolgerung gezogen werden, dass mehr Einzelproben zu Verbesserungen bei der Mengenreduktion im Laboratorium beitragen, indem der Probenahmefehler verringert wird. Im Allgemeinen erzielt ein Rotationsteiler mehrere hundert Einzelproben, ein feststehender Riffelteiler etwa 10 bis 34 Einzelproben und die Teilung durch Kegeln und Vierteln ergibt nur zwei Einzelproben. Deshalb wird Kegeln und Vierteln bei dem kritischen Schritt der Mengenreduktion im Laboratorium, d. h. dem Schritt der Mengenreduktion mit dem größten Beitrag zum Gesamtfehler, nicht empfohlen. Die Herstellung der endgültigen Prüfmenge, bei der das Verhältnis zwischen der Masse der Laboratoriumsprobe und der Masse der endgültigen Prüfmenge 100 bis 10 000 beträgt, kann üblicherweise als der kritische Schritt der Mengenreduktion der Laboratoriumsprobe angesehen werden. Eine Kurzzeitprobenahme ist bei dem kritischen Schritt der Mengenreduktion völlig zu vermeiden, es sei denn, es ist festgestellt worden, dass der Probenahmefehler im Vergleich zum Gesamtfehler der Analyse vernachlässigbar ist.

Tabelle 3 — Prüfergebnisse der Teilung einer Mischung, bestehend aus 60 % Massenanteil Grobsand und 40 % Massenanteil Feinsand, $P_{0,6}$ (ISO 664 [1])

Verfahren ^a	Anzahl der Einzelproben	Standardabweichung, der Proben s_r %	Varianz $(s_r)^2$ $(\%)^2$	Geschätzter maximaler Stichprobenfehler %
Kegeln und Vierteln	2	6,81	46,4	22,7
Teilung mit feststehendem Riffelteiler	10 bis 12	1,01	1,02	3,4
Teilung mit Rotationsriffelteiler	> 100	0,125	0,016	0,42
Zufällige Streuung		0,076	0,005 8	0,25

a Es sind feststehende Riffelteiler mit einer höheren Anzahl von Einzelproben und einem geringeren Probenahmefehler erhältlich (Literaturhinweis [11]).



ANMERKUNG Die Repräsentativität sollte so gering wie möglich sein. Höhere Summen bedeuten somit eine geringere Zuverlässigkeit. RK n bezeichnet einen Riffelteiler mit n Durchlässen (Literaturhinweis [11]).

Bild 2 — Zusammengefasste Repräsentativität, r^2 , gleich dem Quadrat der systematischen Abweichung plus dem Quadrat der Präzision, für eine Modellmischung aus Weizen, Rapssamen und Glas

5 Sicherheitsvorkehrungen

Die Mühlen zum Brechen, Schneiden und Mahlen haben scharfe bewegliche Messer. Hände oder Finger dürfen niemals über den Rand der Zuführkammer reichen. Die Mühlen dürfen niemals geöffnet werden, bevor sie nicht vollständig zum Stillstand gekommen sind. Es ist zu überprüfen, ob Sicherheitsverriegelungen an allen Geräten ordnungsgemäß funktionieren.

Es ist die im Laboratorium erforderliche persönliche Schutzausrüstung zu tragen. Während der Proben-vorbereitungsphase der Analyse ist Sicherheit von großer Bedeutung.

Bei stauberzeugenden Verfahren ist ein Belüftungssystem mit Staubschutz zu betreiben. Zur Verringerung der Staubmenge auf ein Mindestmaß ist ein Staubsauger zur Reinigung des Abzugsbereichs, der Mühlen und des Arbeitbereichs anzuwenden.

Es ist zu überprüfen, ob alle elektrischen Geräte ordnungsgemäß geerdet sind und instandgehalten werden. Bei der Nutzung von Mikrowellengeräten zum Trocknen der Proben dürfen keine Gegenstände aus Metall oder Aluminiumfolie in das Gerät gegeben werden.

6 Geräte

Die üblichen Laboratoriumsgeräte und im Einzelnen folgende. Bei allen eingesetzten Geräte sollte das Risiko von Kontamination und Oxidation während der Probenvorbereitung berücksichtigt werden.

6.1 Geräte für die Probenvorbereitung im Allgemeinen

6.1.1 Bürsten/Pinsel zur Reinigung von Mühlen usw.

6.1.2 Luftstrahlgebläse zur Reinigung.

6.1.3 Staubsauger

6.1.4 Systeme für die Mikrobenreduktion bei Mühlen, Ausstattung für die Desinfektion und Abflammen für die mikrobiologische Untersuchung.

6.2 Trocknungssysteme

6.2.1 Gefriertrocknungssystem, zwangsbelüfteter Trockenschrank, der auf $(55 \pm 5)^\circ\text{C}$ eingestellt bleiben kann oder **Mikrowellengerät**, haushaltsüblich oder **Vakuumtrockenschrank**.

6.2.2 Abdampfschale (Eindampfpfanne), aus Kunststoff, Aluminium, Glas, z. B. mit einem Durchmesser $\geq 50\text{ mm}$, $\leq 40\text{ mm}$ hoch.

6.3 Geräte für die Mengen- und Teilchengrößenreduktion von feuchten Futtermitteln (z. B. Grünfutter, Silage)

6.3.1 Gartenschere zum Schneiden von Grünfutter oder eine **Papierschneidemaschine** für kleine Probenvolumina oder ein **Laborhäcksler für Grünfutter** für große Volumina und **Schneidvorrichtung aus Keramik**, besonders wenn Spurenelemente von Interesse sind.

6.3.2 Schneidmühle, mit 6-mm- und 1-mm-Sieben.

6.3.3 Schermühle mit Probeneinlass für Grünfutter und 1-mm-Sieb.

6.3.4 Riffelprobenteiler, die Mindestbreite des Durchlasses muss mindestens $2d + 5\text{ mm}$ betragen, dabei ist d der Durchmesser des größten Teilchens.

6.3.5 Sterile Schneidmühle oder **desinfizierte Mühle**, wenn eine mikrobiologische Untersuchung (z. B. auf Probiotika) von Interesse ist.

6.4 Geräte für die Mengen- und Teilchengrößenreduktion von trockenen Futtermitteln (z. B. Getreide, Mineralstoffmischungen, pelletierte Futtermittel)