

DIN EN 15948



ICS 67.060

Einsprüche bis 2014-09-25
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15948:2012-05

Entwurf

**Getreide –
Bestimmung der Feuchte und des Proteins –
Verfahren der Nahinfrarot-Spektroskopie bei ganzen Körnern;
Deutsche Fassung FprEN 15948:2014**

Cereals –
Determination of moisture and protein –
Method using Near-Infrared-Spectroscopy in whole kernels;
German version FprEN 15948:2014

Céréales –
Détermination de la teneur en eau et en protéines –
Méthode utilisant la spectroscopie dans le proche infrarouge sur des grains entiers;
Version allemande FprEN 15948:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-07-25 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 45 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument wurde vom CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) im Rahmen eines einstufigen Annahmeverfahrens (UAP) erarbeitet.

Die Mitarbeit des DIN beim Europäischen Komitee für Normung (CEN) wird für den Bereich des CEN/TC 338 über den Arbeitsausschuss NA 057-05-06 AA „Getreide und Getreideerzeugnisse“ 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 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2
ISO 12099 siehe DIN EN ISO 12099

Die Abkürzung „TS“ bedeutet „Trockensubstanz“.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15948:2012-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Anhang A „Ergebnisse von Ringversuch-Beispielen“ umfasst neben den Ergebnissen des FOSS-Ringversuchs neu auch die Ergebnisse eines PERTEN-Ringversuchs und eines CHOPIN-Ringversuchs;
- b) es wurde ein informativer Anhang C „Validierung der Inframatic-9500-Vorhersagemodelle“ aufgenommen;
- c) es wurde ein informativer Anhang D „Validierung der Infraneo-Vorhersagemodelle“ aufgenommen;
- d) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

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*

DIN EN ISO 12099, *Futtermittel, Getreide und gemahlene Getreideerzeugnisse — Anleitung für die Anwendung von Nahinfrarot-Spektrometrie*

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

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

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

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: einstufiges Annahmeverfahren
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.5a

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	5
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 von Ringversuch-Beispielen	11
Anhang B (informativ) Validierung des ANN-Vorhersagemodells WB003034	28
Anhang C (informativ) Validierung der Inframatic-9500-Vorhersagemodelle	33
Anhang D (informativ) Validierung der Infraneo-Vorhersagemodelle	39
Literaturhinweise	43

Vorwort

Dieses Dokument (FprEN 15948:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zum einstufigen Annahmeverfahren vorgelegt.

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 Bestandteilebereichen fest:

a) Für Weizen:

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

b) Für Gerste:

- 1) Feuchtegehalt mindestens von 8 % bis 22 %;
- 2) 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 diesem Dokument 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 Squares 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

Jedes 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;
- 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 muss 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, durchgeführt werden.

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.

5.4.3 Leistungsdaten der Anfangsvalidierung

Die Ergebnisse der Anfangsvalidierung müssen mindestens die in Tabelle 1 angeführten Festlegungen erfüllen.

Tabelle 1 — NIR Leistungsdaten für die Bestimmung von Feuchte und Protein (siehe auch Anhang B)

		Feuchte Weizen und Gerste	Protein Weizen	Protein Gerste
Gesamtgenauigkeit, angegeben als SEP (en: Standard Error of Prediction), als Massenanteil des Bestandteils in %		0,24 %	0,27 %	0,27 %
Konzentration des Bestandteils im unabhängigen Validierungsdatensatz	min.	8,0 %	7 % i. TS	7 % i. TS
	max.	22 %	20 % i. TS	16 % i. TS

ANMERKUNG Die in Tabelle 1 angeführten Mindestleistungsanforderungen schließen die von allen beteiligten Referenzlaboratorien dokumentierte Streuung der Referenzdaten, die regionalen Unterschiede und genetischen Variationen, die Anzahl der Länder sowie die mit einbezogenen Arten von Kulturpflanzen und deren Robustheit im Verlauf der letzten fünf Jahre ein (siehe auch Anhang B).

5.5 Aktualisierung des Kalibriermodells und Validierung des neuen Modells

Das Vorhersagemodell nach der vorliegenden Norm muss durch den Hersteller des Kalibriermodells aktualisiert werden, um sicherzustellen, dass neue klimatische Anbaubedingungen und neu auf dem Markt eingeführte Sorten mit aufgenommen werden. Diese Aktualisierungen müssen so durchgeführt werden, dass die ursprüngliche Datenbasis beibehalten wird und die erforderlichen neuen Proben hinzugefügt werden.

Das neue Vorhersagemodell muss nach EN ISO 12099 aktualisiert werden.

Die Validierung ist nach der Anfangsvalidierung (5.3) durchzuführen und muss mindestens 20 neue Proben umfassen.

6 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Teil des in dieser Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren wird in EN ISO 24333 [2] angegeben.

Es ist wichtig, dass die routinemäßig analysierte Probe für die Charge tatsächlich repräsentativ ist und nicht beschädigt oder verändert wurde.

7 Durchführung

7.1 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

Es ist keine spezielle Probenvorbereitung erforderlich.

7.2 Messung

Die Anweisungen des Geräteherstellers sind zu befolgen.

7.3 Lokale Validierung des Verfahrens

Vor dem Einsatz muss das Verfahren an einem unabhängigen Prüfsatz validiert werden, der für die zu analysierende Proben-Grundgesamtheit repräsentativ ist. Für die Bestimmung der systematischen Abweichung sind mindestens 10 Proben erforderlich; für die Bestimmung des Standardfehlers der Vorhersage (SEP, en: Standard Error of Prediction, siehe EN ISO 12099:2010, 6.5) sind mindestens 20 Proben erforderlich. Die Validierung muss für jeden Probentyp, Bestandteil/Parameter und jede Temperatur ausgeführt werden (siehe EN ISO 12099:2010, 5.4).

Die systematische Abweichung (en: bias) oder der systematische Eigenfehler, wie in EN ISO 12099:2010, Abschnitt 6 beschrieben, tritt auf, wenn die vorhergesagten Ergebnisse einer spezifischen Probengruppe oder eines spezifischen Produkts beim Vergleich mit den Referenzwerten eine mittlere Regelabweichung aufweisen. Dies kann bei einzelnen Probenarten auftreten.

Die systematische Abweichung (d. h. die mittlere Differenz zwischen den Ergebnissen der chemischen Analyse und den vorhergesagten Ergebnissen) kann statistische Signifikanz besitzen, muss jedoch nicht. Auf der Grundlage des in EN ISO 12099 beschriebenen Verfahrens kann eine Vertrauensgrenze der systematischen Abweichung (BCL, en: Bias Confidence Limit) berechnet werden.

Wenn diese Grenze überschritten wird, wird die systematische Abweichung in die Gerätesoftware implementiert und der Validierungsprozess wiederholt. Für die Verfahrensweise wird auf die Anweisungen des Herstellers und EN ISO 12099 verwiesen.

7.4 Regelmäßige Einstellung des Gerätes

Zur Sicherstellung der Genauigkeit muss jedes Gerät mindestens jährlich gegen das entsprechende Referenzverfahren entweder direkt oder mit einem Hauptgerät überprüft werden.

Diese Überprüfung muss an Proben erfolgen, die einen möglichst breiten Bereich erfassen, wobei die saisonalen, geographischen und genetisch bedingten Abweichungen zu berücksichtigen sind.

Zur Einstellung des Geräts sollte eine ausreichende Probenanzahl für die angewendete Statistik zur Leistungsprüfung vorhanden sein. Zur Bestimmung der systematischen Abweichung sind mindestens 10 Proben erforderlich; für die Bestimmung des Standardfehlers der Vorhersage (SEP, en: Standard Error of Prediction) und für die Korrektur der Steigung sind mindestens 20 Proben erforderlich.

7.5 Überprüfung der Messbeständigkeit

Siehe EN ISO 12099:2010, Abschnitt 9.

7.6 Überwachung der Leistungsdaten des Verfahrens

Die Leistungsdaten des Verfahrens müssen mindestens jährlich gegen Referenzverfahren überprüft werden, um eine gleichbleibende Eignung des Modells entsprechend den Anforderungen dieser Norm sicherzustellen (siehe 5.4.2).

Diese Leistungsprüfung muss an Proben durchgeführt werden, die aus dem Vorrat an analysierten Proben ausgewählt wurden. Eventuell muss ein Stichprobenverfahren angewendet werden, um eine ausgeglichene Probenverteilung über den gesamten Kalibrierbereich sicherzustellen und um sicherzustellen, dass Proben aus dem kommerziell wichtigen Bereich abgedeckt werden. Es werden mindestens 20 Proben benötigt (um eine normale Verteilung der Varianz zu erhalten).

Falls mehrere Geräte in einem Netzwerk betrieben und gegen ein Hauptgerät abgeglichen werden, reicht es aus, die Leistungsprüfung des Verfahrens nur am Hauptgerät durchzuführen.

Die Einstellung des Geräts (7.4) darf mit Einbezug der Anforderungen dieses Abschnitts zur Überwachung der Leistungsdaten des Verfahrens verwendet werden.

Es wird empfohlen, an einem international anerkannten Eignungsprüfungsprogramm (PTS, en: Proficiency Testing Scheme) teilzunehmen, das die vorhergesagten Ergebnisse von NIRS und die nach den in Abschnitt 2 festgelegten Normen gewonnenen Referenzwerte/Referenzergebnisse einschließt.

8 Berechnung und Angabe der Ergebnisse

Die Gerätesoftware berechnet die Ergebnisse für Feuchte- und Proteingehalt und zeigt sie als Massenanteil in Prozent (g/100 g) mit 2 Dezimalstellen an.

Wenn an der gleichen Probe mehrere Messungen durchgeführt werden, muss der arithmetische Mittelwert berechnet werden.

Die Endergebnisse werden auf zwei Dezimalstellen genau angegeben.

9 Genauigkeit und Präzision des Verfahrens

9.1 Genauigkeit

Die Genauigkeit des Vorhersagemodells wird durch Validierung nach EN ISO 12099:2010 bestimmt und als Standardfehler der Vorhersage (siehe Tabelle 1) angegeben. Der Standardfehler der Vorhersage (SEP) ist die um die systematische Abweichung korrigierte mittlere Differenz zwischen den vorhergesagten und den Referenzwerten bei Anwendung des Modells auf einen unabhängigen Probensatz. Die Werte schließen auch die Unsicherheit der Referenzergebnisse ein.

Die vorhergesagten Ergebnisse dürfen in maximal 5 % der Fälle um mehr als $1,96 \cdot \text{SEP}$ (bestimmt nach dem vorstehend angeführten Absatz) vom besten Schätzwert des wahren Werts abweichen.

ANMERKUNG Da NIR ein indirektes Verfahren ist, sind nachstehend zum Vergleich die typischen Vergleichstandardabweichungen der angewendeten Referenzverfahren aufgeführt:

- Feuchte (EN ISO 712) = 0,16 %;
- Protein (EN ISO 20483) = 0,20 %;
- Protein (EN ISO 5983-2) = 0,20 %;
- Protein (CEN ISO/TS 16634-2) = 0,21 % bis 0,26 %.

9.2 Präzision

9.2.1 Allgemeines

Die Präzision des Vorhersagemodells ist in einem nach ISO 5725-2 organisierten Ringversuch zu bestimmen und muss mindestens die nachstehend angeführten Leistungskriterien für die Wiederhol- und Vergleichpräzision erfüllen.

Einzelheiten zu einem Beispiel für einen Ringversuch sind im informativen Anhang A zusammengefasst. Die nachstehend angeführten Präzisionsdaten sind aus diesem Beispiel abgeleitet.

Die Bilder A.1 und A.2 zeigen, dass die Wiederhol- und die Vergleichpräzision unabhängig von der Konzentration sind. Die Bilder in Anhang B zeigen, dass die Streuung über den validierten Bereich identisch ist (Bilder B.1 und B.2). Das Modell kann daher über den gesamten validierten Bereich angewendet werden, auch wenn im Ringversuch ein kleinerer Bereich erfasst wurde.

9.2.2 Wiederholpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei unabhängigen einzelnen Untersuchungsergebnissen, die unter Anwendung desselben Verfahrens an identischem Untersuchungsmaterial im selben Laboratorium durch denselben Bearbeiter mit derselben Geräteausrüstung innerhalb einer kurzen Zeitspanne gewonnen wurden, wird in nicht mehr als 5 % der Fälle größer sein als die Wiederholgrenze r ($r = s_r \cdot 2,8$), wobei gilt:

$$r_{\text{Protein}} = 0,42 \text{ \%};$$

$$r_{\text{Feuchte}} = 0,15 \text{ \%}.$$

9.2.3 Vergleichpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Untersuchungsergebnissen, die unter Anwendung desselben Verfahrens an identischem Untersuchungsmaterial in verschiedenen Laboratorien durch verschiedene Bearbeiter mit verschiedenen Geräteausrüstungen gewonnen wurden, wird in nicht mehr als 5 % der Fälle größer sein als die Vergleichsgrenze R ($R = s_R \cdot 2,8$), wobei gilt:

$$R_{\text{Protein}} = 0,45 \%;$$

$$R_{\text{Feuchte}} = 0,25 \%.$$

9.2.4 Kritische Differenz

9.2.4.1 Allgemeines

Wenn die Differenz zwischen zwei Mittelwerten zu beurteilen ist, die aus zwei Untersuchungsergebnissen unter Wiederhol- oder Vergleichbedingungen erhalten wurden, kann die Wiederhol- bzw. Vergleichsgrenze nicht angewendet werden. Hier ist die kritische Differenz (en: critical difference, CD) anzuwenden.

9.2.4.2 Vergleich von zwei Gruppen von Messungen in einem Labor

Die kritische Differenz (CD) zwischen zwei Mittelwerten, die aus zwei Untersuchungsergebnissen unter Wiederholbedingungen erhalten wurden, ist gleich:

$$CD = 2,8s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,77s_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98s_r$$

Dabei ist

s_r die Wiederholstandardabweichung;

n_1 und n_2 die zu den jeweiligen Mittelwerten zugehörige Anzahl von Untersuchungsergebnissen;

$$CD_r (\text{Protein}) = 0,30;$$

$$CD_r (\text{Feuchte}) = 0,11.$$

9.2.4.3 Vergleich von zwei Gruppen von Messungen in zwei Laboratorien

Die kritische Differenz (CD) zwischen zwei Mittelwerten, die in zwei verschiedenen Laboratorien aus zwei Untersuchungsergebnissen unter Wiederholbedingungen erhalten wurden, ist gleich:

$$CD = 2,8 \sqrt{s_R^2 - s_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2} \right)} = 2,8 \sqrt{s_R^2 - 0,5s_r^2}$$

Dabei ist

s_r die Wiederholstandardabweichung;

s_R die Vergleichstandardabweichung;

n_1 und n_2 die zu den jeweiligen Mittelwerten zugehörige Anzahl von Untersuchungsergebnissen;

$$CD_R (\text{Protein}) = 0,32;$$

$$CD_R (\text{Feuchte}) = 0,23.$$

10 Untersuchungsbericht

Der Untersuchungsbericht muss Folgendes enthalten:

- a) alle für die vollständige Identifizierung der Probe erforderlichen Angaben;
- b) das angewendete Probenahmeverfahren (sofern bekannt);
- c) eingesetztes Anwendungsmodell und Gerät mit Verweisung auf die vorliegende Europäische Norm;
- d) alle nicht in dieser Europäischen Norm festgelegten oder als optional angesehenen Details zur Durchführung, zusammen mit Details zu jeglichen Zwischenfällen, die das (die) Untersuchungsergebnis(se) beeinflusst haben können;
- e) das/die erhaltene(n) Untersuchungsergebnis(se).

Anhang A (informativ)

Ergebnisse von Ringversuch-Beispielen

A.1 FOSS-Ringversuch

Ein 2008 durch das Unternehmen FOSS Analytical AB (Schweden) organisierter Ringversuch mit 20 Teilnehmern aus 12 Ländern wurde an 6 Weizen- und 4 Gerstenproben aus der Ernte 2007 durchgeführt, die unterschiedliche Protein- und Feuchtegehalte aufwiesen. Bei den Teilnehmern handelte es sich um die Referenzlaboratorien der European Grain Networks. Diese Netzwerke leisteten auch Hilfestellung beim Zusammentragen der Proben (Tabelle A.1).

Die erhaltenen Ergebnisse wurden einer statistischen Analyse nach ISO 5725-1 und ISO 5725-2 unterzogen, um die in den Tabellen A.2 bis A.5 dargestellten Präzisionsdaten zu berechnen.

Tabelle A.1 — Proben für den Ringversuch

Probe	Beschreibung	Ursprungsland
B1	Sommergerste (2-zeilig, Braugerste)	Vereinigtes Königreich
B2	Sommergerste (2-zeilig, Futtergerste)	Dänemark
B3	Sommergerste (2-zeilig, Braugerste)	Dänemark
B4	Wintergerste (6-zeilig, Braugerste)	Frankreich
W1	Sommerweizen (hart)	Deutschland
W2	Sommerweizen (hart)	Frankreich
W3	Winterweizen (hart)	Vereinigtes Königreich
W4	Sommerweizen (weich)	Deutschland
W5	Winterweizen (hart)	Italien
W6	Durumweizen	Italien

Tabelle A.2 — Ergebnisse der statistischen Analyse für die Bestimmung des Proteingehalts in Weizen mit dem ANN-Modell WB003034

Probe	W1	W2	W3	W4	W5	W6
Anzahl der Laboratorien	20	20	20	20	20	20
Mittlerer vorhergesagter Proteingehalt (% i. TS)	16,883	11,789	13,047	10,876	14,985	14,173
Wiederholstandardabweichung s_r (% P)	0,159 ^a	0,113 ^a	0,099	0,106	0,087	0,109 ^a
Relative Wiederholstandardabweichung s_r %	0,943	0,958	0,76	0,979	0,583	0,771
Wiederholgrenze r [$r = 2,8 \cdot s_r$], %	0,440	0,313	0,274	0,294	0,241	0,302
Vergleichstandardabweichung s_R (% P)	0,159	0,113	0,107	0,143	0,125	0,109
Relative Vergleichstandardabweichung s_R %	0,943	0,958	0,819	1,317	0,834	0,771
Vergleichgrenze R [$R = 2,8 \cdot s_R$], %	0,440	0,313	0,296	0,396	0,346	0,302
Bester Schätzwert des wahren Proteingehalts (%) ^b	16,88	11,75	13,08	10,86	14,93	14,50
Kritische Differenz ($n = 2$), Referenzverfahren	0,31	0,22	0,22	0,34	0,30	0,21
Abweichung der Vorhersage — wahrer Wert (%)	0,01	0,04	0,03	0,01	0,06	0,33

^a $s_r > s_R$, s_R so eingestellt, dass sie gleich s_r ist.

^b Mittelwert des Proteingehalts (nach Eliminierung der Ausreißer), erhalten unter Anwendung der Verfahren nach Kjeldahl (EN ISO 20483 oder EN ISO 5983-2) und Dumas (GEN ISO/TS 16634-2) von den 17 Referenzlaboratorien der European Grain Networks.

Tabelle A.3 — Ergebnisse der statistischen Analyse für die Bestimmung des Proteingehalts in Gerste mit dem ANN-Modell WB003034

Probe	B1	B2	B3	B4
Anzahl der Laboratorien	20	20	20	20
Mittlerer vorhergesagter Proteingehalt in %	10,964	13,05	11,15	12,772
Wiederholstandardabweichung s_r (% P)	0,198 ^a	0,169 ^a	0,123	0,343 ^a
Relative Wiederholstandardabweichung s_r %	1,804	1,292	1,105	2,682
Wiederholgrenze r [$r = 2,8 \cdot s_r$], %	0,548	0,468	0,341	0,95
Vergleichstandardabweichung s_R (% P)	0,198	0,169	0,151	0,343
Relative Vergleichstandardabweichung s_R %	1,804	1,292	1,352	2,682
Vergleichgrenze R [$R = 2,8 \cdot s_R$], %	0,548	0,468	0,418	0,950
Bester Schätzwert des wahren Proteingehalts (%) ^b	10,66	13,11	11,27	12,97
Kritische Differenz ($n = 2$), Referenzverfahren	0,39	0,33	0,34	0,67
Abweichung der Vorhersage — wahrer Wert (%)	0,30	−0,06	−0,12	−0,20

^a $s_r > s_R$, s_R so eingestellt, dass sie gleich s_r ist.

^b Mittelwert des Proteingehalts (nach Eliminierung der Ausreißer), erhalten unter Anwendung der Verfahren nach Kjeldahl (EN ISO 20483 oder EN ISO 5983-2) und Dumas (GEN ISO/TS 16634-2) von den 17 Referenzlaboratorien der European Grain Networks.