

## DIN EN 15948



ICS 67.060

**Entwurf**

Einsprüche bis 2019-01-31  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN EN 15948:2015-06

**Getreide –  
Bestimmung der Feuchte und des Proteins –  
Verfahren der Nahinfrarot-Spektroskopie bei ganzen Körnern;  
Deutsche und Englische Fassung prEN 15948:2018**

Cereals –

Determination of moisture and protein –

Method using Near-Infrared-Spectroscopy in whole kernels;

German and English version prEN 15948:2018

Céréales –

Détermination de la teneur en eau et en protéines –

Méthode utilisant la spectroscopie dans le proche infrarouge sur des grains entiers;

Version allemande et anglaise prEN 15948:2018

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-11-30 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nal@din.de](mailto:nal@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin, 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 28 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

## **Nationales Vorwort**

Dieses Dokument (prEN 15948:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-06 AA „Getreide und Getreideerzeugnisse“ in DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 5725-1:1994                      siehe    DIN ISO 5725-1:1997-11

## **Änderungen**

Gegenüber DIN EN 15948:2015-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung der normativen Verweisungen;
- b) Änderung der Anzahl der Validierungsproben gemäß der neuen Version der EN ISO 12099:2017;
- c) Genauigkeit der Expression des Proteingehalts;
- d) Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit bestimmt aus 3 Ringversuchen und Addition der Unsicherheit nach EN ISO 12099;
- e) Streichung von informativen Anhängen zu 3 Ringversuchen.

## **Nationaler Anhang NA (informativ)**

### **Literaturhinweise**

DIN ISO 5725-1:1997-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*

## **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: CEN-Umfrage  
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

## Inhalt

|                                                                                 | Seite |
|---------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                      | 3     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                       | 4     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                  | 4     |
| 3 Begriffe .....                                                                | 4     |
| 4 Kurzbeschreibung .....                                                        | 4     |
| 5 Analysenverfahren .....                                                       | 5     |
| 5.1 Allgemeines .....                                                           | 5     |
| 5.2 Nahinfrarot-Gerät .....                                                     | 5     |
| 5.3 Vorhersagemodell .....                                                      | 5     |
| 5.4 Anfangsvalidierung des Modells .....                                        | 5     |
| 5.4.1 Allgemeines .....                                                         | 5     |
| 5.4.2 Probensatz für die Anfangsvalidierung .....                               | 6     |
| 5.4.3 Leistungsdaten der Anfangsvalidierung .....                               | 6     |
| 5.5 Aktualisierung des Kalibriermodells und Validierung des neuen Modells ..... | 6     |
| 6 Probenahme .....                                                              | 7     |
| 7 Durchführung .....                                                            | 7     |
| 7.1 Vorbereitung der Untersuchungsprobe .....                                   | 7     |
| 7.2 Messung .....                                                               | 7     |
| 7.3 Lokale Validierung des Verfahrens .....                                     | 7     |
| 7.4 Regelmäßige Einstellung des Gerätes .....                                   | 7     |
| 7.5 Überprüfung der Gerätestabilität .....                                      | 7     |
| 7.6 Überwachung der Leistungsdaten des Verfahrens .....                         | 8     |
| 8 Berechnung und Angabe der Ergebnisse .....                                    | 8     |
| 9 Genauigkeit und Präzision des Verfahrens .....                                | 8     |
| 9.1 Genauigkeit .....                                                           | 8     |
| 9.2 Präzision .....                                                             | 9     |
| 9.2.1 Allgemeines .....                                                         | 9     |
| 9.2.2 Wiederholpräzision .....                                                  | 9     |
| 9.2.3 Vergleichpräzision .....                                                  | 9     |
| 9.2.4 Kritische Differenz .....                                                 | 10    |
| 9.3 Messunsicherheit .....                                                      | 11    |
| 10 Untersuchungsbericht .....                                                   | 12    |
| Literaturhinweise .....                                                         | 13    |

## **Europäisches Vorwort**

Dieses Dokument (prEN 15948:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15948:2015 ersetzen.

Im Vergleich zur Vorgängerausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- Aktualisierung normativer Verweisungen;
- Änderung der Anzahl von Validierproben nach der neuen Fassung von EN ISO 12099:2017;
- Präzision der Angabe des Proteingehalts;
- aus 3 Ringversuchen bestimmte Wiederhol- und Vergleichpräzision und Hinzufügung der Messunsicherheit nach EN ISO 12099;
- Streichung von informativen Anhängen in Bezug auf 3 Ringversuche.

## 1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein routinemäßiges Verfahren für die Bestimmung der Feuchte und des Proteingehalts in ganzen Gersten- und Weizenkörnern unter Anwendung einer Nahinfrarot-Spektroskopie in den folgenden Bestandteilebereichen fest:

für Weizen:

- Feuchtegehalt von mindestens 8 % bis 22 %;
- Proteingehalt von mindestens 7 % bis 20 % in Trockensubstanz (i. TS).

für Gerste:

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

Im vorliegenden Dokument 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 werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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, *Futtermittel, Getreide und gemahlene Getreideerzeugnisse — Anleitung für die Anwendung von Nahinfrarot-Spektrometrie (ISO 12099)*

## 3 Begriffe

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

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>

## 4 Kurzbeschreibung

Das Verfahren beruht auf der Nahinfrarot-(NIR-)Spektroskopie, einer indirekten, korrelativen Technik 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 oder nichtlineare Regressionsmodelle angewendet (z. B. Regression mittels künstlicher neuronaler Netzwerke [en: artificial neural network, ANN], partielle Regression nach der Methode der kleinsten Quadrate — PLS-Regression [en: Partial Least Square Regression]).

## **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**

Das Gerät beruht auf der Messung 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 charakterisiert durch:

- die Anzahl der für die Kalibrierungsentwicklung verwendeten Proben;
- die durch das Modell abgedeckten Bestandteilbereiche für Feuchte und Protein;
- den Faktor zur Berechnung des Rohproteingehalts aus dem Gesamtstickstoffgehalt: 5,7 oder 6,25 wird bei den Referenzwerten berücksichtigt;
- die Angabe des Ergebnisses für den Proteingehalt (% i. TS)
- 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 (z. B. 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 Technik handelt, müssen die Ergebnisse gegen analytische, chemische Referenzverfahren validiert werden. Es ist von Bedeutung, dass die angewendeten Referenzverfahren offiziell zugelassen sind, wie die in den EN ISO-Normen [4], [5], [6] und [7] beschriebenen Verfahren. Der Zweck der Validierung besteht in der Bestimmung des Standardfehlers der Vorhersage, der die um die mittlere Differenz (systematische Abweichung) zwischen routinemäßigem NIR-Verfahren und Referenzverfahren korrigierte Genauigkeit der Ergebnisse des routinemäßigen NIR-Verfahrens darstellt. Der Standardfehler der Vorhersage 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 von Referenzverfahren, wie z. B. [4], [5], [6] oder [7], analysiert wurden, durchgeführt werden.

Anforderungen an den Probensatz für die Validierung sind:

- Für jede Kulturpflanzenart mindestens 200 repräsentative Proben aus Ländern, in denen das Modell angewendet wird, (mindestens 20 repräsentative Proben je Land), gleichmäßig über den gesamten Bestandteilsbereich verteilt;
- die Größe eines Teilbereichs ohne Referenzprobe darf 0,3 % nicht überschreiten;
- die gleiche an mehreren Geräten oder mehrmals am selben Gerät analysierte Probe zählt als eine Probe;
- im Datensatz müssen saisonabhängige Einflüsse über einen Zeitraum von mindestens drei Jahren, temperaturbedingte Einflüsse, Geräteabweichungen und die Variabilität der Referenzdaten enthalten sein.

Alle diese Angaben müssen im Bericht zum Kalibriermodell angegeben werden.

#### 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**

|                                                                                                                 |      | <b>Feuchte<br/>Weizen und Gerste</b> | <b>Protein<br/>Weizen</b> | <b>Protein<br/>Gerste</b> |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|--------------------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Gesamtgenauigkeit, angegeben als SEP (en: Standard Error of Prediction), als Massenanteil des Bestandteils in % |      | 0,24 %                               | 0,25 %                    | 0,27 %                    |
| Konzentration des Bestandteils im unabhängigen Validierungsdatensatz                                            | Min. | 8,0 %                                | 7,0 % i. TS               | 7,0 % i. TS               |
|                                                                                                                 | Max. | 22,0 %                               | 20,0 % i. TS              | 16,0 % i. TS              |

**ANMERKUNG** Die in Tabelle 1 angeführten Mindestleistungsanforderungen schließen die von einer Reihe von beteiligten Referenzlaboratorien dokumentierte Streuung der Referenzdaten, die regionalen Unterschiede und genetischen Variationen, die Anzahl der Länder sowie die einbezogenen Arten von Kulturpflanzen ein.

#### 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 der ursprüngliche Datenbestand beibehalten wird und die erforderlichen neuen Proben hinzugefügt werden.

Das neue Vorhersagemodell muss nach EN ISO 12099 aktualisiert werden.

Die Validierung ist gemäß der Anfangsvalidierung (5.4) durchzuführen und muss mindestens 20 neue Proben der durch die Aktualisierung betroffenen Arten umfassen.

## **6 Probenahme**

Die Probenahme ist nicht Teil des in dieser Europäischen 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, des Standardfehlers der Vorhersage (SEP, siehe EN ISO 12099, Abschnitt „Statistiken für die Leistungsbeurteilung“) und der Steigung sind mindestens 20 Proben erforderlich. Die Validierung muss für jeden Probentyp (Weizen, Gerste), Bestandteil/Parameter (Feuchte, Protein) und jede Temperatur ausgeführt werden (siehe EN ISO 12099, Unterabschnitt „Validierung der Kalibriermodelle“).

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

Die systematische Abweichung (d. h. die mittlere Differenz zwischen den Ergebnissen der chemischen Analyse und den vorhergesagten Ergebnissen) darf statistische Signifikanz besitzen, muss es 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 die Grenze für die systematische Abweichung überschritten wird, wird eine Korrektur in die Gerätesoftware implementiert und der Validierungsprozess wiederholt.

Wenn die Grenze für den SEP oder die Steigung überschritten wird, ist Kontakt mit dem Lieferant des Vorhersagemodells aufzunehmen. Die Validierung wird nicht angenommen.

### **7.4 Regelmäßige Einstellung des Gerätes**

Wie in EN ISO 12099 (Abschnitt „Überprüfung der Gerätestabilität“) erwähnt, muss der Standardisierung der Geräte, nach den Empfehlungen des Herstellers, besondere Aufmerksamkeit gewidmet werden, wenn verschiedene Instrumente in einem Netzwerk genutzt werden.

### **7.5 Überprüfung der Gerätestabilität**

Siehe EN ISO 12099, Abschnitt „Überprüfung der Gerätestabilität“.