

DIN EN ISO 13904

ICS 65.120

Einsprüche bis 2015-02-19
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 13904:2005-08

Entwurf

**Futtermittel –
Bestimmung des Tryptophangehalts (ISO/DIS 13904:2014);
Deutsche Fassung prEN ISO 13904:2014**

Animal feeding stuffs –
Determination of tryptophan content (ISO/DIS 13904:2014);
German version prEN ISO 13904:2014

Aliments des animaux –
Détermination de la teneur en tryptophane (ISO/DIS 13904:2014);
Version allemande prEN ISO 13904:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-12-19 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 DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 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 19 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13904:2014) enthält unverändert den internationalen Norm-Entwurf ISO/DIS 13904:2014, der vom Unterkomitee SC 10 „Animal Feeding Stuffs“ (Sekretariat: ISIRI, Iran) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Food Products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) erarbeitet wurde. Auf Grund des Beschlusses des CEN/TC 327 „Futtermittel — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) wird die Bearbeitung im parallelen Abstimmungsverfahren unter Federführung des ISO/TC 34/SC 10 durchgeführt.

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 13904:2005-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Unterabschnitt 3.17 (Kalibrier-Standardlösung von Tryptophan und innerer Standard), der Abschnitt 6 (Berechnung der Ergebnisse) und die Unterabschnitte 7.1 bis 7.3 des Abschnittes 7 (Präzision) wurden jeweils unterteilt in „Futtermittel“ und „Technisch reine Stoffe und Vormischungen, die mehr als 2 % Tryptophan enthalten“;
- b) der informative Anhang C (Tabelle zur Probenvorbereitung: Beispiel für die Analyse von reinen Produkten und Vormischungen) wurde neu aufgenommen;
- c) der informative Anhang D (Ergebnisse eines Ringversuchs für Tryptophan in reinen Produkten und Vormischungen, die mehr als 2 % Tryptophan enthalten) wurde neu aufgenommen;
- d) Norm redaktionell überarbeitet.

Futtermittel — Bestimmung des Tryptophangehalts (ISO/DIS 13904:2014)

Aliments des animaux — Détermination de la teneur en tryptophane (ISO/DIS 13904:2014)

Animal feeding stuffs — Determination of tryptophan content (ISO/DIS 13904:2014)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Kurzbeschreibung	4
3 Reagenzien und Materialien	4
4 Geräte.....	6
5 Durchführung.....	7
5.1 Probenvorbereitung.....	7
5.2 Bestimmung des freien Tryptophans (im Extrakt)	7
5.3 Bestimmung des Gesamttryptophans (im Hydrolysat)	8
5.4 HPLC-Untersuchung.....	9
6 Berechnung der Ergebnisse.....	9
6.1 Futtermittel	9
6.2 Technisch reine Stoffe und Vormischungen, die mehr als 2 % Tryptophan enthalten.....	10
7 Präzision	10
7.1 Ringversuch	10
7.2 Wiederholpräzision.....	11
7.3 Vergleichpräzision	11
8 Untersuchungsbericht	11
Anhang A (informativ) Ergebnisse eines Ringversuchs	12
Anhang B (informativ) Bemerkungen zum Verfahren.....	14
Anhang C (informativ) Tabelle zur Probenvorbereitung: Beispiel für die Analyse von reinen Produkten und Vormischungen	15
Anhang D Ergebnisse eines Ringversuchs für Tryptophan in reinen Produkten und Vormischungen, die mehr als 2 % Tryptophan enthalten	16
Literaturhinweise	17

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13904:2014) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 13904:2005 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 13904:2014 wurde vom CEN als prEN ISO 13904:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Gehalts an Gesamttryptophan und freiem Tryptophan (Trp) in Futtermitteln (z. B. Fertig- und Ergänzungsfuttermittel, Austauschfuttermittel, Rohstoffe, Zutaten und Konzentrate) und zur Bestimmung von freiem Tryptophan in technisch reinen Stoffen und Vormischungen, die mehr als 2 % Tryptophan enthalten.

Bei dem Verfahren wird nicht zwischen D- und L-Formen unterschieden.

2 Kurzbeschreibung

Zur Bestimmung des Gesamttryptophans wird die Probe unter alkalischen Bedingungen mit gesättigter Bariumhydroxidlösung hydrolysiert und für 20 h auf 110 °C erwärmt. Nach der Hydrolyse wird ein innerer Standard zugegeben.

Zur Bestimmung des freien Tryptophans wird die Probe unter schwach sauren Bedingungen in Gegenwart des inneren Standards extrahiert. Bei technisch reinen Stoffen und Vormischungen, die mehr als 2 % Tryptophan enthalten, ist es möglich, den inneren Standard nach der Extraktion zuzugeben, da bei der Zugabe vor der Extraktion ein großes Volumen notwendig ist.

Das Tryptophan und der innere Standard im Hydrolysat oder Extrakt werden mittels C₁₈-Umkehrphasen-HPLC mit Fluoreszenzdetektion bestimmt.

3 Reagenzien und Materialien

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit, falls nicht anders festgelegt, zu verwenden.

3.1 Aqua bidestillata oder Wasser gleichwertiger Qualität (Leitfähigkeit < 10 µS/cm).

3.2 Standardsubstanz und Kontrollsubstanz: Unter Vakuum über Phosphorpentoxid getrocknetes Tryptophan (Reinheit/Gehalt $w \geq 99$ %). Das Produkt wird als 100 % rein angesehen.

ANMERKUNG Die Kontrolle der Reinheit der Standardsubstanz kann durch Messung der Extinktion einer Tryptophan-Lösung bei 280 nm erfolgen. Aus einer Stammlösung wird eine Lösung von etwa 5 mg/l in 10⁻³ N HCl hergestellt und die OD bei 280 nm wird gegen 10⁻³ N HCl gemessen. Daraus ergibt sich folgende Konzentration von Tryptophan: $C = OD/5630 \cdot 10^6$, dabei gilt

— 5630 ist der molare Extinktionskoeffizient von Tryptophan in Wasser bei 280 nm;

— C wird in µmol/l angegeben.

Die Reinheit der Standardsubstanz ist folglich: $(C/C_0) \cdot 100$, wobei C₀ die theoretische Konzentration der Verdünnung, angegeben in µmol/l, von etwa 25 µmol/l ist.

Die Kontrolle der Reinheit wird alle 6 Monate während des Gebrauchs durchgeführt; sie muss ≥ 99 % ergeben.

3.3 Innerer Standard: Unter Vakuum über Phosphorpentoxid getrocknetes α -Methyl-Tryptophan (Reinheit/Gehalt $w \geq 99$ %).

3.4 Bariumhydroxid-Octahydrat.

Es sollte sorgfältig darauf geachtet werden, dass das Ba(OH)₂ · 8 H₂O nicht übermäßig der Luft ausgesetzt wird, um die Bildung von BaCO₃ zu verhindern, das die Bestimmung stören könnte (siehe Bemerkung B.3).