

DIN EN ISO 6540



ICS 67.060

Entwurf

Einsprüche bis 2020-05-27
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 6540:2010-08

**Mais –
Bestimmung des Feuchtegehalts (von gemahlenen und ganzen Körnern)
(ISO/DIS 6540:2020);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 6540:2020**

Maize –
Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains)
(ISO/DIS 6540:2020);
German and English version prEN ISO 6540:2020

Maïs –
Détermination de la teneur en eau (sur grains broyés et sur grains entiers)
(ISO/DIS 6540:2020);
Version allemande et anglaise prEN ISO 6540:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-03-27 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 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/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe 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 oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 63 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6540:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-06 AA „Getreide und Getreideerzeugnisse sowie Stärke auch aus anderen Rohstoffen“ im 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.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 6540:2010-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Abschnitte 8 bis 12 wurden technisch überarbeitet;
- b) die Abschnitte 17 bis 21 wurden technisch überarbeitet;
- c) die Anhänge wurden technisch überarbeitet;
- d) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Mais — Bestimmung des Feuchtegehalts (von gemahlenen und ganzen Körnern) (ISO/DIS 6540:2020)

Maïs — Détermination de la teneur en eau (sur grains broyés et sur grains entiers) (ISO/DIS 6540:2020)

Maize — Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains) (ISO/DIS 6540:2020)

ICS: 67.060

Deskriptoren:

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

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
Hauptabschnitt 1: Referenzverfahren	7
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Prüfeinrichtung	7
6 Probenahme	8
7 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	8
7.1 Erzeugnisse, die keine Zerkleinerung erfordern	8
7.2 Erzeugnisse, die eine Zerkleinerung erfordern	8
7.3 Zerkleinerung mit Vorkonditionierung	9
8 Verfahren	9
8.1 Anzahl der Bestimmungen	9
8.2 Wägen der Dosen	9
8.3 Prüfmenge	9
8.4 Trocknen	9
8.5 Wägen	10
9 Angabe der Ergebnisse	10
9.1 Berechnungsverfahren und Gleichungen	10
10 Präzision	11
11 Anmerkungen zur Durchführung	12
12 Prüfbericht	12
Hauptabschnitt 2: Routineverfahren an ganzen Körnern	14
13 Anwendungsbereich	14
14 Begriffe	14
15 Kurzbeschreibung	14
16 Prüfeinrichtung	14
17 Probenahme	14
18 Verfahren	15

18.1	Prüfmenge.....	15
18.2	Trocknen	15
18.3	Anzahl der Bestimmungen.....	15
19	Angabe der Ergebnisse.....	15
19.1	Berechnungsverfahren und Gleichungen.....	15
19.2	Wiederholpräzision.....	16
19.3	Vergleichpräzision	16
19.4	Vergleich von zwei Gruppen von Messungen in einem Laboratorium.....	16
19.5	Vergleich von zwei Gruppen von Messungen in zwei Laboratorien.....	16
19.6	Anwendung von Genauigkeitsgrenzen.....	17
19.7	Bemerkung	17
20	Prüfbericht.....	17
Anhang A (informativ) Absolutes Verfahren.....		18
Anhang B (informativ) Prüfergebnisse des Ringversuchs		25
Anhang C (informativ) Anwendung der Genauigkeitsdaten auf das Verfahren mit ganzen Körnern (Hauptabschnitt 2).....		31
Literaturhinweise.....		32

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6540:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 338 „Getreide und Getreideerzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 6540:2010 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 6540:2020 wurde von CEN als prEN ISO 6540:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 4, *Cereals and pulses* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 6540:1980), *Maize — Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains)*, deren Abschnitte 8 bis 12 und 17 bis 21 und deren Anhänge technisch überarbeitet wurden.

Einleitung

Auf Mais sind das Grund-Referenzverfahren und das Routine-Referenzverfahren für Getreide (ISO 712 und ihr Anhang B) nur bedingt anwendbar. Aus diesem Grund wurde es als ratsam angesehen, die beiden genannten Verfahren durch eine Reihe von Änderungen so zu überarbeiten, dass sie auf Mais angewendet werden können.

Das Grund-Referenzverfahren für Mais, das in diesem Fall als das absolute Verfahren bezeichnet wird, setzt spezielle, Prüfgeräte und erfahrenes Personal voraus, und kann lediglich in bestimmten Laboratorien durchgeführt werden.

Wegen des sehr hohen Feuchtegehalts, der in Maisproben vorhanden sein kann [mitunter mehr als 40 % (m/m)] und wegen der Größe und Textur der Maiskörner treten bei der Feuchtebestimmung Probleme beim Zerkleinern und Vortrocknen auf.

In dieser Internationalen Norm wird deswegen neben dem absoluten Verfahren auch ein Routineverfahren für ganze Maiskörner beschrieben (Hauptabschnitt 2), bei dem Vortrocknen und Zerkleinern entfallen können und das einfacher und für serienmäßige Bestimmungen anwendbar ist. Die Ansprechzeit ist länger, dafür aber ist der Arbeitsaufwand geringer, weil das Zerkleinern entfällt. Im Vergleich zum Referenzverfahren hat dieses praktische Verfahren mit ganzen Körnern jedoch eine positive systematische Abweichungskomponente von etwa 0,30 % (w/w).

Hauptabschnitt 1: Referenzverfahren

1 Anwendungsbereich

In diesem Hauptabschnitt wird das Referenzverfahren zur Bestimmung des Feuchtegehalts von Maiskörnern und Maisgrieß festgelegt.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Feuchtegehalt von Mais

im herkömmlichen Sinn der Masseverlust, angegeben als prozentualer Anteil, dem das Erzeugnis unter den in diesem Hauptabschnitt der Norm festgelegten Bedingungen unterliegt

4 Kurzbeschreibung

Bei Bedarf wird eine Probe nach dem Vorkonditionieren, sofern dieses erforderlich ist, zerkleinert. Eine Prüfmenge wird bei einer Temperatur zwischen 130 °C und 133 °C unter Bedingungen getrocknet, die ein Ergebnis ermöglichen, das dem nach dem absoluten Verfahren (siehe Anhang) ermittelten Ergebnis entspricht.

5 Prüfeinrichtung

5.1 Analysenwaage, die in der Lage ist, mit einer Messunsicherheit von $\pm 0,001$ g zu messen und deren Anzeige daher eine Fehlergrenze von 0,1 mg hat.

5.2 Analysenwaage, die in der Lage ist, mit einer Messunsicherheit von $\pm 0,1$ g zu messen und deren Anzeige daher eine Fehlergrenze von 0,01 mg hat.

5.3 Zerkleinerungsgerät (Mühle) mit folgenden Merkmalen:

- a) hergestellt aus einem Werkstoff, der keine Feuchtigkeit absorbiert;
- b) leicht zu reinigen und mit einem möglichst geringen Totraum;
- c) ermöglicht eine schnelle und gleichmäßige Zerkleinerung einer aus 30 g Maiskörnern bestehenden Probe ohne merkliche Wärmeentwicklung und, sofern möglich, ohne Kontakt der Probe mit der Außenluft;
- d) so einstellbar, dass Teilchen mit den in 7.1 angegebenen Maßen erhalten werden.

5.4 Glühschiffchen aus Metall, ohne Deckel, mit einer wirksamen Oberfläche, die eine Verteilung von 100 g Maiskörnern in nur einer Schicht ermöglicht.

5.5 Metallschale mit geeigneten Maßen, die unter den Prüfbedingungen korrosionsbeständig ist oder, wenn das nicht der Fall ist, eine entsprechende Glasschale mit ausreichend dicht abschließendem Deckel und einer wirksamen Oberfläche, die eine Verteilung der Prüfmenge mit einer flächenbezogenen Masse von höchstens 0,3 g je Quadratzentimeter ermöglicht.

5.6 Trockenschrank mit konstanter Temperatur, elektrisch beheizt, einstellbar auf eine Temperatur zwischen 60 °C und 80 °C und mit geeigneter Lüftung.

5.7 Trockenschrank mit konstanter Temperatur, elektrisch beheizt und so regelbar, dass bei normalem Betrieb die Temperatur der Luft und der Gestelle, auf denen sich die Prüfmengen befinden, in der Nähe der Prüfmengen im Bereich von 130 °C bis 133 °C liegt.

Der Trockenschrank muss eine Wärmekapazität haben, die ausreicht, um eine am Anfang eingestellte Temperatur von 131 °C in weniger als 45 min (vorzugsweise in weniger als 30 min) wieder erreichen zu können, nachdem die größtmögliche Anzahl von Prüfmengen, die gleichzeitig getrocknet werden können, eingebracht wurde.

Die Wirksamkeit der Lüftung muss mit Hartweizengrieß mit einer maximalen Teilchengröße von 1 mm als Untersuchungsmaterial bestimmt werden. Die Lüftung muss ermöglichen, dass die Unterschiede zwischen den Ergebnissen, die nach dem Trocknen der größtmöglichen Anzahl von Prüfmengen, die der Trockenschrank aufnehmen kann, bei einer Temperatur von 130 °C bis 133 °C über eine Dauer von 2 h ermittelt wurden, und den Ergebnissen, die nach einer weiteren Trocknungsdauer von 1 h ermittelt wurden, nicht mehr als 0,15 g Feuchte je 100 g Probe betragen.

5.8 Exsikkator, der ein wirksames Trocknungsmittel enthält.

6 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 24333, *Cereals and cereal products — Sampling* angegeben.

Es sollte eine tatsächlich repräsentative Probe in einer versiegelten Verpackung an das Laboratorium geliefert werden, die während des Transports und der Lagerung weder beschädigt noch verändert wurde.

7 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

7.1 Erzeugnisse, die keine Zerkleinerung erfordern

Erzeugnisse mit einer Teilchengröße von 1,7 mm oder weniger, von denen weniger als 10 % (m/m) eine Größe über 1 mm und mehr als 50 % (m/m) eine Größe unter 0,5 mm haben, brauchen vor der Bestimmung nicht zerkleinert zu werden.

Vor Entnahme der Prüfmenge (8.3) ist die Laborprobe gründlich zu mischen.

7.2 Erzeugnisse, die eine Zerkleinerung erfordern

Wenn die Erzeugnisse nicht die in 7.1 angeführten Kennwerte für die Teilchengröße aufweisen, müssen sie entweder ohne Vorkonditionierung (7.2.1) oder bei Bedarf mit Vorkonditionierung (7.2.2) zerkleinert werden.

7.2.1 Zerkleinerung ohne Vorkonditionierung

Erzeugnisse, die bei der Zerkleinerung wahrscheinlich keiner Änderung des Feuchtegehalts unterliegen (im Allgemeinen Erzeugnisse mit einem Feuchtegehalt zwischen 9,00 % [m/m] und 15,00 % [m/m] [siehe 11]), sind ohne Vorkonditionierung zu zerkleinern.

Das Zerkleinerungsgerät (die Mühle) (5.3) ist so einzustellen, dass Teilchen mit den in 7.1 angeführten Maßen erhalten werden; es ist zunächst eine geringe Menge der Laborprobe zu zerkleinern und zu verwerfen.

Danach sind etwa 30 g der Laborprobe schnell zu zerkleinern, mit einem Spatel zu mischen, und dann ist ohne jede zeitliche Verzögerung nach 8.1 fortzufahren.

7.3 Zerkleinerung mit Vorkonditionierung

Erzeugnisse, die bei der Zerkleinerung wahrscheinlich einer Änderung des Feuchtegehalts unterliegen (im Allgemeinen Erzeugnisse mit einem Feuchtegehalt von mehr als 15,00 % $[m/m]$ oder weniger als 9,00 % $[m/m]$), sind einer Vorkonditionierung zu unterziehen, um vor dem Zerkleinern einen Feuchtegehalt zwischen 9,00 % (m/m) und 15,00 % (m/m) (siehe 11) zu erreichen.

Wenn der Feuchtegehalt mehr als 15,00 % (m/m) beträgt (der häufigste Fall), sind etwa 100 g der Laborprobe auf 0,1 g in das Glühschiffchen (5.3), einzuwägen und in den auf eine Temperatur zwischen 60 °C und 80 °C geregelten Trockenschrank (5.6) für die Dauer zu bringen, die notwendig ist, um einen Feuchtegehalt zwischen 9,00 % (m/m) und 15,00 % (m/m) zu erreichen. Das Glühschiffchen ist aus dem Trockenschrank zu entnehmen und im Laborklima über die Dauer abkühlen zu lassen, die notwendig ist (mindestens 2 h), um die vorkonditionierte Probe wieder auf die Laboratoriumstemperatur zu bringen und eine relativ gleichmäßige Feuchteverteilung zu erreichen. Während dieser Prüfung muss sichergestellt werden, dass dem Inhalt des Glühschiffchens weder Material zugegeben noch Material entnommen wird. Falls notwendig, ist es mit einem Blatt Papier, nicht jedoch mit einem Deckel abzudecken, der den Feuchtigkeitsaustausch zwischen Luft und Korn begrenzen könnte.

Nach dem Konditionieren ist die Probe auf 10 mg zu wägen, und unmittelbar im Anschluss daran sind etwa 30 g des Erzeugnisses schnell zu zerkleinern. Die Probe ist mit einem Spatel zu mischen.

Bei einem Feuchtegehalt von weniger als 9,00 % (m/m) sind etwa 100 g der auf 10 mg gewogenen Laborprobe einer geeigneten Atmosphäre (im Allgemeinen dem Laborklima) auszusetzen, bis ein Feuchtegehalt innerhalb der oben festgelegten Grenzen erreicht ist.

8 Verfahren

8.1 Anzahl der Bestimmungen

Die Bestimmungen sind für jede Laborprobe zweifach durchzuführen.

An jeder der beiden der Laborprobe entnommenen und zerkleinerten Prüfmengen ist jeweils eine Bestimmung nach 8.2 bis 8.5 durchzuführen. Falls die absolute Differenz zwischen den beiden Ergebnissen größer ist als die in Abschnitt 10 angegebene Wiederholgrenze, ist die Bestimmung zu wiederholen, bis die Anforderungen erfüllt werden.

8.2 Wägen der Dosen

Für jede Probe sind zunächst zwei Dosen (5.5) zu trocknen und auf 0,001 g zu wägen. Das Leergewicht t jeder Dose ist zu protokollieren.

8.3 Prüfmenge

Etwa (8 ± 1) g der Untersuchungsprobe (7.1.1 bis 7.2.1 oder 7.2.2, je nachdem, was zutrifft) sind schnell mit einer Genauigkeit von 0,001 mg in die Dose (5.4) einzuwägen. Die Masse m'_0 ist zu protokollieren.

8.4 Trocknen

Die offene Schale mit der Prüfmenge ist zusammen mit dem Deckel in den auf eine Temperatur zwischen 130 °C und 133 °C geregelten Trockenschrank (5.7) einzubringen und über eine Dauer von $4 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ darin zu belassen.

Niemals dürfen feuchte Erzeugnisse in einen Trockenschrank gebracht werden, der Prüfmengen mit fast abgeschlossener Trocknung enthält, weil diese Prüfmengen dadurch teilweise erneut hydratisiert werden.

Während des Trocknens darf weder die Tür des Trockenschrankes geöffnet werden noch dürfen vor der Entnahme der getrockneten Prüfmengen neue nasse Untersuchungsproben eingebracht werden, weil dies zu einer erneuten Hydratation dieser Prüfmengen führen würde.

Am Ende der Trocknungszeit ist die Schale schnell aus dem Trockenschrank zu entnehmen, abzudecken und in den Exsikkator (5.8) zu stellen. Falls mehrere Prüfungen gleichzeitig durchgeführt werden, dürfen die Schalen niemals übereinander in den Exsikkator gestellt werden.

8.5 Wägen

Sobald die Schale auf Labortemperatur abgekühlt ist (im Allgemeinen zwischen 30 min und 45 min, nachdem sie in den Exsikkator gestellt wurde), ist sie auf 0,001 mg zu wiegen. Die Masse m'_1 ist zu protokollieren.

9 Angabe der Ergebnisse

9.1 Berechnungsverfahren und Gleichungen

Der Feuchtegehalt w_{H_2O} , angegeben als Massenanteil in Prozent des Erzeugnisses im Lieferzustand, wird nach folgenden Gleichungen berechnet:

a) ohne Vorkonditionierung:

$$w_{H_2O} = (m_0 - m_1) \frac{100}{m_0}$$

Dabei ist

$m_0 = m'_0 - t$ die Masse der Prüfmenge (8.3), in Gramm;

$m_1 = m'_1 - t$ die Masse der Prüfmenge nach dem Trocknen (8.5), in Gramm;

t das Eigengewicht der Dose (8.2), in Gramm;

b) mit Vorkonditionierung:

$$w_{H_2O} = \left[(m_0 - m_1) \frac{m_3}{m_0} + m_2 - m_3 \right] \frac{100}{m_2}$$

$$w_{H_2O} = 100 \left(1 - \frac{m_1 m_3}{m_0 m_2} \right)$$

Dabei ist bzw. haben

m_0 und m_1 dieselbe Bedeutung wie in 9.1 angegeben;

m_2 die Masse der vor dem Konditionieren entnommenen Probe (7.2.2), in Gramm;

m_3 die Masse der nach dem Konditionieren entnommenen Probe (7.2.2), in Gramm.

Das Ergebnis ist der arithmetische Mittelwert aus den beiden ermittelten Werten, sofern die Anforderung an die Wiederholpräzision (siehe 10.2) erfüllt ist. Ist dies nicht der Fall, so sind die Bestimmungen zu wiederholen.

Das Ergebnis ist auf zwei Dezimalstellen anzugeben.

10 Präzision

10.1 Ringversuch

10.2 Die Einzelheiten eines Ringversuchs zur Präzision des Verfahrens sind in Anhang B zusammengefasst. Die Werte dieser Prüfung lassen sich nur auf Wassergehalte im Bereich von 11,90 % bis 39,20 % und die untersuchte Matrix (Mais) anwenden.

Wiederholpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei unabhängigen im selben Laboratorium von derselben Bedienungsperson mit Hilfe derselben Prüfeinrichtung nach demselben Verfahren unter Verwendung identischen Prüfmaterials innerhalb eines kurzen Zeitraums erhaltenen Einzelprüfergebnissen darf die Wiederholgrenze in höchstens 5 % der Fälle überschreiten.

$$r = 2,8 S_r$$

$$r = 2,8 \times 0,07 = 0,19$$

für Mais mit einem Wassergehalt zwischen 11,90 % und 39,20 %.

10.3 Vergleichpräzision

Die Vergleichpräzision ist die absolute Differenz zwischen zwei von unterschiedlichen Bedienungspersonen in unterschiedlichen Laboratorien mit unterschiedlichen Prüfgeräten nach demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial erhaltenen Einzelprüfergebnissen.

In der Praxis ist es nicht angemessen, die Ergebnisse von 2 Laboratorien miteinander zu vergleichen, wenn die betreffende Prüfung zwingend Wiederholbedingungen verlangt.

Das angemessene Vergleichswerkzeug ist die in 10.4 und 10.5 beschriebene kritische Differenz.

10.4 Vergleich von zwei Gruppen von Messungen in einem Laboratorium

Die kritische Differenz (DCr) ist die Differenz zwischen zwei für zwei Prüfergebnisse unter Wiederholbedingungen erhaltenen und gemittelten Werten. Dabei ist jedes Ergebnis das Mittel von zwei Werten (siehe 8.4), und der Vergleich der beiden Ergebnisse für den Wassergehalt muss anhand der kritischen Differenz vorgenommen werden.

Die kritische Differenz (DCr) zwischen zwei gemittelten Werten, die jeweils für zwei Prüfergebnisse unter Wiederholbedingungen erhalten wurden, ist gleich:

$$DC_r = 2,8 S_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,8 S_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98 S_r = 0,14$$

Dabei ist bzw. sind

S_r die Standardabweichung der Wiederholpräzision;

n_1 und n_2 die Anzahl der den einzelnen gemittelten Werten entsprechenden Prüfergebnisse.

10.5 Vergleich von zwei Gruppen von Messungen in zwei Laboratorien

Die kritische Differenz (DCr) zwischen zwei gemittelten Werten, die jeweils unter Wiederholbedingungen für zwei Prüfergebnisse in zwei verschiedenen Laboratorien erhalten wurden, ist gleich:

$$CD_R = 2,8 \sqrt{S_R^2 - S_F^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2,8 \sqrt{S_R^2 - 0,5 S_F^2} = 0,68$$

Dabei ist bzw. sind

S_F die Standardabweichung der Wiederholpräzision;

S_R die Standardabweichung der Vergleichpräzision;

n_1 und n_2 die Anzahl der den einzelnen gemittelten Werten entsprechenden Prüfergebnisse.

10.6 Unsicherheit

Die Messunsicherheiten lassen sich mit Hilfe von Daten bewerten, die in nach ISO 5725-2 durchgeführten Untersuchungen erhalten wurden: Die im Rahmen eines Ringversuchs erhaltene Vergleichstandardabweichung stellt eine gültige Grundlage für die Beurteilung der Messunsicherheit dar, weil die Unsicherheit ihrer Definition nach die Streuung von Werten beschreibt, die dem Parameter begründbar zugeordnet werden können.

Die berechnete erweiterte Standardunsicherheit sollte $\leq \pm 2$ Vergleichstandardabweichungen sein.

10.7 Anmerkung

Beim Vergleich der Ergebnisse mit den nach dem absoluten Verfahren erhaltenen Ergebnissen (siehe Anhang A) ergibt sich im Allgemeinen eine Differenz von weniger als 0,15 g Wasser je 100 g der Proben.

11 Anmerkungen zur Durchführung

11.1 Der für die Konditionierung der Erzeugnisse vor dem Zerkleinern geltende Bereich der Feuchtegehalte entspricht einem Laborklima mit einer Temperatur von (20 ± 2) °C und einer relativen Luftfeuchte von 45 % bis 75 %. Für andere Klimabedingungen sollte eine entsprechende Modifizierung vorgenommen werden.

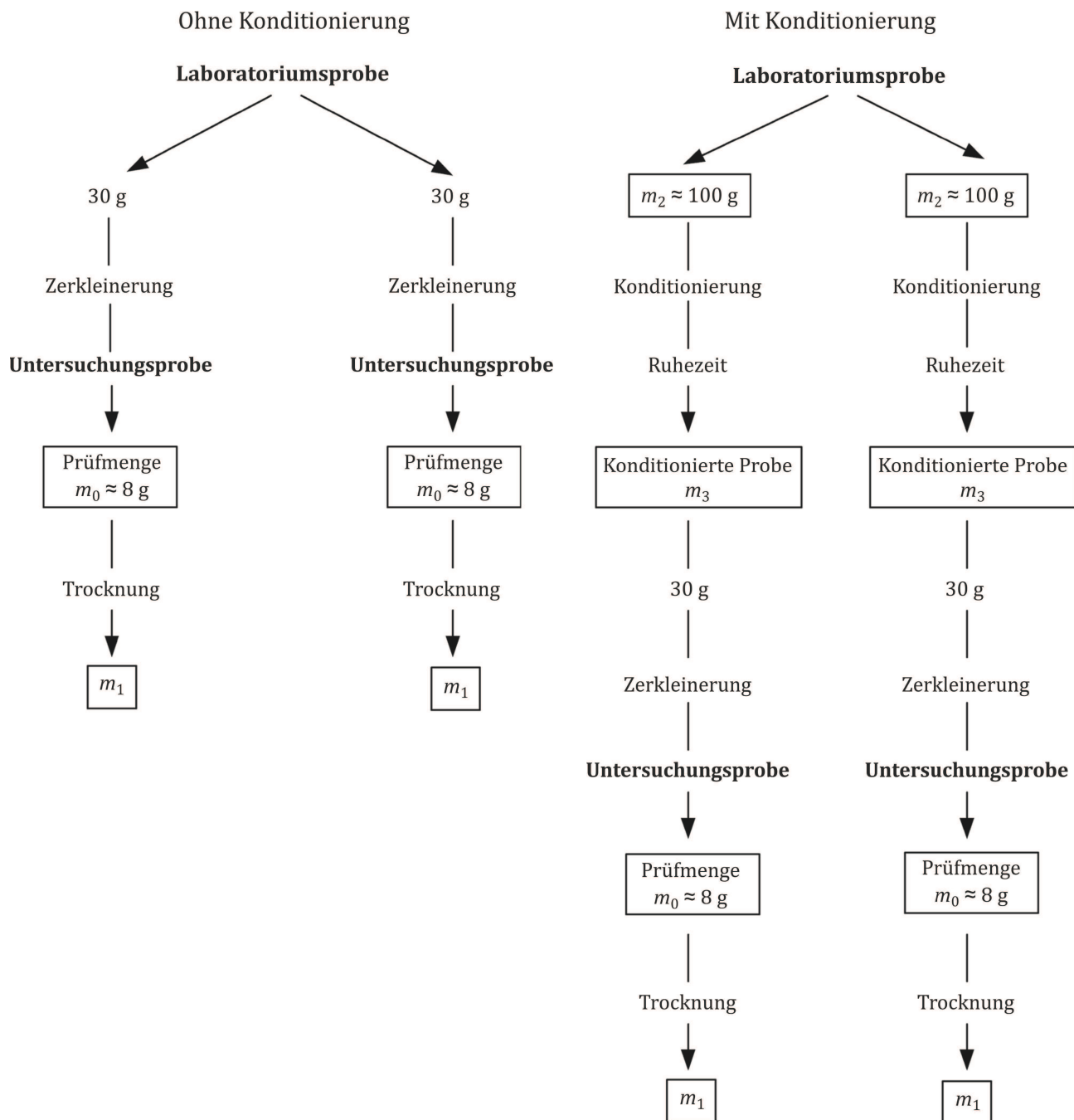
11.2 Die an 100 g bzw. 30 g einer Laborprobe durchgeführte Konditionierung und Zerkleinerung dienen dem Zweck, eine Prüfmenge von 8 g zu liefern, aus der eine repräsentativere Probe zu gewinnen ist. Die direkte Entnahme einer Probe von 8 g für die Zerkleinerung würde einer nicht repräsentativen Menge des Ausgangserzeugnisses entsprechen, sodass eine zu große Streuung der Ergebnisse auftreten würde.

12 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) alle zur Identifizierung der Probe erforderlichen Informationen (Art der Probe, Ursprung und Bezeichnung der Probe);
- b) Verweisung auf diese Internationale Norm;
- c) Datum der Probenahme und Typ des Probenahmeverfahrens (sofern bekannt);
- d) Eingangsdatum;

- e) Datum der Prüfung;
- f) das Prüfergebnis und die Einheit, in der es angegeben ist;
- g) alle Arbeitsgänge, die nicht im Verfahren festgelegt sind oder als wahlfrei angesehen werden und die Einfluss auf das Ergebnis gehabt haben könnten.



ANMERKUNG Alle Arbeitsschritte, in denen Wägungen durchgeführt werden, sind mit einem Rahmen versehen.

Bild 1 — Darstellung von zwei möglichen Abläufen für Erzeugnisse, die eine Zerkleinerung erfordern

Hauptabschnitt 2: Routineverfahren an ganzen Körnern

13 Anwendungsbereich

In diesem Hauptabschnitt wird ein Verfahren zur Bewertung des Feuchtegehalts von ganzen Maiskörnern festgelegt.

Das Verfahren ist wegen seiner signifikanten systematischen Abweichungskomponente gegenüber dem Referenzmessverfahren (siehe Anhang B, Tabelle B.3) für Fachberichte oder für die Kalibrierung oder Überprüfung von Feuchtemessgeräten nicht geeignet.

14 Begriffe

14.1

Feuchtegehalt von Mais

im herkömmlichen Sinn der Masseverlust, angegeben als prozentualer Anteil, dem das Erzeugnis unter den in diesem Hauptabschnitt festgelegten Bedingungen unterliegt

15 Kurzbeschreibung

Die ganzen Körner werden für 38 h bei einer Temperatur zwischen 130 °C und 133 °C getrocknet.

16 Prüfeinrichtung

16.1 Metallschale, korrosionsbeständig unter den Untersuchungsbedingungen, mit ausreichend dicht abschließendem Deckel und mit einem Durchmesser von 50 mm bis 60 mm und einer Höhe von mindestens 25 mm.

16.2 Trockenschrank mit konstanter Temperatur, elektrisch beheizt und so regelbar, dass bei normalem Betrieb die Temperatur der Luft und der Gestelle, auf denen sich die Prüfmengen befinden, in der Nähe der Prüfmengen im Bereich von 130 °C bis 133 °C liegt.

16.3 Exsikkator, der ein wirksames Trocknungsmittel enthält.

16.4 Analysenwaage, die in der Lage ist, mit einer Messunsicherheit von $\pm 0,001$ g zu messen und deren Anzeige daher eine Fehlergrenze von 0,1 mg hat.

17 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 24333, *Cereals and cereal products — Sampling* angegeben.

Es sollte eine tatsächlich repräsentative Probe in einer versiegelten Verpackung an das Laboratorium geliefert werden, die während des Transports und der Lagerung weder beschädigt noch verändert wurde.

18 Verfahren

18.1 Prüfmenge

Die Metallschale (16.1) ist zusammen mit ihrem Deckel, nachdem sie zuvor getrocknet wurden, auf 0,001 g zu wägen (m_0).

Entsprechend dem Durchmesser der Schale sind rasch ganze Körner mit einer Masse von 25 g bis 40 g einzubringen.

Die Schale ist unverzüglich abzudecken und auf 0,01 g zu wägen (m_1).

18.2 Trocknen

Die offene Schale mit der Prüfmenge ist mit nicht aufgelegtem Deckel in den auf eine Temperatur zwischen 130 °C bis 133 °C geregelten Trockenschrank (16.2) und über eine Dauer von (38 ± 2) h darin zu belassen.¹

Niemals dürfen feuchte Erzeugnisse in einen Trockenschrank gebracht werden, der Prüfmengen mit fast abgeschlossener Trocknung enthält, weil diese Prüfmengen dadurch teilweise erneut hydratisiert werden.

Am Ende des Trocknungsvorgangs ist die Schale schnell aus dem Trockenschrank zu entnehmen, abzudecken und in den Exsikkator (16.3) zu stellen; falls mehrere Prüfungen gleichzeitig durchgeführt werden, dürfen die Schalen niemals übereinander in den Exsikkator gestellt werden.

Sobald die Schale auf Labortemperatur abgekühlt ist (im Allgemeinen zwischen 30 min und 45 min, nachdem sie in den Exsikkator gestellt wurde), ist sie auf 0,01 g zu wägen (m_2).

18.3 Anzahl der Bestimmungen

An Prüfmengen, die derselben Laborprobe entnommen wurden, sind mindestens zwei Bestimmungen durchzuführen.

19 Angabe der Ergebnisse

19.1 Berechnungsverfahren und Gleichungen

Der Feuchtegehalt, angegeben als Massenanteil in Prozent des Erzeugnisses im Lieferzustand, wird nach der folgenden Gleichung berechnet:

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_1 - m_0}$$

Dabei ist

m_0 die Masse der leeren Schale mit dem dazugehörigen Deckel, in Gramm;

m_1 die Masse von Schale, Deckel und Prüfmenge vor dem Trocknen, in Gramm;

m_2 die Masse von Schale, Deckel und Prüfmenge nach dem Trocknen, in Gramm.

Das Ergebnis ist der arithmetische Mittelwert aus den ermittelten Werten, sofern die Anforderung an die Wiederholpräzision (siehe 19.2) erfüllt ist. Ist dies nicht der Fall, so sind die Bestimmungen zu wiederholen.

Das Ergebnis ist auf eine Stelle nach dem Komma anzugeben.

1 In der Praxis ist eine Dauer von zwei Nächten und einem Tag anzuwenden.

19.2 Wiederholpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei unabhängigen im selben Laboratorium von derselben Bedienungsperson mit Hilfe derselben Prüfeinrichtung nach demselben Verfahren unter Verwendung identischen Prüfmaterials innerhalb eines kurzen Zeitraums erhaltenen Einzelprüfergebnissen darf die Wiederholgrenze r in höchstens 5 % der Fälle überschreiten.

$$r = 2,8 S_r$$

$$r = 2,8 \times (0,0026 w + 0,0266)$$

Dabei ist

S_r die Standardabweichung der Wiederholpräzision;

w der Wassergehalt der Probe als Massenanteil in Prozent.

19.3 Vergleichpräzision

Die Vergleichpräzision ist die absolute Differenz zwischen zwei von unterschiedlichen Bedienungspersonen in unterschiedlichen Laboratorien mit unterschiedlichen Prüfgeräten nach demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial erhaltenen Einzelprüfergebnissen.

In der Praxis ist es nicht angemessen, die Ergebnisse von zwei Laboratorien miteinander zu vergleichen, wenn die betreffende Prüfung zwingend Wiederholbedingungen verlangt.

Das angemessene Vergleichswerkzeug ist die in 19.4 und 19.5 beschriebene kritische Differenz.

19.4 Vergleich von zwei Gruppen von Messungen in einem Laboratorium

Die kritische Differenz (DC_r) ist die Differenz zwischen zwei für zwei Prüfergebnisse unter Wiederholbedingungen erhaltenen und gemittelten Werten. Dabei ist jedes Ergebnis das Mittel von zwei Werten (siehe 8.4), und der Vergleich der beiden Ergebnisse für den Wassergehalt muss anhand der kritischen Differenz vorgenommen werden.

Die kritische Differenz (DC_r) zwischen zwei gemittelten Werten, die jeweils für zwei Prüfergebnisse unter Wiederholbedingungen erhalten wurden, ist gleich:

$$DC_r = 2,8 S_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,8 S_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98 S_r$$

Dabei ist bzw. sind

S_r die Standardabweichung der Wiederholpräzision;

n_1 und n_2 die Anzahl der den einzelnen gemittelten Werten entsprechenden Prüfergebnisse.

19.5 Vergleich von zwei Gruppen von Messungen in zwei Laboratorien

Die kritische Differenz (CD_R) zwischen zwei gemittelten Werten, die jeweils unter Wiederholbedingungen für zwei Prüfergebnisse in zwei verschiedenen Laboratorien erhalten wurden, ist gleich:

$$CD_R = 2,8 \sqrt{S_R^2 - S_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2,8 \sqrt{S_R^2 - 0,5 S_r^2}$$

Dabei ist bzw. sind

- S_r die Standardabweichung der Wiederholpräzision;
 S_R die Standardabweichung der Vergleichpräzision;
 n_1 und n_2 die Anzahl der den einzelnen gemittelten Werten entsprechenden Prüfergebnisse.

19.6 Anwendung von Genauigkeitsgrenzen

Um die Anwendung der Wiederholgrenzen und kritischen Differenzen beim Vergleich von Ergebnissen zu erleichtern, sind diese unterschiedlichen Werte für mehrere Niveaus des Feuchtegehalts in Anhang C, Tabelle C.1 tabellarisch dargestellt.

19.7 Bemerkung

Beim Vergleich der Ergebnisse mit den nach dem absoluten Verfahren erhaltenen Ergebnissen (siehe Anhang A) ergibt sich im Allgemeinen eine Differenz von weniger als 0,5 g Feuchtigkeit je 100 g der Probe. Im Rahmen eines Ringversuchs wurde eine positive systematische Abweichungskomponente von etwa 0,30 % (w/w) im Vergleich zu dem im Hauptabschnitt 1 beschriebenen Referenzverfahren ermittelt (siehe Anhang B).

20 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) alle zur Identifizierung der Probe erforderlichen Informationen (Art der Probe, Ursprung und Bezeichnung der Probe);
- b) Verweisung auf diese Internationale Norm;
- c) Datum der Probenahme und Typ des Probenahmeverfahrens (sofern bekannt);
- d) Eingangsdatum;
- e) Datum der Prüfung;
- f) die Prüfergebnisse und die Einheiten, in denen sie angegeben sind;
- g) alle Arbeitsgänge, die nicht im Verfahren festgelegt sind oder als wahlfrei angesehen werden und die Einfluss auf die Ergebnisse gehabt haben könnten.