

## DIN EN ISO 6647-2



ICS 67.060

**Entwurf**

Einsprüche bis 2019-12-04  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN EN ISO 6647-2:2015-09

**Reis –  
Bestimmung des Amylosegehalts –  
Teil 2: Routinemethode: Spektrophotometrische Routinemethode ohne  
Entfettungsverfahren und mit Kalibrierung nach Reisstandards  
(ISO/DIS 6647-2:2019);  
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 6647-2:2019**

Rice –  
Determination of amylose content –  
Part 2: Routine method: Spectrophotometric routine method without defatting procedure and  
with calibration from rice standards (ISO/DIS 6647-2:2019);  
German and English version prEN ISO 6647-2:2019

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-10-04 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, 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 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

## Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6647-2:2019) 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 deutsche 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.

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

|                 |       |                          |
|-----------------|-------|--------------------------|
| ISO 712         | siehe | DIN EN ISO 712           |
| ISO 5725-1:1994 | siehe | DIN ISO 5725-1:1997-11   |
| ISO 5725-2:1994 | siehe | DIN ISO 5725-2:2002-12   |
| ISO 6647-1      | siehe | DIN EN ISO 6647-1        |
| ISO 24333:2009  | siehe | DIN EN ISO 24333:2010-04 |

## Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 6647-2:2015-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Norm redaktionell überarbeitet.

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN EN ISO 712, *Getreide und Getreideerzeugnisse — Bestimmung des Feuchtegehaltes — Referenzverfahren*

DIN EN ISO 6647-1, *Reis — Bestimmung des Amylosegehalts — Teil 1: Referenzverfahren*

DIN EN ISO 24333:2010-04, *Getreide und Getreideerzeugnisse — Probenahme (ISO 24333:2009); Deutsche Fassung EN ISO 24333:2009*

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

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

**Reis — Bestimmung des Amylosegehalts — Teil 2: Routinemethode:  
Spektrophotometrische Routinemethode ohne Entfettungsverfahren und  
mit Kalibrierung nach Reisstandards (ISO/DIS 6647-2:2019)**

*Rice — Determination of amylose content — Part 2: Routine method: Spectrophotometric routine method without defatting procedure and with calibration from rice standards (ISO/DIS 6647-2:2019)*

ICS:

Deskriptoren:

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

## Inhalt

|                                                                                     | Seite |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                          | 3     |
| Vorwort .....                                                                       | 4     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                           | 5     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                      | 5     |
| 3 Begriffe .....                                                                    | 5     |
| 4 Kurzbeschreibung .....                                                            | 5     |
| 5 Reagenzien .....                                                                  | 5     |
| 6 Prüfeinrichtung .....                                                             | 6     |
| 7 Probenahme .....                                                                  | 6     |
| 8 Durchführung .....                                                                | 7     |
| 8.1 Feuchtebestimmung .....                                                         | 7     |
| 8.2 Herstellung der Untersuchungsprobe .....                                        | 7     |
| 8.3 Einwaage und Herstellung der Prüflösung .....                                   | 7     |
| 8.4 Herstellung der Blindwertlösung .....                                           | 7     |
| 8.5 Erstellung der Kalibrierkurve .....                                             | 7     |
| 8.5.1 Herstellung der Reihe der Kalibrierlösungen .....                             | 7     |
| 8.5.2 Farbentwicklung und spektralphotometrische Messungen .....                    | 8     |
| 8.5.3 Zeichnen der Kalibrierkurve .....                                             | 8     |
| 8.6 Bestimmung .....                                                                | 8     |
| 9 Angabe von Ergebnissen .....                                                      | 8     |
| 10 Präzision .....                                                                  | 8     |
| 10.1 Ringversuch .....                                                              | 8     |
| 10.2 Wiederholpräzision .....                                                       | 9     |
| 10.3 Vergleichpräzision .....                                                       | 9     |
| 11 Prüfbericht .....                                                                | 10    |
| Anhang A (informativ) Ergebnisse eines Ringversuches für das Routineverfahren ..... | 11    |
| A.1 Prüfergebnisse des Ringversuches bei 720 nm .....                               | 11    |
| A.2 Prüfergebnisse des Ringversuches bei 680 nm .....                               | 12    |
| A.2.1 Wiederholpräzision der Verfahren .....                                        | 13    |
| A.2.2 Vergleichpräzision der Verfahren .....                                        | 13    |
| A.3 Prüfergebnisse des Ringversuches bei 620 nm .....                               | 14    |
| A.3.1 Wiederholpräzision der Verfahren .....                                        | 15    |
| A.3.2 Vergleichpräzision der Verfahren .....                                        | 16    |
| Literaturhinweise .....                                                             | 17    |

## **Europäisches Vorwort**

Dieses Dokument (prEN ISO 6647-2:2019) 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 6647-2:2015 ersetzen.

### **Anerkennungsnotiz**

Der Text von ISO/DIS 6647-2:2019 wurde von CEN als prEN ISO 6647-2:2019 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](http://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](http://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](http://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 dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO/DIS 6647-2:2015), die technisch überarbeitet wurde.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 6647 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter [www.iso.org/members.html](http://www.iso.org/members.html) zu finden.

## 1 Anwendungsbereich

Dieser Anhang legt zwei vereinfachte Routineverfahren zur Bestimmung des Amylose-Massenanteils von gemahlenem non-parboiled-Reis fest. Der Hauptunterschied zwischen den beiden Verfahren besteht in der Vorgehensweise bei der Dispergierung: Verfahren A legt die Heiß-Dispergierung fest, Verfahren B die Kalt-Dispergierung.

Beide Verfahren sind anwendbar auf Reis mit einem Amylose-Massenanteil von mehr als 5 %.

ANMERKUNG Diese Verfahren beschreiben vereinfachte Vorgehensweisen für die Herstellung von Proben, die in üblichen Laboratorien häufig genutzt werden. Die Verfahren nutzen als Referenzverfahren (siehe ISO 6647-1) dieselben Reagenzien, lassen jedoch den Schritt der Entfettung aus. Als Standards werden Reisproben genutzt, deren Amylose-Massenanteil mit dem Referenzverfahren bestimmt wurde.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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).

ISO 712, *Cereals and cereal products — Determination of moisture content — Reference method*

ISO 6647-1, *Rice — Determination of Amylose content — Reference method — Part 1: Spectrophotometric method with a defatting procedure by methanol and with calibration solutions of potato amylose and waxy rice amylopectin*

ISO 7301, *Rice — Specification*

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 6647-1 und ISO 7301.

## 4 Kurzbeschreibung

Reis wird zu einem sehr feinen Mehl vermahlen, um die Endospermstruktur aufzubrechen, um so eine vollständige Dispergierung und Gelatinierung zu ermöglichen. Eine Einwaage wird in einer Natriumhydroxidlösung dispergiert und zu einem aliquoten Teil davon eine Iodlösung zugegeben. Anschließend wird die Extinktion des gebildeten Farbkomplexes bei 720 nm unter Verwendung eines Spektralphotometers bestimmt.

Die Messung der Wellenlängen von 620 nm oder 680 nm kann ebenfalls angewendet werden.

Der Amylose-Massenanteil der Probe wird dann aus einer Kalibrierkurve abgelesen, die unter Verwendung von Reisproben mit bekanntem Amylose-Massenanteil erstellt wurde, der mit dem vorstehend festgelegten Referenzverfahren bestimmt wurde.

## 5 Reagenzien

Sofern nicht anders angegeben sind nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität und destilliertes oder demineralisiertes Wasser oder Wasser von gleichwertiger Reinheit zu verwenden.

### 5.1 Ethanol, mit einem Volumenanteil von 95 %.

## 5.2 Natriumhydroxid

Lösung 1 mol/l, für Verfahren A.

Lösung 2 mol/l, für Verfahren B.

## 5.3 Natriumhydroxid

Lösung 0,09 mol/l, für Verfahren A.

Lösung 0,18 mol/l, für Verfahren B.

## 5.4 Essigsäure, Lösung 1 mol/l.

## 5.5 Iodlösung.

Es werden 2,000 g Kaliumiodid auf 5 mg in ein mit einem Stopfen versehenes Wägegläschen eingewogen (6.8). Es wird ausreichend Wasser hinzugefügt, sodass sich eine gesättigte Lösung ergibt. Anschließend werden 0,200 g Iod, auf 1 mg eingewogen, hinzugefügt. Sobald sich das gesamte Iod aufgelöst hat, wird die Lösung quantitativ in einen 100-ml-Messkolben (6.4) überführt, mit Wasser bis zum erforderlichen Volumen aufgefüllt und gemischt.

An jedem Tag der Verwendung ist die Lösung frisch herzustellen. Sie ist vor Licht zu schützen.

## 6 Prüfeinrichtung

Übliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden.

**6.1 Mühle**, die geeignet ist, ungekochten gemahlenen Reis zu einem feinen Mehl zu zerkleinern, das durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 150 µm bis 180 µm (100 mesh bis 80 mesh) hindurchgeht. Empfohlen wird eine Zentrifugalmühle mit einem 0,5-mm-Sieb.

**6.2 Sieb**, Maschenweite 150 µm bis 180 µm (100 mesh bis 80 mesh).

**6.3 Spektralphotometer**, mit passenden Zellen, üblicherweise mit einer Schichtdicke von 1 cm, das geeignet ist, die Extinktion bei 720 nm (oder 620 nm oder 680 nm) zu messen.

**6.4 Messkolben**, 100 ml.

**6.5 Wasserbad mit siedendem Wasser**, nur für Verfahren A

**6.6 Magnetrührstab**, mit dem mit 950 r/min bis 1 000 r/min gerührt werden kann, nur für Verfahren B.

**6.7 Erlenmeyerkolben**, 100 ml.

**6.8 Analysenwaage**, mit der auf 0,000 1 g gewogen werden kann.

**6.9 Pipetten**, Fassungsvermögen von jeweils 1 ml, 2 ml, 5 ml und 10 ml.

## 7 Probenahme

Eine repräsentative Probe sollte an das Labor geschickt werden. Sie sollte während des Transports nicht beschädigt oder verändert werden.

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in diesem Teil von ISO 6647 festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 24333 [3] angegeben.

## 8 Durchführung

### 8.1 Feuchtebestimmung

An einer gesonderten Menge der Laborprobe und der Standardproben wird eine Feuchtebestimmung nach ISO 712 vorgenommen.

### 8.2 Herstellung der Untersuchungsprobe

In der Mühle (6.1) werden mindestens 4 g des gemahlenden Reises so zerkleinert, dass er durch das Sieb (6.2) hindurchfällt.

### 8.3 Einwaage und Herstellung der Prüflösung

**8.3.1** Es werden  $(100 \pm 0,5)$  mg der Untersuchungsprobe (8.2) in einen 100-ml-Erlenmeyerkolben (6.7) eingewogen (6.8). Zu dieser Einwaage wird mit einer Pipette vorsichtig 1 ml Ethanol (5.1) hinzugefügt, sodass jegliche an den Seiten des Kolbens anhaftende Reste der Einwaage abgespült werden. Der Kolben wird leicht geschüttelt, um die gesamte Probe zu benetzen.

#### 8.3.2 Verfahren A

9,0 ml der Natriumhydroxidlösung (5.2.1) werden in den Erlenmeyerkolben pipettiert (6.9) und durchmischt. Anschließend wird das Gemisch 10 min in einem siedenden Wasserbad (6.5) erwärmt, um die Stärke zu dispergieren. Das Gemisch wird auf Raumtemperatur abgekühlt und quantitativ in einen 100-ml-Messkolben (6.4) überführt. Es wird mit Wasser bis zum erforderlichen Volumen aufgefüllt und kräftig gemischt.

#### 8.3.3 Verfahren B

9,0 ml der Natriumhydroxidlösung (5.2.2) werden in den Erlenmeyerkolben pipettiert (6.9) und durchmischt. Mit einem Magnetrührstab (6.6) wird das Gemisch 10 min durchmischt, um die Dispergierung zu erreichen. Der Rührstab wird herausgenommen und das Gemisch quantitativ in einen 100-ml-Messkolben (6.4) überführt. Es wird mit Wasser bis zum erforderlichen Volumen aufgefüllt und kräftig gemischt.

Es wird empfohlen, die Flüssigkeit vor der Zugabe des Wassers sowie nach dem Auffüllen auf das Gesamtvolumen in dem Messkolben zu schwenken.

### 8.4 Herstellung der Blindwertlösung

Eine Blindwertlösung wird durch Anwendung desselben Verfahrens und derselben Mengen aller Reagenzien wie bei der Bestimmung hergestellt, jedoch werden 5,0 ml der Natriumhydroxidlösung (5.3.1 für Verfahren A und 5.3.2 für Verfahren B) anstelle der Prüflösung verwendet.

### 8.5 Erstellung der Kalibrierkurve

#### 8.5.1 Herstellung der Reihe der Kalibrierlösungen

Es werden mindestens vier Reisproben mit einer Verteilung des Amylose-Massenanteils in dem gemessenen Bereich gewählt. Für jede Probe ist sicherzustellen, dass der Amylose-Massenanteil mit dem in ISO 6647-1 festgelegten Verfahren unabhängig 20-mal bestimmt wurde.

Ersatzweise darf ein zertifiziertes Referenzmaterial verwendet werden. Die Kalibrierlösungen werden nach 8.2 und 8.3 hergestellt.

## 8.5.2 Farbentwicklung und spektralphotometrische Messungen

Von jeder Kalibrierlösung wird ein aliquoter Teil von 5,0 ml in eine Reihe von fünf Messkolben (6.4), die jeweils etwa 50 ml Wasser enthalten, pipettiert (6.9). Für Verfahren A wird 1,0 ml Essigsäure (5.4) oder für Verfahren B werden 2,0 ml pipettiert (6.9) und durchmischt. Anschließend werden 2,0 ml Iodlösung (5.5) pipettiert, es wird vollständig mit Wasser aufgefüllt und durchmischt. Die Lösung wird 10 min stehen gelassen.

Mit dem Spektralphotometer (6.3) wird die Extinktion bei 720 nm gegenüber der Blindwertlösung (8.4) gemessen. Die Messung der Wellenlängen von 620 nm oder 680 nm kann ebenfalls angewendet werden (siehe Anhang A).

## 8.5.3 Zeichnen der Kalibrierkurve

Es wird eine Kalibrierkurve erstellt, indem die Extinktion gegen den Amylose-Massenanteil des gemahlenden Reises, angegeben als Prozentsatz auf der Grundlage der Trockenmasse, aufgezeichnet wird.

Anstelle der manuellen spektrometrischen Messungen darf auch ein automatischer Analysator, z. B. ein Fließinjektionsanalysator, verwendet werden (siehe ISO 6647-1:2019, Anhang C).

## 8.6 Bestimmung

Von der Prüflösung (8.3) wird ein aliquoter Teil von 5,0 ml in einen Messkolben (6.4), der etwa 50 ml Wasser enthält, pipettiert (6.9) und es wird weiter nach 8.5.2 verfahren, beginnend mit der Zugabe von Essigsäure (5.4).

Mit dem Spektralphotometer (6.3) wird die Extinktion bei 720 nm (oder bei 620 nm oder 680 nm, siehe Anhang A) gegenüber der Blindwertlösung (8.4) gemessen.

Anstelle der manuellen spektrometrischen Messungen darf auch ein automatischer Analysator, z. B. ein Fließinjektionsanalysator, verwendet werden (siehe ISO 6647-1:2019, Anhang C).

Es werden zwei Bestimmungen an separaten Einwaagen durchgeführt, die derselben Untersuchungsprobe entnommen wurden.

Werden Doppelbestimmungen durchgeführt, die auf zwei voneinander unabhängigen Probenansätzen (8.2) beruhen, sollte dies im Prüfbericht angegeben werden.

## 9 Angabe von Ergebnissen

Der Amylose-Massenanteil, angegeben als Prozentsatz auf der Grundlage der Trockenmasse, ergibt sich durch Übertragen der Extinktion (8.6) auf die Kalibrierkurve (8.5.3) nach ISO 8466-1.

Als Ergebnis ist das arithmetische Mittel der beiden Bestimmungen anzusehen.

Jedes angegebene Ergebnis sollte eindeutig auf das angewendete Verfahren verweisen (d. h. ob nach ISO 6647-1 analysierte Amyloselösungen oder Reisproben verwendet wurden).

## 10 Präzision

### 10.1 Ringversuch

Einzelheiten zu einem internationalen Ringversuch zur Präzision des Verfahrens sind in Anhang A zusammengefasst. Die in diesem Versuch ermittelten Werte sind möglicherweise nicht auf Konzentrationsbereiche und Matrices anwendbar, die von den angegebenen abweichen.