

Trockenmassebestimmung von Grasproben-Frischmaterial mit dem DA-Spektrometer ZEISS-CORONA 45VISNIR

REINHARD RESCH

Am LFZ Raumberg-Gumpenstein wird seit 2005 ein Dioden-Spektrometer für die Bestimmung der Trockenmasse an frischen Grünfutterproben eingesetzt, um einerseits die analytische Schlagkraft zu erhöhen und andererseits Kosten in der klassischen Probenaufarbeitung und Analytik zu sparen. In Kombination mit einem Grünfuttervollernter sollte dieses System innerhalb von drei bis fünf Versuchsjahren soweit kalibriert sein, dass für diverse Futterpflanzenarten eine präzise Schätzung der Trockenmasse möglich ist.

Material und Methoden

Die Nahinfrarotspektroskopie (NIR) ist ein indirektes Messverfahren, welches die spektroskopisch-physikalischen Eigenschaften der Probe widerspiegelt. Das Ergebnis der Messung wird zur quantitativen Bestimmung von Wasser und organischen Inhaltsstoffen genutzt. Nach DIETERLE et al. (2003) sind aus den engen Korrelationen zwischen den Ergebnissen der NIRS-Messungen und der Referenzmethoden mit Hilfe von statistischen Auswerteverfahren Kalibrierungen zu erstellen und durch geeignete, unabhängige Proben zu validieren.

Das ZEISS-Spektrometer der Bauart CORONA 45 VISNIR kann über ein Diodenarray mit 24 Dioden einen Messbereich von 380 bis 1690 nm erfassen. Der verwendete Drehteller mit aufgesetzter Küvette kann in 3 unterschiedlichen Geschwindigkeiten gesteuert werden (siehe *Abbildung 1*). Die Probenmenge für die Messung beträgt zwischen 100 und 200 g Frischmasse (siehe *Abbildung 2*). Diese Probe wird mit einem Metallgewicht von 1,2 kg (siehe *Abbildung 3*) beschwert. Die Messdauer beträgt 5 Sekunden, die Messintervalle 20 ms. Der Drehteller ist zur Lichtquelle exzentrisch angeordnet, sodass durch die Drehung jeder Messpunkt einen anderen Bereich der Probe erfasst (~ 15 Einzelmessungen je Probe). Die Messung mit dem Drehteller ergibt standardisierte Bedingungen bezüglich des konstanten Messabstandes der Probe von 16 mm zur Optik.



Abbildung 1:
CORONA 45 VISNIR
mit Drehteller



Abbildung 2:
Probenvorbereitung
für die Spektralmessung



Abbildung 3:
Probenbeschwerung

Anordnung der Optik

Ursprünglich wurde das DA-Spektrometer auf dem Grünfuttervollernter HEGE 212 montiert, um Spektren aus dem Probenstrom eines Förderbandes zu messen. Hier kam es in der Probenvorlage zu großen Differenzen im Messabstand der Probe zur Optik. Diese Schwierigkeiten führten dazu, dass das CORONA-Gerät mit einem Drehteller ausgestattet wurde und in adaptierter Weise auf dem Vollernter neu montiert wurde. Diese Anordnung lieferte sehr brauchbare Spektraldaten, war jedoch von einer Person auf der Plattform nur unter großem Zeitaufwand (ca. 90-120 Sekunden / Parzelle) zu bedienen. Im Jahr 2006 fiel schließlich die Entscheidung, dass das CORONA 45 VISNIR-Gerät in einem Laboratorium aufgestellt wird, damit den angesprochenen Problemen sowie den stark schwankenden Aussenbedingungen ausgewichen werden kann.

TM-Referenzdaten

Die frische Futterprobe kommt unmittelbar nach der Spektralmessung zur Probeneinwaage und anschließend in den Trockenschrank. Die Trocknungsdauer ist mindestens 48 Stunden bei einer Temperatur von 55° C. Die Gewichtsbestimmung erfolgt gravimetrisch nach der Trocknung, die Probe

weist in diesem Zustand eine Trockenmasse von ca. 96 % auf. Die Probenvermahlung erfolgt mittels Schneidmühle mit einem Siebeinsatz (Lochung von 1,0 mm). Die gemahlene Futterprobe wird etwa 1 Woche lang bei Raumtemperatur gelagert bevor das Restwasser bestimmt wird. Die Restwasserbestimmung erfolgt gravimetrisch mittels Brabender-Schnellbestimmung (30 Minuten Trocknungszeit bei 130°C).

Ergebnisse und Diskussion

Am Beispiel eines Sortenversuches (*Lolium perenne*) aus 2005, Standort Gumpenstein, 2. Aufwuchs soll das Verfahren demonstriert werden. Der zur Auswertung verwendete Spektralbereich umfasste den Bereich von 988 bis 1620 nm. Die insgesamt 12 Prüfobjekte in 4-facher Wiederholung zeigten im Bereich von 1450 nm einen typischen Absorptionspeak für Wasser. Es traten Differenzen in den Messdaten von maximal 0,14 log 1/R (siehe *Abbildung 4*) bei 1450 nm auf.

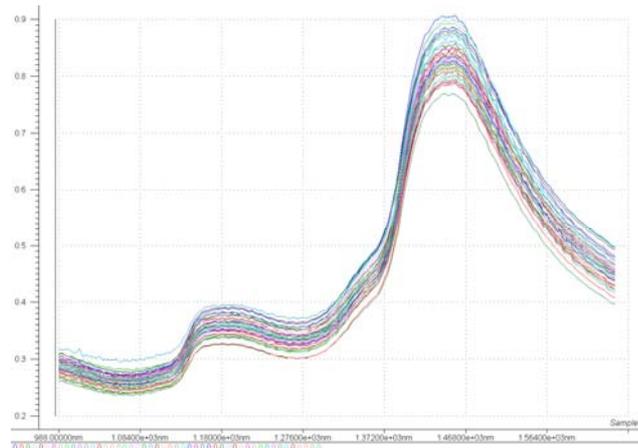


Abbildung 4: NIR-Absorptionsspektren von 12 Sorten *Lolium perenne* in 4 Wiederholungen

Bei der statistischen Berechnung von Kalibrationsmodellen (mit Software Unscrambler 9.1) wird mit der PLS-Regression (Partial Least Square Regression) zuerst eine Hauptkomponentenanalyse durchgeführt und in weiterer Folge eine ausgewählte Anzahl von Ableitungen gerechnet, um sich an das Optimum der Vorhersage zu nähern. Das abgeleitete Kalibrationsmodell kann nach einer Validierung mit unabhängigen Daten schließlich für die Vorhersage eines Parameters herangezogen werden. Es hat sich bei der Auswertung der Trockenmasse herausgestellt, dass der Spektralbereich von 800 bis 1690 nm ausreicht für andere organische Parameter kann der Spektralbereich von 380 bis 1690 nm verwendet werden.

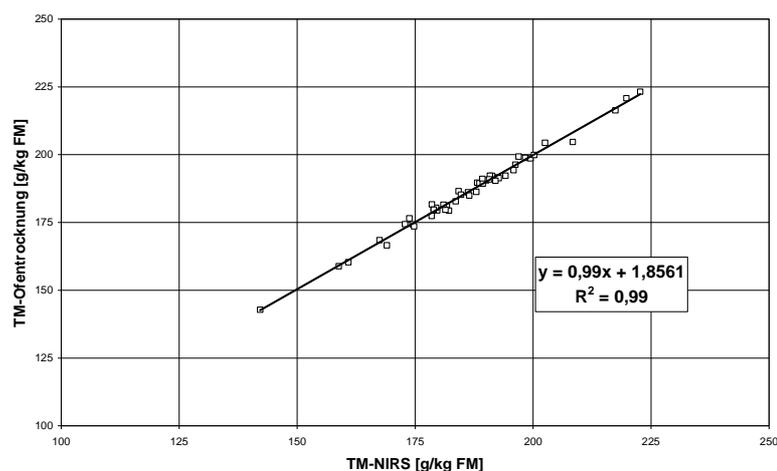


Abbildung 5: Kalibrierung mit PLS-Regression für Trockenmasse

Für das Beispiel *Lolium*-Sortenversuch lieferte das Kalibrationsmodell ein sehr gutes Ergebnis. Mit einem Bestimmtheitsmaß (r^2) von 0,99 lag für die 48 Referenzdatensätze eine sehr gute Beziehung vor. Der mittlere Schätzfehler des Modells betrug nur 1,3 g/kg Trockenmasse, was einer optimalen Vorhersagequalität entspricht (siehe *Abbildung 5*).

Die Validierung eines Kalibrationsmodelles erfolgt an referenzierten Spektraldaten von unabhängiger Probenherkunft. Im folgenden Beispiel wurde das Kalibrationsmodell des oben angeführten Lolium-Sortenversuches vom 2. Aufwuchs 2005 auf den Datensatz des gleichen Lolium-Sortenversuches des 3. Aufwuchses angewendet. Vom 3. Aufwuchs lagen entsprechende TM-Analysen (Ofentrocknung) vor, um die vorhergesagten Werte mit den Referenzwerten in einer Regressionanalyse zu untersuchen. In der *Abbildung 6* ist ersichtlich, dass die Datenstreuung sehr groß ist und die Varianz der Daten mit diesem Modell nur zu 25 % erklärt werden kann ($r^2 = 0,2521$). Auf den ersten Blick ist dieser Wert ernüchternd, richtet man den Blick allerdings auf den mittleren Schätzfehler so ist dieser mit 6,8 g TM/kg FM vertretbar. In einer ersten Bewertung des Validierungsergebnisses kann festgestellt werden, dass die Kalibration einen guten Ansatz darstellt, aber verbesserungsbedürftig ist.

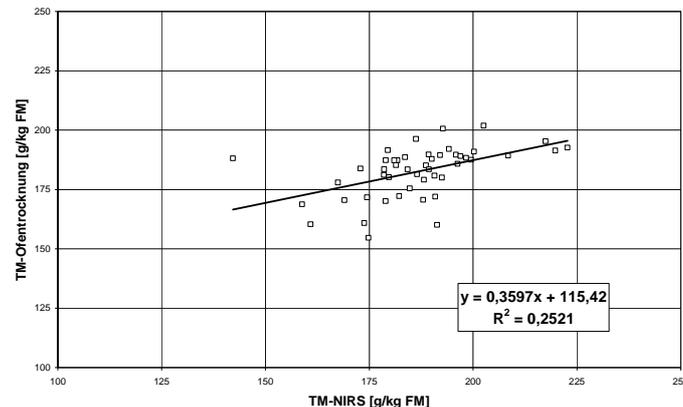


Abbildung 6: Validierung mit PLS-Regression für Trockenmasse

Zusammenfassung und Ausblick

Am LFZ Raumberg-Gumpenstein wurden seit 2005 Erfahrungen in der Anwendung mit einem DA-Spektrometer der Bauart ZEISS CORONA 45 VISNIR gemacht. Für die Schätzung der Trockenmasse konnte festgestellt werden, dass die versuchsinterne Kalibrierung sehr gute Korrelationen (r^2 größer 0,95) zwischen den NIR-Ergebnissen und den Ergebnissen der Referenzmethoden lieferte. Der Schätzfehler für Trockenmasse lag in einer Größenordnung von 1 bis 3 g TM/kg Frischmasse. Bei der Anwendung von Kalibrationsmodellen zur Validierung mit unabhängigen Proben stieg der Schätzfehler auf 5 bis 18 g TM/kg FM. Vorab können die ersten Erfahrungen im Bereich Schätzung des TM-Gehaltes von Frischfutterproben mit der Nahinfrarotspektroskopie positiv gesehen werden, es bedarf allerdings zwei bis drei Jahre an weiterer Arbeit, bis zufriedenstellende Kalibrationsmodelle vorliegen. Grundvoraussetzung für gute Ergebnisse sind präzise Feldarbeit, optimale und standardisierte Probenvorbereitung für die NIRS-Messung, Analyse der Referenzproben mit Standardmethoden sowie die sorgfältige Erarbeitung von Kalibrationsmodellen und deren Validierung.

Literatur

DIETERLE, P., P. ENGLING, H. HORST, C. PAUL, D. ROBOWSKY und P. TILLMANN (2003): Die Anwendung der Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) bei der Untersuchung von Futtermitteln und pflanzlichen Produkten. VDLUFA (Verband Deutscher Untersuchungs- und Forschungsanstalten) Standpunkt, Bonn 2003

RESCH, R. (2007): Einsatz der Diodenspektrometer auf Kleinparzellenerntemaschinen zur operativen Auswertung des Grünlandfutters. Proceedings of the International Conference "Multifunctional management and utilization of permanent grasslands in LFA", 13.11.2007, Rapotin, Tschechien

Autor

Ing. Reinhard Resch, HBLFA Raumberg-Gumpenstein, Institut Pflanzenbau und Kulturlandschaft, Abteilung Grünlandmanagement und Kulturlandschaft, Referat Futterkonservierung und Futterbewertung, Altirdning 11, A-8952 Irdning, Tel.: +43 3682 / 22451-320, Fax: +43 3682 / 22451-210, e-mail: reinhard.resch@raumberg-gumpenstein.at