

# Qualitätssicherung für die NIRS-Analytik - Die Netzwerke des VDLUFA für die Untersuchung von Silomais und Silagen

P. TILLMANN

Der VDLUFA betreibt seit 1998 NIRS-Netzwerke zur Qualitätsuntersuchung von landwirtschaftlichen Produkten. Zentrales Anliegen ist es dabei ein Qualitätssicherungs-(QS)-System für die NIRS-Analytik aufzubauen, um das Potential dieser Analysetechnik nutzbar zu machen und gleichzeitig die Qualität der Ergebnisse sicherzustellen. Als QS-Maßnahmen werden Validierungen und Ringversuche durchgeführt, sowie eine zentrale fachliche Betreuung eingerichtet.

## Netzwerke von NIRS-Geräten

Unter NIRS-Netzwerken versteht man die gemeinsame Nutzung einer Kalibrierungsgleichung auf allen NIRS-Geräten im Netzwerk. Dieses Vorgehen stellt einen Rationalisierungsschritt dar, weil die Kalibrationsentwicklung für NIRS-Geräte ein kostspieliger und zeitaufwendiger Schritt ist. Zusammen mit der QS wird damit eine kostengünstige Analytik bei einheitlichen, abgesicherten Ergebnissen erreicht.

## Grassilage-Netzwerk

Für die Untersuchung von Grassilage wurde bei der zentralen Projektstelle des VDLUFA eine Kalibrierung auf Basis von Proben aus der norddeutschen Tiefebene, dem Mittelgebirge und süddeut-

Tabelle 1: Kalibrierproben für Grassilage

Merkmal	Methode	Einheit	n	Bereich
TM	3.1	%	185	88-97
XP	4.1.1	% TM	238	12-22
XL	5.1.1	% TM	207	2-5
XF	6.1.1	% TM	222	21-33
NDF	6.4.1	% TM	53	26-37
ADF	6.5.1	% TM	92	41-62
XZ	7.1.1	% TM	85	0-17
Gb	25.1	ml je 0,2 g	182	38-60

Tabelle 2: Validierung der Grassilage-Kalibrierungsgleichung in Thüringen (1999/2000)

	n	SEP	blas	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>
XP	43	0,6	0,0	0,6	1,04	0,96
XF	43	0,8	0,1	0,8	1,02	0,94
XZ	43	1,7	0,5	1,6	1,09	0,92

b: Steigung der Regressionsgeraden  
andere Abkürzungen: Tillmann (1996)

schen Lagen erstellt (1995-1998). Die Probenvorbereitung besteht aus Trocknung bei 60-80°C und Vermahlung mit 1 mm-Sieb. Die Referenzmethoden (Rohprotein - XP, Rohfaser - XF, Rohfett - XL, ADF, NDF, Zucker - XZ, Gasbildung - Gb) wurden entsprechend VDLUFA (1997) durchgeführt und sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Das Grassilage-Netzwerk ist zur Zeit bei 16 Laboren in Deutschland und der Schweiz im Einsatz. Es wird zur Untersuchung von Proben aus der Fütterungsberatung eingesetzt.

## Qualitätssicherung im Grassilage-Netzwerk

Die Validierung der Netzwerk-Gleichung wird zur Zeit dezentral vorgenommen. Beispielhaft wurden bei einer Validierung in Thüringen gute Ergebnisse erzielt (Tabelle 2), die die Leistungsfähigkeit der Netzwerkgleichung an diesem Probenmaterial bestätigen.

Tabelle 3: Ergebnis des Ringversuchs für die Rohfaserbestimmung

Probe	Methode	p	Mittel	VK <sub>r</sub>	VK <sub>r</sub>
GS 1	4.1.1	16	19,0	0,94	3,11
	Netzwerk-Gleichung	9	19,1	0,75	2,68
	Hauskalibrierung	5	20,6	0,50	6,94
GS 2	4.1.1	16	24,8	1,15	2,89
	Netzwerk-Gleichung	9	23,8	0,67	1,82
	Hauskalibrierung	5	25,0	0,69	4,03
p Anzahl Labore					

Bei einem Ringversuch mit zwei Grassilageproben wurde im Frühjahr 2000 (Enquete 303Q der Fachgruppe VI) die Leistungsfähigkeit des Grassilage-Netzwerkes zur Vergleichbarkeit der Analyseergebnisse bestätigt. Beispielhaft anhand der Variationskoeffizienten (VK) der Rohfaserbestimmung in Tabelle 3 dargestellt, erwiesen sich die Analyseergebnisse der Grassilage-Netzwerkgleichung als deutlich besser vergleichbar (geringere Variationskoeffizienten der Vergleichbarkeit VKR) zwischen den Laboren als die der hauseigenen NIRS-Kalibrierungsgleichungen und auch die der Referenzmethode. Dies traf sinngemäß auch für alle anderen Merkmale mit Ausnahme der Rohproteinbestimmung zu.

## Silomais-Netzwerk

Das Silomaisnetzwerk ist auf Initiative des deutschen Maiskomitees (DMK, Bonn) und der Bundesforschungsanstalt für Landwirtschaft (FAL, Braunschweig) entstanden (1989-1999). Der Einsatzbereich ist die Untersuchung von Silomaisproben aus Sortenversuchen.

Es wird zur Zeit in 30 Laboren in Zentraleuropa eingesetzt. Die Ergebnisse dienen der Sortenzulassung durch das Bundessortenamt. Es werden die Merkmale Stärke (Ewers - XS, enzymlösbar organische Substanz - Elos, Rohfaser - XF, Rohprotein - XP) bestimmt.

**Autor:** Dr. Peter TILLMANN, Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten, Am Versuchsfeld 13, D-34128 KASSEL



**Tabelle 4: SEP der zentralen Validierung der Silomais-Gleichung**

	1996	1997	1998	1999	2000
XS	2,12	2,10	1,98	2,06	1,45
Elos	1,86	1,76	2,39	1,94	1,67
XF	1,29	0,98	1,37	1,71	1,38
XP	0,44	0,57	0,70	0,54	0,52

## Qualitätssicherung für das Silomais-Netzwerk

Es findet zur Zeit jährlich eine zentrale Validierung mit ca. 100 Proben statt. Die Ergebnisse als SEP (Standardfehler der Vorhersage) für die vergangenen Jahre sind in *Tabelle 4* dargestellt. Damit ist eine Differenzierung der Sorten für die Sortenbeurteilung möglich.

Bei dem Ringversuch 1999 wurde anhand von zwei Silomais-Proben die Charakteristika der NIRS - und Referenzmethoden bestimmt. Dabei erwies sich die NIRS als ebenbürtig mit den Referenzmethoden. Deutliche Unterschiede ergaben sich bei der Wiederholbarkeit für die Stärkebestimmung, die mittels NIRS um den Faktor 2 schlechter war mit den Referenzmethoden, und der Elos-Bestimmung, deren Wiederholbarkeit mittels NIRS geringfügig besser und deren Vergleichbarkeit mittels NIRS um den Faktor 2 besser als mit den Referenzmethoden war (*Tabelle 5*).

Wegen des bekannten Einflusses des Wassergehaltes auf das NIRS-Spektrum wurde der Einfluß der Probenfeuchte auf das NIRS-Analyseergebnis untersucht. 10 Proben wurden nach Trocknung und Wiederbefeuchtung mehrfach gemessen (TM: 91-99%).

Die Variation der Stärke-Analyseergebnisse ist in *Abbildung 1* für die 10 Proben dargestellt. Die Sortendifferenzierung wird durch variable Probenrestfeuchte nicht eingeschränkt. Anhand einer Kalibrierungsgleichung, die vor 1996 im Einsatz war (*Abbildung 2*), sei dargestellt, daß diese Unempfindlichkeit gegen Unterschiede in der Probenfeuchte nicht selbstverständlich ist.

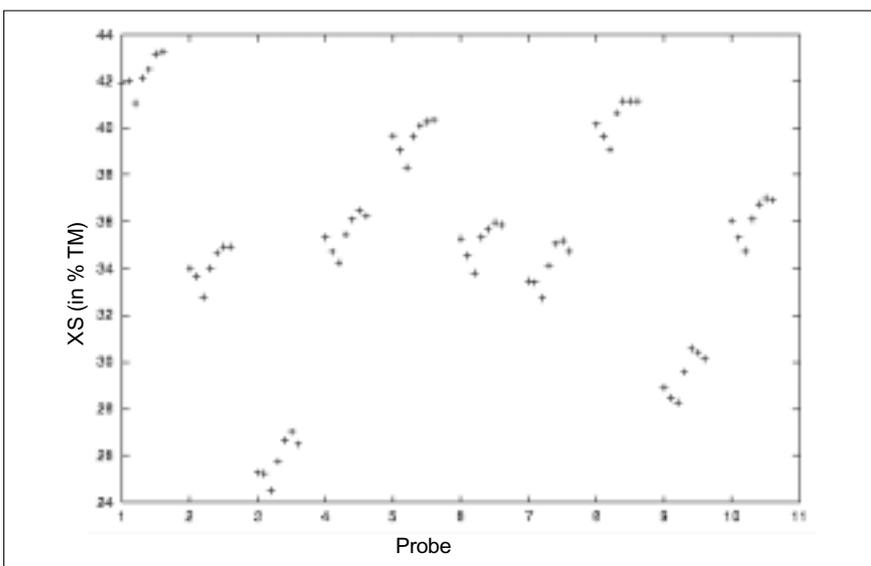
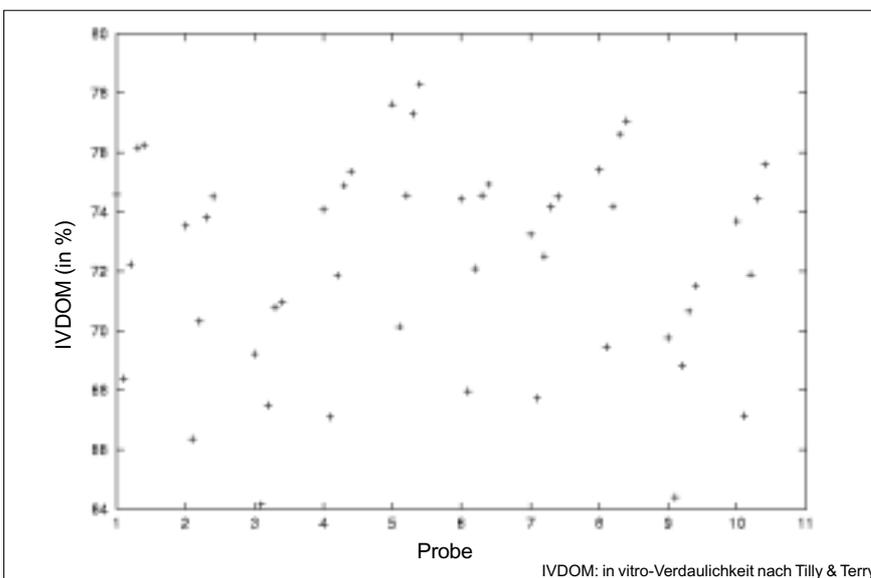
## Zusammenfassung

Es ist das Ziel des VDLUFA, den Untersuchungseinrichtungen einheitliche, validierte Methoden anbieten zu können, die eine präzise und richtige Analytik ermöglichen.

**Tabelle 5: Ergebnisse des Ringversuchs Silomais 1999**

Merkmal	Probe	Methode	p	Mittel	s <sub>r</sub>	s <sub>R</sub>
XS	102	7.2.1	14	32,8	0,20	0,81
		Netzwerk	24	31,1	0,49	0,87
	202	7.2.1	15	16,0	0,18	1,31
		Netzwerk	24	14,5	0,46	1,03
Elos	102	6.6.1	14	70,7	0,57	1,36
		NIRS-Netzwerk	24	69,1	0,41	0,72
	202	6.6.1	14	65,6	0,48	1,37
		NIRS-Netzwerk	24	65,0	0,27	0,58

s<sub>r</sub> Wiederholstandardabweichung, s<sub>R</sub> Vergleichstandardabweichung

**Abbildung 1: Einfluss der Probenfeuchte auf die Stärke-Analyseergebnisse bei 10 Proben****Abbildung 2: Einfluss der Probenfeuchte auf die IVDOM-Analyseergebnisse bei 10 Proben**

## Literatur

TILLMANN, P. (1996): Kalibrationsentwicklung für NIRS-Geräte. Cuvillier-Verlag, Göttingen.  
VDLUFA (1997): Methodenbuch Band III. Die chemische Untersuchung von Futtermitteln.

VDLUFA-Verlag, Darmstadt.

VDLUFA (2000): Qualitätssicherung für die NIRS/NIT-Analyse. Ergebnisse des Qualitätssicherungssystems des VDLUFA 1996-1999. <http://www.vdlufa.de/nirs/vdlufa/ergebnisse.pdf>.