

# Einzel-/Mischfutteruntersuchung mittels NIRS

## Erfahrungen, Probleme

P. TILLMANN, J. DARNIER, P. DIETERLE, H. HORST und P. PHILIPPS

Der VDLUFA betreibt seit 1998 NIRS-Netzwerke zur Qualitätsuntersuchung von landwirtschaftlichen Produkten. Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, das Potential der NIRS-Analysentechnik für die Untersuchung von Einzel- und Mischfuttermitteln abzuschätzen und die Problembereiche aufzuzeigen.

### Material und Methoden

#### Kalibrationserstellung (s. Tabelle 1)

Für diese Untersuchung wurden Einzel- und Mischfutter, wie sie in der amtlichen Futtermittelkontrolle erhoben werden (1998-2000), mit den entsprechenden Methoden (VDLUFA 1997) auf ihre Inhaltsstoffe Rohasche (XA, 8.1), Rohprotein (XP, 4.1.1), Rohfaser (XF, 6.1.1), Rohfett (XL, 5.1.1), Stärke (XS, 7.2.1), Zucker (XZ, 7.1.1) und Gasbildung (Gb, 25.1) untersucht und anschließend NIRS-Spektren aufgezeichnet (NIRSystems und WinISI-Software, FOSS, Hamburg). Zur Vorbereitung wurden die Proben mit 1 mm-Sieb auf Ultradentrifugal- oder ähnlicher Mühle vermahlen.

Die Kalibrierung wurde für Einzel- und Mischfutter in einer einheitlichen Kalibrierfunktion erstellt. Dieser Ansatz wurde gewählt, um den später folgenden Pflegebedarf gering zu halten und um fehlerhafte Probenzuordnung zu vermeiden. Aus Vorversuchen war bekannt, daß bei folgenden Proben mit Problemen zu rechnen ist:

- seltene Einzelfutter (repräsentative Kalibrierproben)
- Proben mit NPN (fehlende Amino-N-Bindung)
- Proben mit hohen Aschegehalten

Es wurden deshalb folgende Proben bei der Kalibrationsentwicklung und Validierung herausgenommen:

- Proben mit Aschegehalten von größer 12 %
- Heimtiernahrung und Milchaustauscher
- Proben mit NPN

Es wurden Kalibrierungen mit den Standardeinstellungen der Software erstellt (MSC, MPLS, Kreuzvalidierung, 2 Durchläufe mit Ausreißereliminierung).

#### Validierungen

Es wurden verschiedene Validierproben-sätze getrennt von den Kalibrierproben erstellt, um die Güte der erstellten Kalibriergleichung zu bestimmen.

1. 180 Proben aus 1998
2. 130 Proben aus 1999
3. 124 Proben aus 2000
4. 250 Proben aus 2001
5. 135 Proben aus 2002
6. 41 Proben aus Rheinland-Pfalz 2000 (nur Milchleistungsfutter)
7. 96 Proben aus Nordrhein-Westfalen 2000 (davon 64 Schweinefutter)

8. 83 Proben aus Kraftfutterwerk I
9. 152 Proben aus Kraftfutterwerk II (Mischfutter)
10. 95 Proben aus Kraftfutterwerk II (Einzelfutter)

Sofern keine erklärenden Angaben zu den Probensätzen gemacht wurden, sind sowohl Einzel- als auch Mischfutter enthalten.

Die Referenzmethoden waren die gleichen wie bei den Kalibrierproben, wurden jedoch für die Validierproben-sätze 6-10 in anderen Laboren durchgeführt. Die Proteinbestimmung für Probensatz 8 wurde mittels Dumas-Verbrennung durchgeführt. Es wurden nicht an jeder Probe alle Merkmale erhoben. Die Validierproben-sätze 6-10 wurden auf anderen NIRS-Geräten gemessen und die Spektren anschließend standardisiert.

Es wurden bei der Validierung alle Proben mit erhöhten Rohaschegehalten (> 12%) vorab eliminiert. Ferner wurden Proben mit H-Werten größer 6 vorab eliminiert.

### Ergebnisse

Die Validierung der Einzel-/Mischfutter-Gleichung ergab die in *Tabelle 2* dargestellten Ergebnisse. Es lassen sich der Rohprotein- und Rohfasergehalt mit einem SEP von 1%, der Rohfettgehalt mit einem SEP von 0,5%, der Stärkegehalt mit einem SEP von 2%, der Zuckergehalt mit einem SEP von 1% bestimmen. Die Gasbildung wird mit einem SEP von 2-2,5 ml bestimmt.

Die Bestimmung des Rohaschegehaltes ist mittels NIRS nicht möglich. Die Präzision fällt gegenüber den anderen Merkmalen deutlich ab. Es fällt ferner auf, daß die Bestimmung der Mischfuttermittel mit besserer Präzision gelingt als die der Einzelfuttermittel, was an den Probensätzen 9 und 10 deutlich wird, in denen

Tabelle 1: Beschreibung der Kalibrierproben

Merkmal	Methode	Einheit	n	Bereich
XA	8.1	% TM	1311	0-19
XP	4.1.1	% TM	2053	4-65
XF	6.1.1	% TM	1499	0-33
XL	5.1.1	% TM	1163	1-30
XS	7.2.1	% TM	849	1-80
XZ	7.1.1	% TM	609	1-32
Gb	25.1	ml	331	32-75

**Autoren:** Dr. Peter TILLMANN, VDLUFA, Am Versuchsfeld 13, D-34128 KASSEL, Jürgen DARNIER, Bayerische Hauptversuchsanstalt, D-85350 FREISING, Peter DIETERLE, LUFA Rheinland-Pfalz, Obere Langgasse 40, D-67346 SPEYER, Hartmut HORST, HDLGN, LUFA Kassel, Am Versuchsfeld 11-13, D-34128 KASSEL, Petra PHILIPPS, Roche Vitamines France, Village Neuf, F-68305 SAINT LOUIS CEDEX



Tabelle 2 (Teil 1): Validierung der Kalibriergleichung

**1. Proben aus 1998**

	Einheit	SEP	bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	n
XA	% TM	0,93	0,08	0,93	1,05	0,76	156
XP	% TM	1,41	0,56	1,30	0,99	0,98	158
XF	% TM	1,20	0,25	1,18	0,91	0,95	163
XL	% TM	0,53	-0,04	0,53	0,98	0,93	146
XS	% TM	1,44	-0,11	1,44	1,03	0,99	63
XZ	% TM	0,87	0,05	0,87	1,09	0,94	63
Gb	ml	3,22	-1,13	3,05	0,95	0,80	58

**2. Proben aus 1999**

	Einheit	SEP	bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	n
XA	% TM	0,87	0,18	0,86	0,98	0,86	116
XP	% TM	0,97	0,25	0,94	0,98	0,98	117
XF	% TM	0,63	-0,01	0,63	0,98	0,97	125
XL	% TM	0,45	0,11	0,43	0,99	0,88	109
XS	% TM	1,36	-0,08	1,37	0,99	0,98	48
XZ	% TM	0,97	-0,05	0,98	0,86	0,66	45
Gb	ml	2,50	0,27	2,52	1,05	0,76	33

**3. Proben aus 2000**

	Einheit	SEP	Bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	n
XP	% TM	0,80	-0,30	0,75	0,99	0,99	125
XF	% TM	0,94	0,01	0,94	1,04	0,96	125
XL	% TM	0,51	-0,23	0,46	0,99	0,90	125
XS	% TM	1,34	0,29	1,33	0,98	0,97	125
XZ	% TM	0,70	-0,12	0,70	0,90	0,77	125
Gb	ml	2,04	1,03	1,79	1,14	0,93	125

**4. Proben aus 2001**

	Einheit	SEP	bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	n
XA	% TM	1,60	0,20	1,59	0,98	0,57	227
XP	% TM	1,02	-0,26	0,98	1,01	0,99	254
XF	% TM	1,14	-0,27	1,11	0,99	0,95	203
XL	% TM	0,49	-0,02	0,49	1,07	0,98	198
XS	% TM	2,75	-0,47	2,72	0,99	0,97	94
XZ	% TM	0,98	0,23	0,96	0,84	0,87	95
Gb	ml	3,62	2,42	2,72	1,00	0,80	58

**5. Proben aus 2002**

	Einheit	SEP	bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	n
XA	% TM	1,55	0,40	1,50	0,87	0,57	101
XP	% TM	0,90	-0,19	0,88	1,01	0,98	102
XF	% TM	0,84	-0,13	0,84	1,01	0,94	109
XL	% TM	0,45	-0,29	0,35	1,02	0,92	87
XS	% TM	1,43	0,25	1,42	1,01	0,98	59
XZ	% TM	0,86	0,32	0,80	0,89	0,77	58
Gb	ml	2,08	1,78	1,13	1,00	0,95	11

**6. Proben aus Rheinland-Pfalz**

	Einheit	SEP	bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	n
XA	% TM	0,72	-0,55	0,46	0,48	0,36	41
XP	% TM	0,89	0,47	0,76	0,80	0,83	41
XF	% TM	1,14	-1,08	0,36	0,98	0,95	41
XL	% TM	0,40	0,36	0,17	0,69	0,69	41
Gb	ml	1,78	-0,79	1,62	0,86	0,55	41

Tabelle 2 (Teil 2): Validierung der Kalibriergleichung

**7. Proben aus Rheinland**

	Einheit	SEP	bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	n
XA	% TM	1,79	-0,33	1,77	1,01	0,60	78
XP	% TM	1,08	0,43	0,99	0,94	0,98	85
XF	% TM	0,89	0,20	0,88	1,08	0,94	57
XL	% TM	0,32	-0,08	0,31	0,97	0,97	68
XS	% TM	2,17	0,91	1,99	1,07	0,97	56
XZ	% TM	0,94	0,42	0,85	0,90	0,76	56
Gb	ml	2,38	1,90	1,53	0,84	0,89	7

**8. Mischfutter aus Kraftfutterwerk I**

	Einheit	SEP	bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	n
XP	% TM	1,2	0,3	1,1	-	0,98	83

**9. Mischfutter aus Kraftfutterwerk II**

	Einheit	SEP	bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	n
XP	% TM	0,7	0,3	0,6	-	0,98	141
XF	% TM	0,7	-0,1	0,7	-	0,94	126
XL	% TM	0,3	-0,1	0,3	-	0,91	148
XS	% TM	3,1	-3,0	1,0	-	0,96	80
XZ	% TM	0,9	0,5	0,7	-	0,70	79

**10. Einzelfutter aus Kraftfutterwerk II**

	Einheit	SEP	bias	SEP(C)	b	R <sup>2</sup>	N
XP	% TM	1,1	0,4	1,0	-	0,99	95
XF	% TM	1,5	-0,2	1,5	-	0,92	95
XL	% TM	0,4	-0,1	0,4	-	0,98	83
XS	% TM	2,1	0,2	2,1	-	0,99	85
XZ	% TM	1,9	0,3	1,9	-	0,80	80

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

nur Mischfutter (9) bzw. nur Einzelfuttermittel (10) enthalten waren.

**Diskussion**

Die hier berichteten Werte für den SEP liegen in vergleichbarer Größenordnung wie die in der Literatur berichteten. BERZAGHI et al. (2000) berichteten von SEP in gleicher Größe für PLS-Kalibrierungen von Mischfutter („mixed feed“). Für LOCAL-Kalibrierungen berichteten sie SEPs von 0,8% für Rohprotein und 0,4% für Rohfett. Die dort erstellten Kalibrierungen waren ausschließlich für Mischfutter erstellt.

CIZMAR (2001) berichtete von SEP von 0,6% für Rohprotein, 0,5% für Rohfaser, 0,3% für Rohfett und 1,4% für Stärke. Dabei wurden allerdings ausschließ-

lich Hühner- und Schweinefutter untersucht.

Mit der hier beschriebenen Kalibrierung lassen sich bei Verwendung der Formeln der GfE (1996) die Energiegehalte von Mischfutter bestimmen. Der durch die Verwendung der NIRS-Methode verursachte zusätzliche Fehler liegt bei 0,15 MJ NEL für Milchvieh und 0,4 MJ ME für Schweine.

**Zusammenfassung**

Mit der erstellten Kalibrierfunktion ist es möglich, Einzel- und Mischfutter mit einem SEP von 1 % für Rohprotein, Rohfaser und Zucker, 0,5 % für Rohfett, 2% für Stärke und 2-2,5 ml für die Gasbildung zu analysieren. Dabei sind für Mischfutter diese Werte vermutlich leicht

zu unterschreiten, während Einzelfutter und hier insbesondere seltenere Einzelfutter die größeren Abweichungen aufweisen.

Insbesondere versagt die Kalibrierung bei Proben mit höheren Aschegehalten (größer 12%) und bei Proben mit NPN.

**Literatur**

- BERZAGHI, SHENK and WESTERHAUS (2000): J Near Infrared Spectrosc. 8,1.  
CIZMAR (2001): Vortrag ALVA-Tagung, Wolfpassing, Österreich. 29.-30.05.01.  
GfE (1996): Proc Soc Nutr Physiol. 5,153.  
TILLMANN (1996): Kalibrationsentwicklung für NIRS-Geräte. Cuvillier-Verlag, Göttingen.  
VDLUFU (1997): Methodenbuch Band III. Die chemische Untersuchung von Futtermitteln. VDLUFU-Verlag, Darmstadt.



