

## Fachgerechte Probenvorbereitung für die NIR-Qualitätsanalyse

Dr. Paul Distler

Retsch GmbH

Die Profitabilität landwirtschaftlicher Tierzuchtbetriebe hängt eng mit der Qualität des eingesetzten Futters zusammen. Bei der Kraffutterherstellung spielt daher die Routineprüfung der Chargenqualität eine zentrale Rolle. Nur so kann bei der Produktion von Pellet-Futtermitteln und Mischfutter eine dauerhaft hohe Qualität garantiert werden. Die angegebenen Inhaltsstoffe und Nährwerte sollen entsprechend der deklarierten Qualitätsstufe möglichst gleichbleibend sein. Für Futtermittelhersteller ist es daher relevant, die Zusammensetzung ihrer Produkte im Rahmen der Qualitätskontrolle exakt und reproduzierbar zu ermitteln. Die Probenanalyse umfasst je nach Produktkategorie mehrere Ebenen. Sie beinhaltet zum einen Ausgangsrohstoffe und gilt in gleicher Weise auch für zusammengesetzte Produkte nach einem aufwändigen Mischprozess, etwa bei Kraffuttermischungen in Pelletform. Wichtig ist für verlässliche Analyseergebnisse die Art der Probenvorbereitung und Zerkleinerung. Hierbei gibt es vielfältige Fehlermöglich-

keiten, welche einen beträchtlichen Einfluss auf die ermittelten Analysenwerte haben können. Feuchte kommt in der Futtermittelindustrie vor allem die Nah-Infrarot (NIR) Spektroskopie zum Einsatz. Der labortechnische Aufwand für die Probenvorbereitung und Messung mit dem NIR-Verfahren ist vergleichsweise gering. Entsprechend weit verbreitet ist das Prüfverfahren. Die NIR-Analyse ermöglicht die qualitative und quantitative Identifikation von Inhaltsstoffen innerhalb von wenigen Sekunden. Gegenüber klassischen Methoden wie z.B. Kjeldahl lassen sich mehrere Parameter simultan und mit geringem Aufwand an Verbrauchsmaterial bestimmen. Die NIR-Analyse eignet sich insbesondere für Labors mit hohem Probendurchsatz.

Das empfindliche spektroskopische Verfahren setzt voraus, dass die zu analysierende Probe repräsentativ ist, eine ausreichende Analysenfeinheit besitzt und möglichst hohe Homogenität aufweist. Hierdurch werden Messartefakte verhindert bzw. auf ein Minimum reduziert. Werden diese Aspekte nicht beachtet, können einzelne Analysenwerte

stark voneinander abweichen. Zuverlässige Rückschlüsse auf die Produktqualität wären auf Basis solcher Zufalls-Stichproben nicht möglich. Um optimales Proben-Ausgangsmaterial für eine repräsentative NIR-Analyse von Futtermitteln oder Getreide zu erhalten, sind im Vorfeld eine Reihe von Prozess-

### Statistisch korrekte Probenteilung

schritten zu beachten: Diese sind repräsentative Probenteilung und schonende Probenzerkleinerung. Bei der NIR-Analyse kommen Probenmengen im Gramm Bereich zum Einsatz. Um sicher zu stellen, dass diese repräsentativ sind, muss die Ausgangsprobe entsprechend verkleinert werden. Insbesondere bei inhomogenen Proben mit unterschiedlich großen Partikeln ist dieser Aspekt wichtig. Abhängig von der angewandten Teilungstechnik, von Hand gezogene Stichprobe oder maschinell getrennte Probe, kann das Ergebnis stark schwanken und die Standardabweichungen der Messwerte sind dann beträchtlich (Abb. 1). Wesentlich bessere Resultate mit relativ geringen Standardabweichungen liefern automatisierte Probenverteilsysteme wie Riffel-, Drehproben-, oder Drehrohrprobenverteiler (Abb. 1). Hiermit können auch umfangreiche Proben mit stark inhomogenen

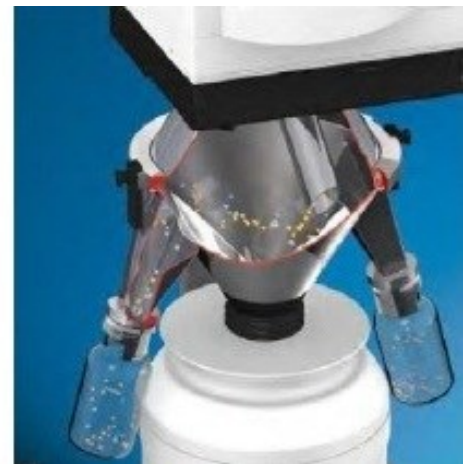
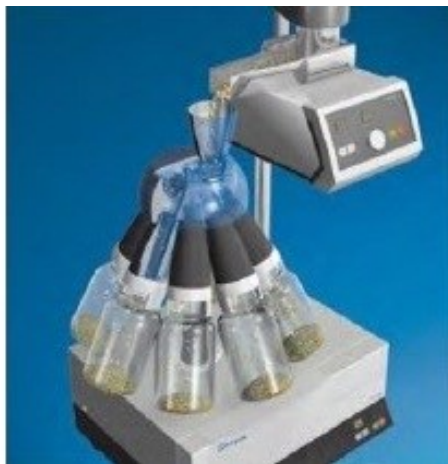
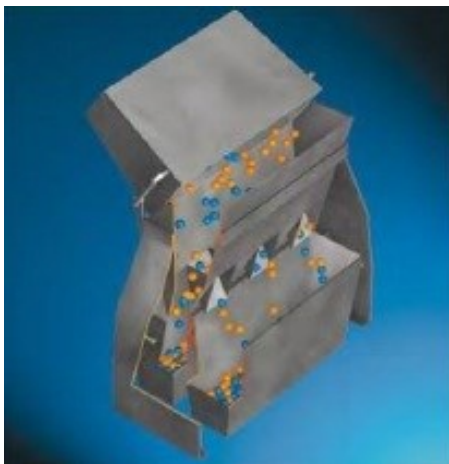


Abb. 1: Funktionsprinzipien Riffelteiler (links), Drehprobenteiler (Mitte) und Drehrohrprobenteiler (rechts)

Anteilen volumenmäßig zuverlässig und reproduzierbar reduziert werden.

### Analysengerechte Probenvorbereitung

Als Standard Analysenmethode für den Gehalt an Protein, Fett, Kohlenhydrat und

stark voneinander abweichen. Zuverlässige Rückschlüsse auf die Produktqualität wären auf Basis solcher Zufalls-Stichproben nicht möglich. Um optimales Proben-Ausgangsmaterial für eine repräsentative NIR-Analyse von Futtermitteln oder Getreide zu erhalten, sind im Vorfeld eine Reihe von Prozess-

### Materialspezifische Probenzerkleinerung

Da ein Aufschluss oder eine Extraktion im Fall von Futtermittelproben in der Regel nicht notwendig ist, geht es bei der Probenvorbe-



Abb. 2: Zyklonmühle TWISTER von Retsch

reinigung in erster Linie um die analysengerechte Zerkleinerung der Probe. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die Probe thermisch möglichst wenig belastet wird.

Für harte bis spröde organische Probenmaterialien lässt sich dies in optimaler Weise mit der Zyklonmühle Twister von Retsch realisieren (Abb. 2). Ein starker Luftstahl sorgt dafür,

dass das Mahlgut thermisch schonend und schnell vermahlen wird. Entscheidend ist für NIR-Analysen, dass die Partikelverteilung innerhalb des Prüfkörpers homogen ist und die Partikelgröße etwa im Bereich von ca. 500 µm liegt. Dieser Wert hat sich für die Messung im Nahinfrarot Bereich bewährt. Hintergrund ist das angewandte physikalische Messverfahren mit NIR-Strahlung mit einer Eindringtiefe im cm Bereich. Die Partikelgröße von 500 µm ist für diese Wellenlänge optimal geeignet, da die Strahlung die Probe vollständig durchdringen kann. Durch Teilreflexion bedingte Messwertartefakte sind bei dieser Partikelgröße minimal. NIR-Strahlung kann bei Getreide und Futtermittelproben – in diffuser Reflexion gemessen – bis zu 1 mm tief eindringen. Die Probenzusammensetzung tieferer Schichten wird so nicht erfasst. Bei homogenen Proben oder Pellets spielt dieser Effekt keine Rolle. Anders ist die Situation bei Pellets mit Fettüberzug (Coating) oder etwa auch bei Getreidekörnern und Saaten. Die Inhaltsstoffe der vermessenen Schichten würden hier im Verhältnis zur Gesamtprobe überbewertet.

|                      | Asche | Feuchte | Fasergehalt | Fett | Protein |
|----------------------|-------|---------|-------------|------|---------|
| Vermahlener Weizen   |       |         |             |      |         |
| Mittelwert           | 2,80  | 9,68    | 1,10        | 1,17 | 9,02    |
| Standardabweichung   | 0,03  | 0,09    | 0,05        | 0,03 | 0,07    |
| Unvermahlener Weizen |       |         |             |      |         |
| Mittelwert           | 0,10  | 9,80    | 6,90        | 1,38 | 8,46    |
| Standardabweichung   | 0,10  | 0,25    | 0,62        | 0,16 | 0,45    |

Tabelle 1: Bei der Analyse von Weizenkörnern zeigt sich ein deutlicher Unterschied im Asche- bzw. Fasergehalt der vermahlenden und der unvermahlenden Probe (alle Werte in Gewichts-%).

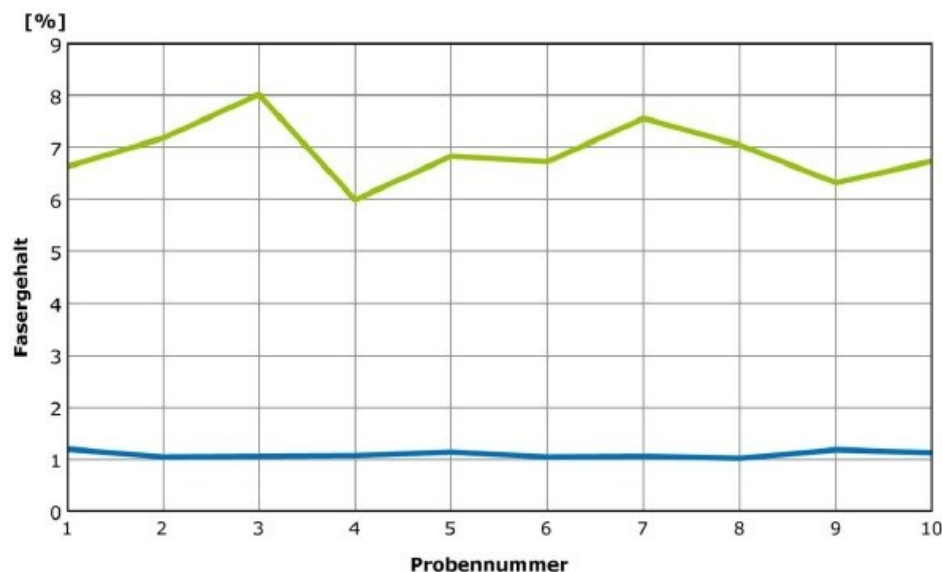


Abb. 3: Fasergehalt der vermahlenden (blau) und der unvermahlenden (grün) Probe am Beispiel von Weizenkörnern bei zehn Messungen. Deutlich erkennbar sind der systematische und der hohe statistische Fehler bei der unvermahlenden Probe.

### NIR-Analyse bei vermahlenden und nicht-vermahlenden Proben

Vergleicht man die Ergebnisse einer NIR-Analyse zwischen vermahlenden und unvermahlenden Weizen Proben (Tab. 1 / Abb.3), wird die Bedeutung der analysengerechten Probenzerkleinerung deutlich. Das Analysenergebnis des Fasergehalts der Probe liegt bei nicht vermahlenden Proben etwa um den Faktor 7 höher als in der vermahlenden Probe. Dieser Unterschied ist darauf zurückzuführen, dass bei den unvermahlenden Proben nur die Oberfläche der Weizenkörner analysiert wird. Die Schale ist hierdurch überrepräsentiert.

Auch bei homogenem Material kann es ohne die nötige Analysenfeinheit zu einer Reduktion der tatsächlich vermessenen Fläche kommen. Grund hierfür ist, dass ähnlich wie bei leichten, faserigen Materialien mit geringer Schüttdichte das Licht innerhalb der Probe gestreut wird und nicht mehr zum Detektor zurück gelangt. Da dieser Effekt von der Proben-Füllhöhe und der tatsächlich vermessenen Fläche abhängt, wäre der statistische Fehler in diesem Fall sehr groß.

Die vorgestellten Ergebnisse zeigen exemplarisch, dass es wichtig ist, die Proben vor der Messung mit einer geeigneten Labormühle zu zerkleinern. Dies gilt vor allem, wenn das Material inhomogen ist. Nur so sind aussagekräftige und zuverlässige NIR-Analysenergebnisse möglich, die Basis für eine effektive Qualitätskontrolle.

### Fazit

Hochwertige Futtermittel sind in der Tierzucht ein wichtiger Kostenfaktor. Die spezifische Zusammensetzung der Futtermittel und die optimale Qualität der Inhaltsstoffe sind Voraussetzung für schnelles Wachstum und Gesundheit der Tiere. Das Standard Verfahren zur Inhaltsbestimmung der Produkte ist die Nah-Infrarot (NIR) Spektroskopie. Dieses empfindliche Verfahren setzt voraus, dass die zu analysierende Probe repräsentativ ist und möglichst hohe Homogenität aufweist. Die wichtigsten methodischen Aspekte im Vorfeld der NIR-Spektroskopie sind analysengerechte Probenteilung und materialschonende Zerkleinerung.