
Standpunkt

"Die Anwendung der Nahinfrarotspektroskopie (NIRS)
bei der Untersuchung von Futtermitteln
und pflanzlichen Produkten"

zuständige Fachgruppe:
VI Futtermittel

Autoren:
Dipl.-Ing. P. Dieterle, LUFA Speyer
Dr. F.-P. Engling, LUFA Oldenburg
Dr. H. Horst, HDLGN Kassel
Prof. Dr. Chr. Paul, FAL Braunschweig
Dr. K.-D. Robowsky, LfL Potsdam
Dr. P. Tillmann, VDLUFA

Bonn, im Mai 2003

Impressum

Herausgeber: Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und
Forschungsanstalten (VDLUFA)
Siebengebirgsstr. 200, 53229 Bonn
Telefon: 02 28-4 34 25 11, Fax: 02 28-4 34 24 74
e-mail: info@vdlufa.de
Homepage: <http://www.vdlufa.de>

Präsident: Prof. Dr. V. Potthast

Redaktionelle Bearbeitung: Dipl.-Ing. Dieterle, LUFA Speyer
Dr. B: Eckstein, LA Chemie
Dr. F.-P. Engling, LUFA Oldenburg
Dr. Horst, LUFA Kassel
Prof. Dr. Chr. Paul, FAL Braunschweig
Dr. K.-D. Robowsky, LfL Potsdam
Dr. P. Tillmann, VDLUFA

Gesamtherstellung: im Selbstverlag

Die Standpunkte des VDLUFA sind urheberrechtlich geschützt.

Vorbemerkung

Dieser Standpunkt wurde erstmals 1997 veröffentlicht. Mittlerweile wurden der Einsatzbereich der NIRS-Messtechnik und die Gerätetechnik kontinuierlich weiterentwickelt und der Betrieb im Netzwerk gewinnt zunehmend an Bedeutung. Aus diesem Grund wird der frühere Standpunkt, der nach wie vor Gültigkeit und Bedeutung hat, ergänzt, um den neuen Anforderungen hinsichtlich des Netzwerkbetriebs von NIRS-Geräten gerecht zu werden.

Die Gliederung dieses Standpunktes ist deshalb wie folgt:

1. Die Anwendung der Nahinfrarotspektroskopie bei der Untersuchung von Futtermitteln und pflanzlichen Produkten (ab Seite 3)
2. Die Anwendung der Nahinfrarotspektroskopie im Netzwerk unter besonderer Berücksichtigung der Qualitätssicherungsmaßnahmen (ab Seite 6)

Der erste Teil befasst sich mit den Grundlagen und zeigt Anwendungsbereiche der Nahinfrarotspektroskopie auf, während der zweite Teil Qualitätssicherungsmaßnahmen im Netzwerkbetrieb von NIRS-Geräten beschreibt.

Die Anwendung der Nahinfrarotspektroskopie bei der Untersuchung von Futtermitteln und pflanzlichen Produkten

Die Nahinfrarotspektroskopie hat als Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Inhaltsstoffen in Futtermitteln und pflanzlichen Produkten über den Einsatz in den Untersuchungseinrichtungen hinaus eine große Aufmerksamkeit erlangt. Daher will der Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (VDLUFA) mit dem hier vorgelegten Standpunktpapier die Möglichkeit und Grenzen der Anwendung der NIRS bei der Untersuchung von Futtermitteln und pflanzlichen Produkten aufzeigen.

Prinzip

Die NIRS ist ein indirektes Messverfahren und basiert auf Messungen der spektroskopisch-physikalischen Eigenschaften von Proben. Dabei werden die Ergebnisse der Messungen zur quantitativen Bestimmung organischer Inhaltsstoffe bzw. Inhaltsstoffgruppen genutzt. Das Prinzip der NIRS besteht darin, dass die zu untersuchende Probe nach einer definierten Probenvorbereitung im Nah-Infrarotlicht des Wellenlängenbereichs von 800-2500 nm bestrahlt wird und der reflektierte Strahlungsanteil in Abhängigkeit von der Wellenlänge gemessen wird. Die Intensität der durch die aufgenommene Lichtenergie ausgelösten Kombinations- und Oberschwingungsbanden der OH-, NH- und CH-Bindungen hängt von den chemischen Strukturen und den Gehalten der organischen Inhaltsstoffe einer Probenmatrix ab. Folglich kann aus der Intensität des reflektierten bzw. des durch die Probe durchscheinenden Lichtes des Nah-Infrarotspektrums auf die Quantität dieser Inhaltsstoffe geschlossen werden.

Mit Hilfe statistischer Auswerteverfahren werden Kalibrierungen erstellt, mit engen Korrelationen zwischen den Ergebnissen der NIRS-Messungen und den Ergebnissen der Referenzmethoden. Diese Korrelationen müssen anhand geeigneter unabhängiger Proben überprüft werden (Validierung).

Anwendung

Die Anwendung der NIRS setzt ein umfangreiches Qualitätsmanagement voraus. Dieses schliesst die regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen für die Anwendung der NIRS sowie für die verwendeten Referenzmethoden zur Erstellung und Überprüfung der Kalibrierung ein. Als Referenzmethoden sind anerkannte Methoden zu wählen (z.B. amtliche oder VDLUFA-Methoden, VDLUFA-Methodenbuch Band III).

Die Zuverlässigkeit der NIRS-Ergebnisse ist abhängig von der Übereinstimmung (Probenart und -beschaffenheit) des Kalibrations-, Validations- und Messprobensatzes. Die mögliche Variabilität der zur Messung anstehenden Proben muss bereits in der Kalibrierung enthalten und bei der Validierung berücksichtigt sein. Einzelproben, die keinem Kalibrationssatz zugeordnet werden können, dürfen nicht mit der NIRS untersucht werden.

Die NIRS eignet sich für die quantitative Bestimmung organischer Inhaltsstoffgruppen, wie z.B. Rohprotein, Rohfett, Rohfaser, Stärke und selbst für die mittels in vitro ermittelten Parameter - wie die Gasbildung nach dem Hohenheimer Futterwerttest oder ELOS (Enzymlösliche organische Substanz). Wasser lässt sich mittels NIRS sehr gut quantifizieren. Nicht möglich ist die Anwendung der NIRS für die Bestimmung anorganischer Stoffe wie Asche, Mineralstoffen und Spurenelementen.

Vor- und Nachteile

Der wesentliche Vorteil der NIRS besteht darin, dass die Gehalte einer Vielzahl verschiedenartiger Parameter aus einer sehr schnellen und berührungslosen Messung abgeleitet werden können. Aus toxikologischer Sicht gibt es keine Risiken bei der Untersuchung für das Laborpersonal und die Umwelt.

Die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens ist nur dann sichergestellt, wenn größere Serien definierter Proben ähnlicher Matrix vorliegen, da ein erheblicher Aufwand zur Entwicklung und zur Pflege der Kalibrationen und zur ständigen Qualitätssicherung notwendig ist. Die Untersuchung von Einzelproben, die nicht in das Probenkollektiv passen, muss nach konventionellen Methoden erfolgen. Durch die NIRS kann nur ein beschränkter Umfang an Parametern erfasst werden.

NIRS im VDLUFA

In der Fachgruppe VI Futtermittel des VDLUFA befasst sich ein Arbeitskreis (AK NIRS) mit diesem Verfahren und den damit zusammenhängenden Fragen und Problemen, die von der Probenvorbereitung bis zur Qualitätssicherung reichen. Ziele sind die Festlegung von Arbeitsvorschriften für die Nutzung der NIRS und die Förderung des Erfahrungsaustausches auf diesem Gebiet. Dabei werden unter dem Aspekt der „Qualitätssicherung“ u.a. folgende Fragen behandelt.

- Festlegung und Erweiterung des mit NIRS möglichen Untersuchungsspektrums
- Standardisierung der Probenvorbereitung
- Festlegung von Vorschriften für eine NIRS-spezifische Qualitätskontrolle
- Durchführung von Ringuntersuchungen
- Festlegung statistischer Kenndaten

- Erarbeitung und Pflege von einheitlichen Kalibrationen
- Aufbau eines Netzwerkes
- Erstellen von Referenzmaterialien

Daneben werden für das Messverfahren der Aufwand und die Ergebnisqualität geprüft, wobei die Güte der Analytik durch die üblichen statistischen Kennzahlen (Wiederholbarkeit, Vergleichbarkeit und Spezifität) zu beschreiben ist.

Praktischer Einsatz

Die meisten deutschen Landwirtschaftlichen Untersuchungs- und Forschungsanstalten (LUFA) wenden teilweise oder überwiegend die NIRS in der Untersuchung von Grobfuttermitteln an. Weitere Anwendungsgebiete sind bei einigen LUFA die Untersuchung von Getreide, Raps, Fleisch und Milchprodukte. Einige LUFA arbeiten seit Jahren im Rahmen der Sonderbewertung von Silomais mit dem Deutschen Maiskomitee (DMK) bzw. der Qualitätsbewertung von Körnerraps mit der Union zur Förderung der Oel- und Proteinpflanzen (UFOP) zusammen. Insbesondere in der Pflanzenzüchtung hat sich die NIRS-Technik in den letzten Jahren sehr bewährt. Weiterhin kann die NIRS bei den Mischfutterherstellern im Rahmen der internen Betriebskontrolle erfolgreich eingesetzt werden.

Ihr Einsatz in der Amtlichen Futtermittelkontrolle ist allerdings wegen derzeitig gültiger Rechtsvorschriften (national und EU) nicht möglich.

Schlussfolgerung

Der Bedarf an zuverlässigen, schnellen, kostengünstigen und umweltverträglichen Analysenmethoden wird weiter zunehmen. Für bestimmte Anwendungsbereiche werden sich deshalb Chancen einer Nutzung der NIRS eröffnen. Der Anwender hat die Verantwortung, die Qualität der mittels der NIRS ermittelten Ergebnisse zu prüfen und sicherzustellen. Die Ergebnisse sind unter Angabe der Methode zu attestieren, damit eine Unterscheidung von referenzanalytisch ermittelten Werten gegeben ist. In betriebswirtschaftlichen Bewertungen muss der Sicherstellung der analytischen Qualität bei der Abwägung verschiedener Methoden höchste Priorität zukommen.

Die Anwendung der Nahinfrarotspektroskopie im Netzwerk unter besonderer Berücksichtigung der Qualitätssicherungsmaßnahmen

Vorbemerkung

Die NIRS wurde bisher meist unter Anwendung gerätespezifischer Kalibrierungen auf einzelnen Geräten betrieben. Eine Reihe von Vorteilen macht jedoch gerade für die NIRS-Technik eine Zusammenarbeit in Netzwerken sinnvoll. Die Erstellung und der Betrieb eines solchen Netzwerkes erfordern dabei eine Reihe von Maßnahmen, um die Qualität der Analyseergebnisse sicherzustellen. Diese Maßnahmen zur Qualitätssicherung werden in diesem Standpunkt gezielt aufgegriffen und beschrieben.

Auf Grund der vielfältigen Anwendungen der NIRS und dementsprechend der Anzahl an Netzwerken, die sich herausbilden werden bzw. schon herausgebildet haben, kann dieser Standpunkt weder produktspezifische noch gerätebauartspezifische Fragen aufgreifen.

Definition und Ziele eines NIRS-Netzwerkes

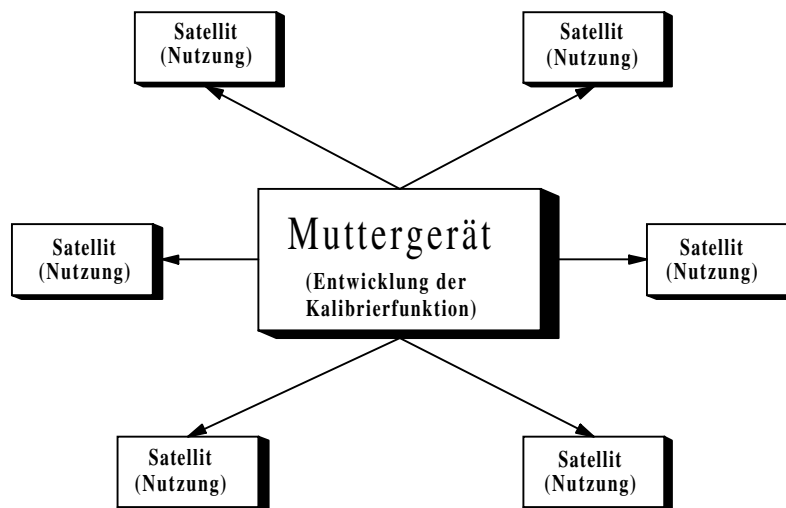
Unter einem NIRS-Netzwerk versteht man die Nutzung einer einheitlichen Kalibrierung auf mehreren Geräten, wobei zwischen dem zentralen Muttergerät und den auf dieses abgeglichenen Satellitengeräten unterschieden wird. Die Betreuung des Netzwerkes, einschließlich der Durchführung und Dokumentation aller Maßnahmen zur Qualitätssicherung, ist Aufgabe des Netzwerkbetreuers. Mit der Einrichtung und dem Betrieb eines Netzwerkes sollen folgende Ziele erreicht werden:

- Verbesserung der Vergleichbarkeit von Analyseergebnissen
- Verbesserung des Wissenstransfers in der Anwendung dieser Analysetechnik
- Kostenreduzierung in der Anwendung dieser Analysetechnik.

Ein Netzwerk ist deshalb ein zentralisiertes System der Analytik, in dem Fachwissen für die Gerätebetreiber zentral vorgehalten wird, um korrekte Analyseergebnisse zu sichern.

Aufbau eines Netzwerkes

Um die NIRS unter Einhaltung hoher Qualitätsansprüche wirtschaftlich anwenden zu können, bietet sich die Nutzung einheitlicher Kalibrierungen auf



mehreren Geräten an. Eine solche Kalibrierung (Kalibrierfunktion) wird zentral auf einem Muttergerät erstellt, gepflegt und validiert.

Sie wird anschließend nach Abgleichung der Geräte auf die Satellitengeräte übertragen. In der Anwendung wird die Güte der Kalibrierung unter Beachtung der in der analytischen Chemie üblichen Qualitätssicherungsmaßnahmen (z. B. Standardreferenzmaterialien, Kontrollkarten, etc.) überwacht.

Die notwendigen Kontrollen für sichere Analyseergebnisse werden durch das Qualitätssicherungssystem beschrieben.

Qualitätssicherung in einem Netzwerk

Zur Absicherung der Analyseergebnisse der einzelnen Messstellen sind, zusätzlich zu den bereits genannten, folgende ergänzende Maßnahmen zur Qualitätssicherung notwendig:

- Vorgaben für die **Behandlung von Ausreißern**

- Vollständige **Dokumentation** aller Maßnahmen zur Qualitätssicherung durch den Netzwerkbetreuer.
- ein **Aufsichtsgremium**

Einflussfaktoren auf die Analysenergebnisse im Netzwerk	Maßnahmen zur Qualitätssicherung
<ul style="list-style-type: none"> - dezentrale Probenvorbereitung - Kalibrierfunktion - Kalibrationstransfer - Messung vor Ort 	<ul style="list-style-type: none"> - Erstellung einer Arbeitsanleitung - Validierung durch Messung eines unabhängigen Probensatzes - Ringversuch mit standardisiertem Probensatz - Regelmäßige Messung einer Standardprobe

1. *Arbeitsanleitung für die Probenvorbereitung und -messung*

Mit einer Arbeitsanleitung wird dem Bedarf der Gerätebetreiber nach einer nachvollziehbaren und dokumentierten Beschreibung wichtiger Arbeitsschritte im Zusammenhang mit der Probenvorbereitung und –messung entsprochen. Die Arbeitsanleitung muss alle bekannten Einflussgrößen auf das Analysenergebnis standardisieren.

Aufgrund der entscheidenden Bedeutung der Probenvorbereitung für jede Analytik auf Inhaltsstoffe, auch für die NIRS, muss hierfür eine detaillierte Arbeitsanleitung erstellt werden, die alle bekannten kritischen Punkte (z.B. Probentrocknung, -vermahlung und -lagerung) berücksichtigt.

2. *Validierung*

Die Kalibrierfunktion ist in regelmäßigen Abständen durch den Netzwerkbetreuer zu validieren. Hierzu wird aus der Gesamtheit der Untersuchungsproben eine unabhängige Stichprobe gezogen. Die zu der Stichprobe gehörenden einzelnen Proben werden auf die in der Kalibrierung enthaltenen Parameter unter Anwendung der Referenzmethoden untersucht. Die Anzahl der Validierproben ist der Fragestellung entsprechend angemessen zu wählen.

Das Ergebnis einer solchen Validierung ist die Beschreibung der Güte der Kalibrierfunktion. Die Referenzuntersuchungen sind in einem Labor durchzuführen, das die verwendeten Methoden beherrscht und seinerseits Qualitätssicherung betreibt. Dies ist durch die regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen für diese Methoden zu dokumentieren.

3. *Ringversuch*

Im Netzwerk werden regelmäßig Ringversuche zur NIRS-Analyse durchgeführt. Alle Merkmale, die mit den verwendeten Kalibrierfunktionen im Netzwerk bestimmt werden, werden hierbei berücksichtigt und ausgewertet. Durch den Ringversuch wird u.a. die Vergleichbarkeit der Analysen im Netzwerk bestimmt.

Die zulässigen Analysenspielräume sind vorzugeben, gegebenenfalls ist der Geräteabgleich zu wiederholen.

4. Standardprobe

An den einzelnen Messplätzen ist in regelmäßigen Abständen, jedoch mindestens einmal täglich eine Standardprobe zu untersuchen. Die zulässigen Abweichungen sind festzulegen, die aus diesen Messungen resultierenden Ergebnisse sind zu bewerten und zu dokumentieren. Dieses ist notwendig, um Änderungen am Messgerät feststellen zu können und um die Richtigkeit der Messung zu dokumentieren.

5. Ausreißer

Die Definition von Ausreißern erfolgt in der NIRS über Ausreißertests. Ausreißer ergeben sich bei Proben, deren aus der NIRS-Messung erhaltene spektrale Information nicht hinreichend zu den aus den Kalibrierproben erhaltenen NIR-Spektren passt.

Ausreißer werden, nach vorheriger Festlegung eines maximal zulässigen Wertes, angezeigt und sind einer getrennten Betrachtung zu unterziehen. Proben, die tatsächlich als Ausreißer erkannt werden, müssen deshalb unter Anwendung der Referenzmethoden auf die in der Kalibrierung enthaltenen Parameter untersucht werden. Der über die Referenzmethode erhaltene Analysenwert ersetzt den in der NIRS-Messung erhaltenen Wert.

6. Dokumentation

- a) Der Anwendungsbereich der Kalibrierung,
 - b) die Ergebnisse der Validierung,
 - c) die Auswertungen der Ringversuche und
 - d) die Auswertung der Messungen der Standardprobe
- sind als Grundlage der Qualitätssicherung nachvollziehbar zu dokumentieren.

Die Dokumentation der Punkte a) bis c) wird vom Netzwerkbetreuer erstellt und allen Netzwerkteilnehmern zur Verfügung gestellt. Die Auswertung der Messung der Standardprobe (Punkt 4.) wird vor Ort in Form einer Qualitätsregelkarte durchgeführt.

7. Aufsichtsgremium

Für Netzwerke ist ein Aufsichtsgremium einzusetzen. Die Aufgabe dieses Gremiums ist die Kontrolle und Beratung des Netzwerkbetreuers.

Zusammenfassung

Der Betrieb von NIRS-Geräten im Netzwerk bietet zahlreiche Vorteile. Durch die definierte spektrale Basis kann eine große Sammlung von Spektren, begleitet durch Referenzwerte aus geprüften Laboratorien zusammengeführt, und daraus eine umfassende Kalibrierung entwickelt werden. Die Integration neuer Netzteilnehmer wird dadurch erleichtert, der Transfer von Wissen und Erfahrung zum Anwender kann beschleunigt werden. Nach Änderungen am Gerät kann durch einen erneuten Geräteabgleich das Messgerät schneller wieder für die Messung benutzt werden.