

Testsæt-validering af kraftfoderanalyser baseret på NIR

Af: Niels Bastian Kristensen, HusdyrInnovation, SEGES

Høj præcision af NIR-analyser gør det muligt at udpege foderpartier, der ikke lever op til tolerancer for foderblandinger til kvæg.

Baggrund og formål

NIR-analyse af kraftfoder og råvaremix er en hurtig og omkostningseffektiv metode til en udvidet modtagekontrol af et parti foder. NIR-analysen kan ikke erstatte en kemisk analyse, men kan anvendes til udpegning af foderpartier, hvor der er behov for at investere tid og kemiske analyser på yderligere opfølgning. NIR-metoden har yderligere den fordel, at analyseresultatet foreligger langt hurtigere, end tilfældet er for resultater fra kemisk analyse.

Ved begrundet tvivl om sammensætningen af et foderparti bør der udtages en prøve af partiet under tilstedeværelse af sælger, køber og en uvildig person. Denne prøve skal analyseres med akkrediterede kemiske metoder.

Landmænd, der forfægter en mangel ved et parti foder med baggrund i en NIR-analyse, bliver ofte afvist med et argument om, at metoden er alt for upræcis til, at sælger kan tage resultatet seriøst.

Formålet med nærværende undersøgelse var at undersøge præcisionen af analyser af kraftfoder og råvaremix baseret på NIR-prædiktion i kombination med gravimetrisk bestemmelse af tørstof og aske.

Materiale og metoder

Prøvematerialet bestod af 29 prøver af kraftfoder og råvaremix indsendt til Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium (KFL), SEGES i 2021. Størstedelen af prøverne blev tilfældigt udvalgt til kemisk opfølgning, enkelte prøver er dog udvalgt, fordi der blev fundet stor afvigelse mellem KFL-analysen og værdierne fra den medfølgende indlægsseddel. Ingen af de 29 prøver i testsættet blev anvendt til optimering af kalibreringer i 2021 forud for sammenligning mellem NIR-prædiktioner og referenceanalyser. Der er ikke sorteret i prøvematerialet, efter resultatet af den kemiske analyse forelå.

Efter registrering af prøverne ved KFL, blev prøverne neddelte til 400 gram i spalteneddel. Restprøven blev opbevaret i plastpose ved 8°C frem til afsendelse til kemisk analyse. Prøven på 400 gram blev igen delt i 2 prøver á 200 gram. Første delprøve på 200 gram blev overført til tørre-bakke for tørring ved 103 °C i mindst 12 timer (KvægInfo 2504). Den anden delprøve på 200 g blev delt i to prøver á 100 gram, og en af disse blev formålet på 1 mm sold på Cyclotec mølle (CT 1093, FOSS A/S). Den formalede prøve blev scannet på NIR instrument med dobbeltpakning af prøvekoppe (Bruker MPA, Bruker Optik GmbH, Ettlingen, Tyskland). Efter scanning blev prøvemateriale udtaget til forskning ved 550°C.

Aske-indhold blev korrigeret for tørreeffekt af formalingsmølle med faktorbestemmelse ved NIR.

Alle variable, ud over tørstof og aske, er bestemt med NIR kalibreret mod kemiske analyser foretaget ved Eurofins Agro Testing Denmark A/S.

Indhold af foderenheder blev beregnet på basis af Møller et al. 2005.

Alle kontrolanalyser blev gennemført ved Eurofins Agro Testing Denmark A/S med anvendelse med analysekoder som angivet i tabel 1.

Tabel 1. Oversigt over Eurofins analyser anvendt til optimering af kalibreringer og validering.

Variabel	Analysenummer
Tørstof	DR130
Aske, råaske	CE040
EFOS Kvæg	CE054
Råprotein, Dumas N x 6,25	CE022
Råfedt med syrehydrolyse	CE031
Træstof, Ankom	CE075 (kun validering udelukkende denne metode)
Stivelse, enzymatisk YSI læsning	CE071

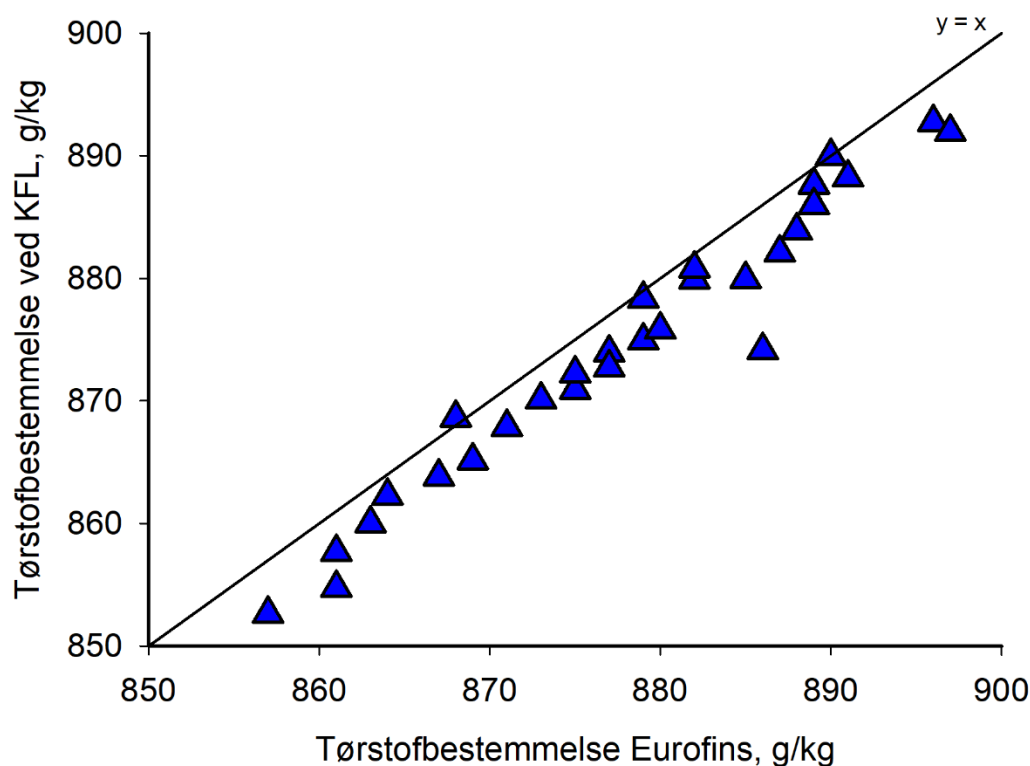
For hver prøve blev differencen mellem KFL værdi og tilhørende referenceværdi fra Eurofins beregnet for hver variabel. Bias blev beregnet som den gennemsnitlige difference (KFL minus Eurofins), og prædiktionsfejlen blev beregnet som standardafvigelsen for differencer.

Data præsenteres for hver variabel som plot af værdier fra KFL mod værdier fra Eurofins.

Resultater og diskussion

Tørstof (g/kg)

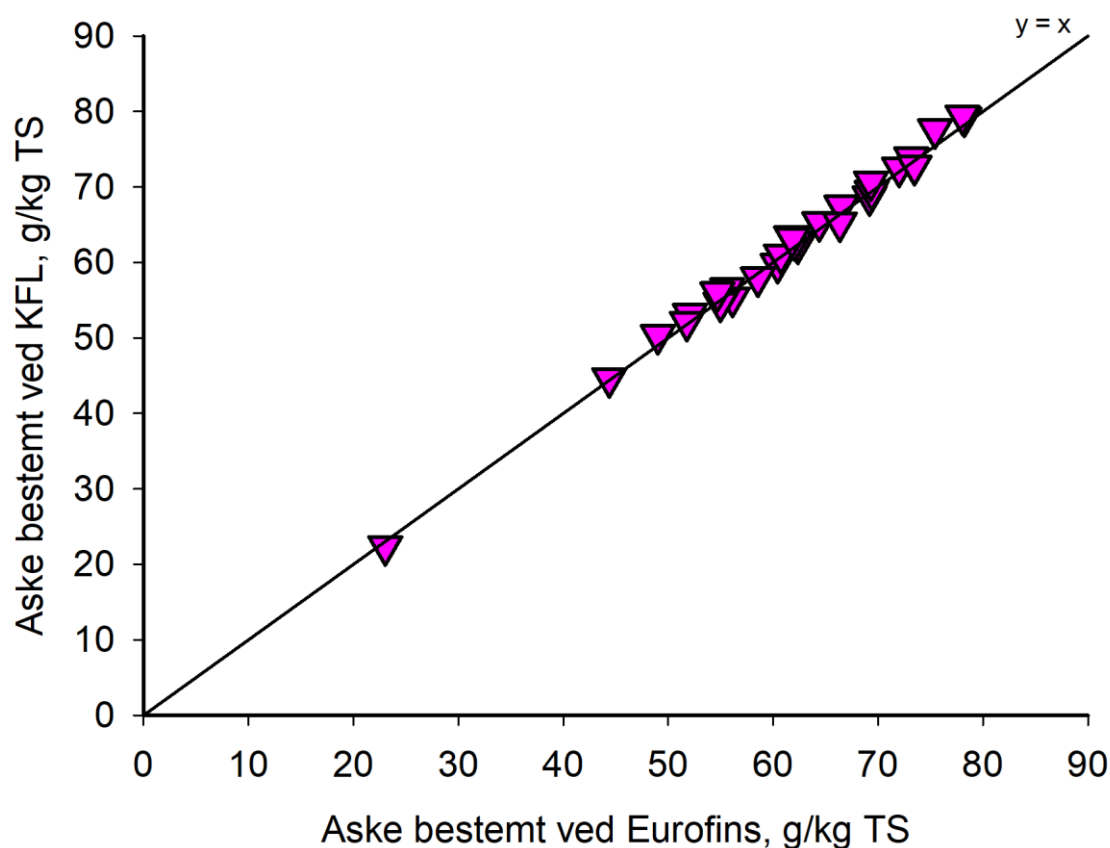
For tørstof blev fundet en høj korrelationen mellem bestemmelserne ($r = 0,98$). Bias var $-3,4$ g/kg med en prædiktionsfejl på $2,2$ g/kg (Figur 1). I en tidligere undersøgelse fra 2016 (KvægInfo 2504) blev der fundet en betydeligt højere bias ($-10,4 \pm 4$ g/kg) i kombination med en højere prædiktionsfejl (4 g/kg). Tørstofbestemmelserne fra KFL og Eurofins ser ud til at have nærmet sig hinanden i perioden siden 2016, bias er mindre og korrelationen er højere i nærværende undersøgelse sammenlignet med 2016. Dette resultat har stor betydning for NIR-metoden, fordi kraftfoder og råvaremix deklarerer på basis af indholdet i foreliggende vare.



Figur 1. Tørstof i kraftfoder og råvaremix analyseret ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium plottet mod bestemmelse fra Eurofins Agro Testing Denmark A/S. $n = 29$. Bias = $-3,4$ g/kg og prædiktionsfejl = $2,2$ g/kg.

Aske (g/kg TS)

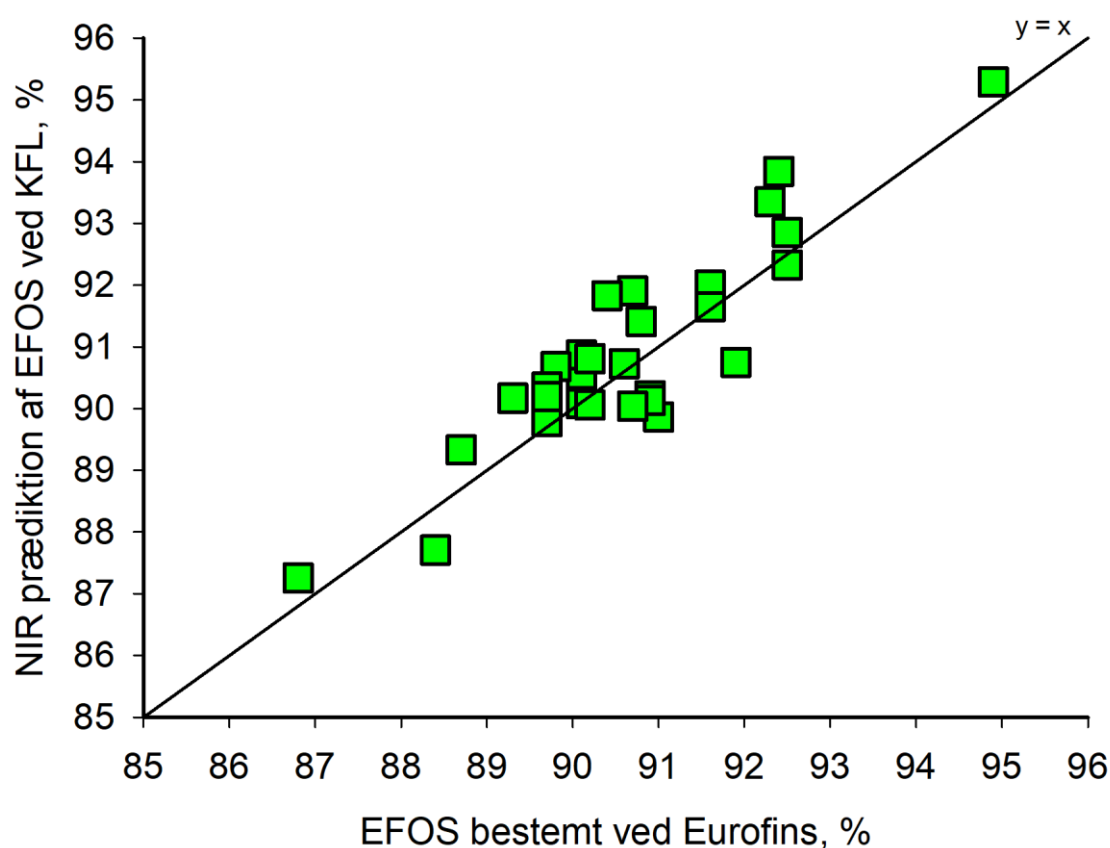
Som det fremgår af figur 2, blev der fundet en meget høj korrelation mellem askebestemmelser ved KFL og Eurofins ($r > 0,99$). Bias var 0,5 g/kg TS og prædiktionsfejlen 0,9 g/kg TS. Et meget tilfredsstillende resultat.



Figur 2. Aske i kraftfoder og råvaremix analyseret ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium plottet mod bestemmelse fra Eurofins Agro Testing Denmark A/S. $n = 29$. Bias = 0,5 g/kg TS og prædiktionsfejl = 0,9 g/kg TS.

EFOS (%)

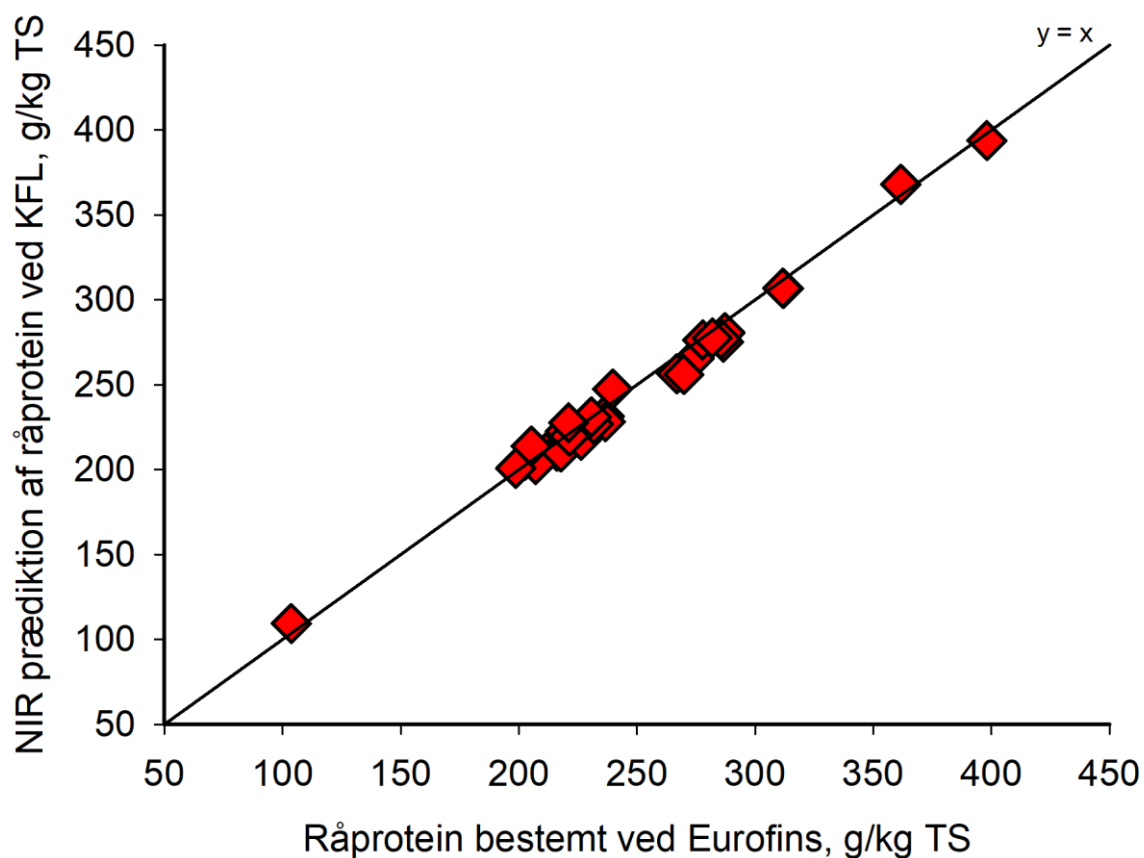
EFOS-bestemmelsen fra KFL er baseret på NIR-analyse og NIR-prædikterede værdier havde en korrelation til bestemmelsen af EFOS ved kemisk analyse hos Eurofins på 0,9 (Figur 3). Bias var 0,3 %-enheder og prædiktionsfejlen 0,7 %-enhed. Sammenlignes med præcisionen i askebestemmelse er sikkerheden på EFOS klart lavere, men EFOS er en meget kompleks størrelse og er baseret på filtrering. Samlet vurderes det derfor, at den fundne præcision ved prædiktation af EFOS er meget tilfredsstillende.



Figur 3. EFOS i kraftfoder og råvaremix analyseret ved NIR prædiktation på Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium plottet mod bestemmelse fra Eurofins Agro Testing Denmark A/S. $n = 29$. Bias = 0,3 %-enhed og prædiktionsfejl = 0,7 %-enhed.

Råprotein (g/kg TS)

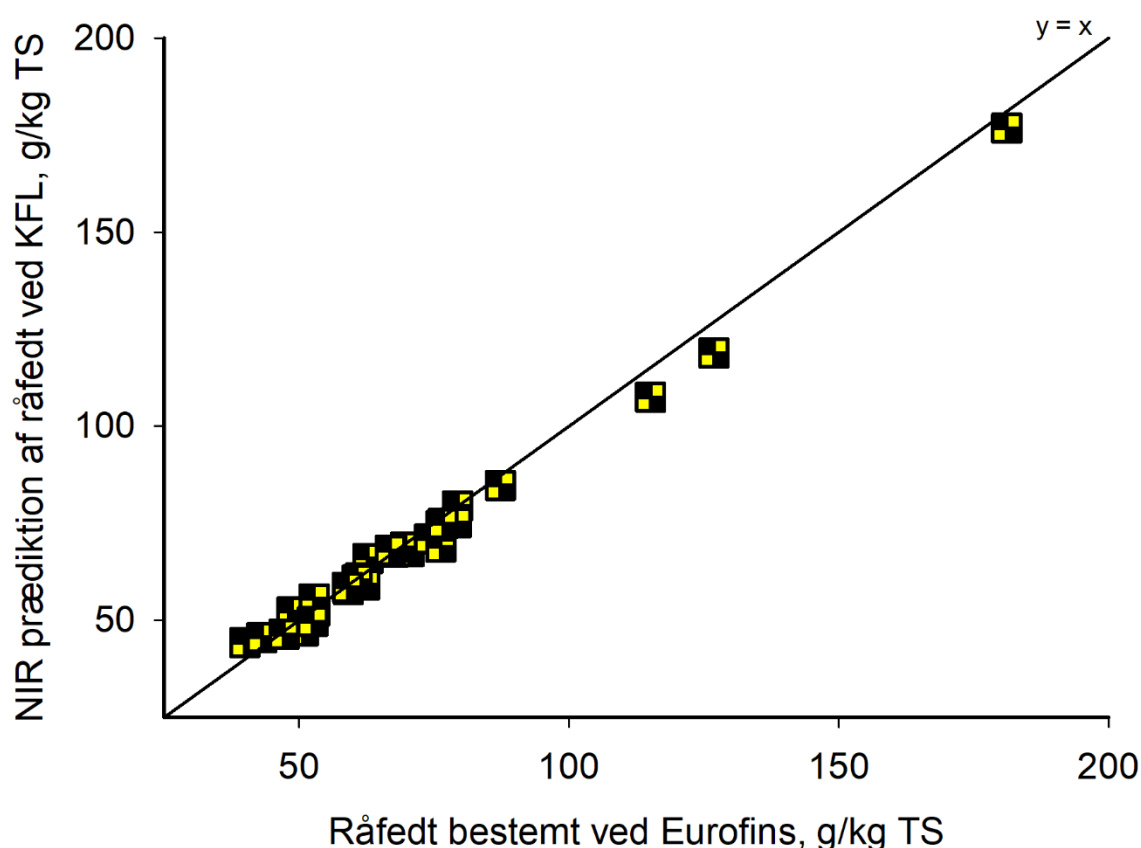
NIR prædikeret indhold af råprotein havde en meget høj korrelation ($r > 0,99$) til råprotein bestemt ved Eurofins (Figur 4). Bias for råprotein blev bestemt til -3 g/kg TS og prædiktionsfejlen til 6 g/kg TS. Præcisionen for prædiktation af råprotein er meget overbevisende, og en af forklaringerne er formentligt, at referencemetoden også har en meget høj præcision.



Figur 4. Råprotein i kraftfoder og råvaremix analyseret ved NIR prædiktation på Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium plottet mod bestemmelse fra Eurofins Agro Testing Denmark A/S. $n = 29$. Bias = -3 g/kg TS og prædiktionsfejl = 6 g/kg TS.

Råfedt (g/kg TS)

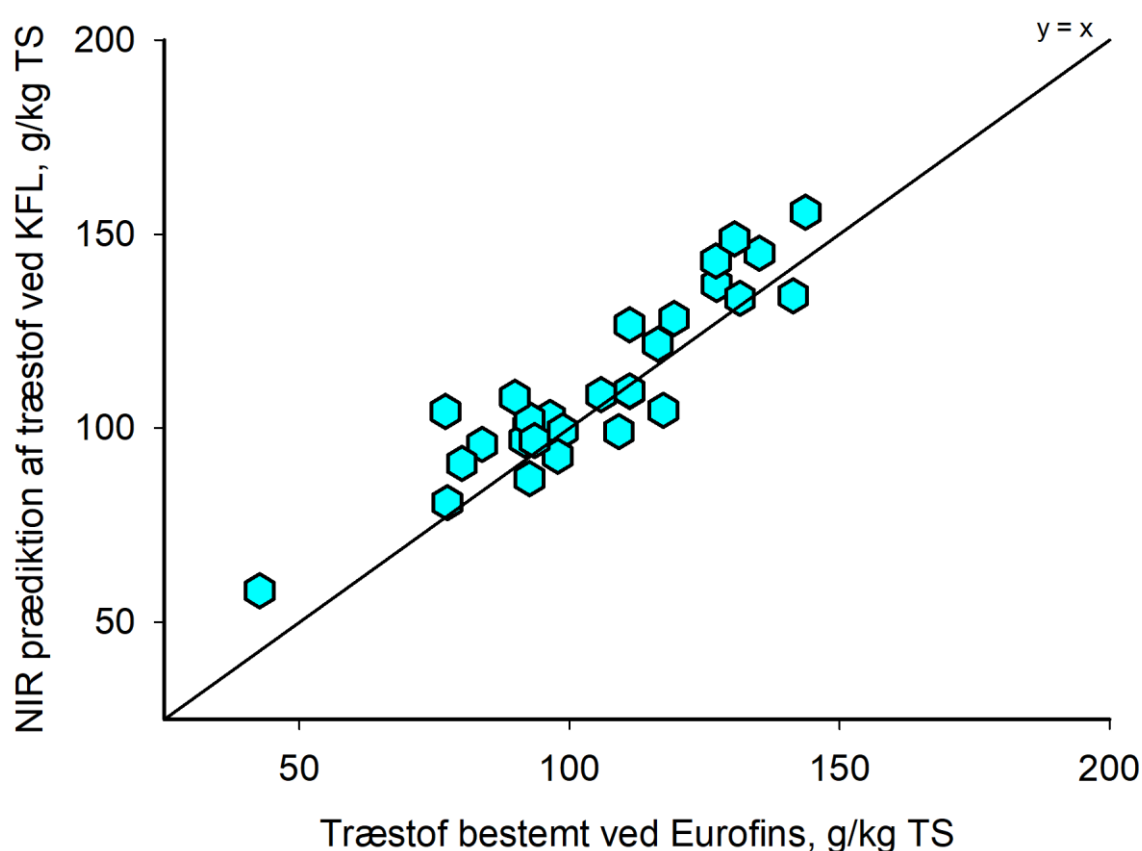
NIR præsigeret indhold af råfedt havde en meget høj korrelation ($r > 0,99$) til råfedt bestemt ved Eurofins (Figur 5). Bias for råfedt blev bestemt til -1 g/kg TS og præsigeringsfejlen til 3 g/kg TS. Valideringen for råfedt udviser også stor styrke, men det ville være ønskeligt at inkludere flere prøver med højt fedtindhold.



Figur 5. Råfedt i kraftfoder og råvaremix analyseret ved NIR præsigeret på Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium plottet mod bestemmelse fra Eurofins Agro Testing Denmark A/S. $n = 29$. Bias = -1 g/kg TS og præsigeringsfejl = 3 g/kg TS.

Træstof (g/kg TS)

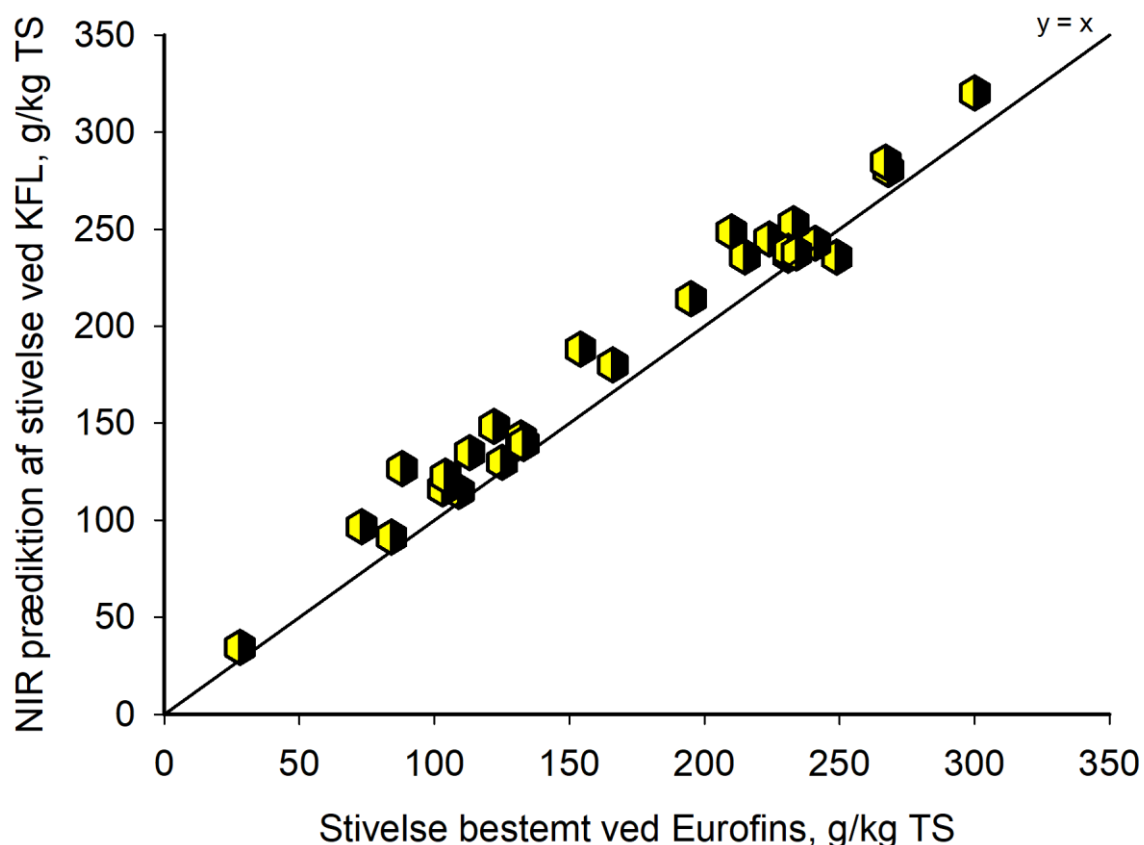
Figur 6 viser sammenhængen mellem træstof præsigeret på basis af NIR-scanning og træstof bestemt ved Eurofins. Bias var 6 g/kg TS og prædiktionsfejlen 9 g/kg TS. Korrelationen på 0,92 er svagere sammenlignet med råprotein og råfedt. Træstof analyseres kemisk ved en filtreringsanalyse (EFOS er en kombination af enzymnedbrydning og filtrering), og for begge filtreringsmetoder ses en svagere sammenhæng mellem NIR og kemisk analyse, end tilfældet er for råprotein og råfedt.



Figur 6. Træstof i kraftfoder og råvaremix analyseret ved NIR prædiktation på Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium plottet mod bestemmelse fra Eurofins Agro Testing Denmark A/S. $n = 29$. Bias = 6 g/kg TS og prædiktionsfejl = 9 g/kg TS.

Stivelse (g/kg TS)

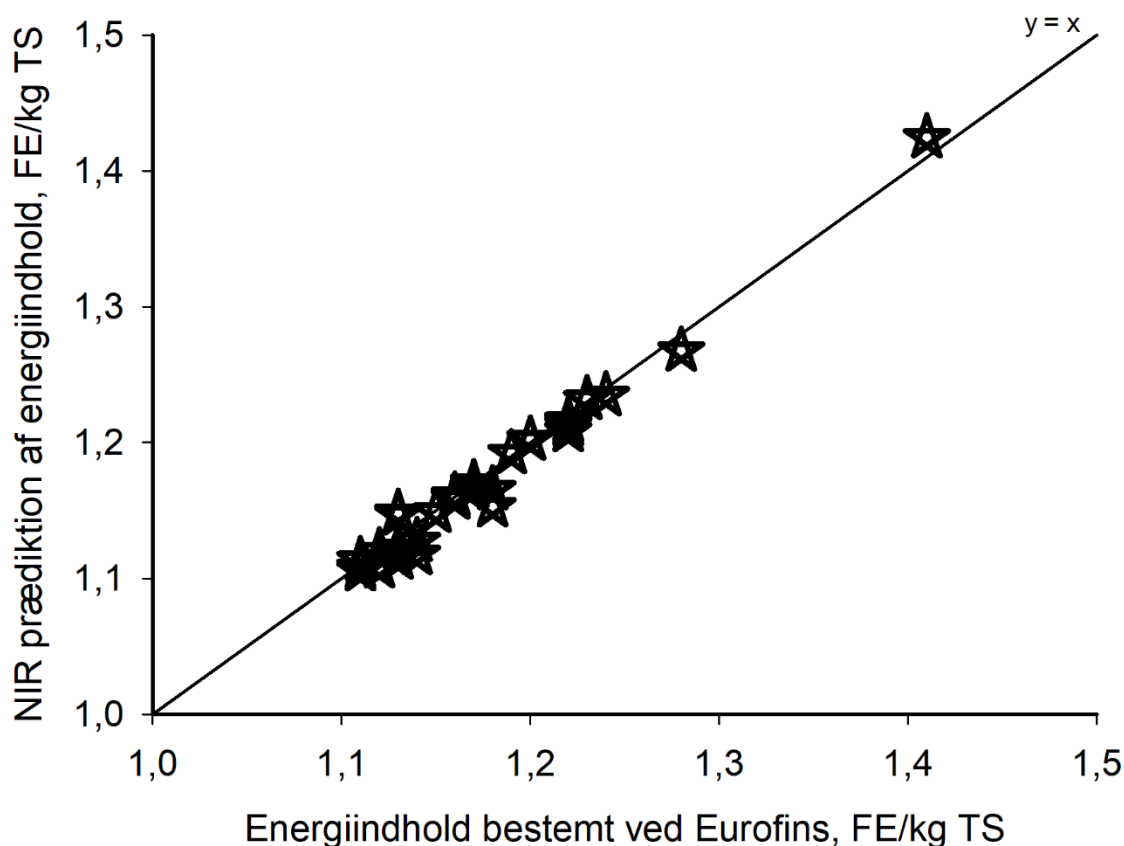
Der blev fundet en meget høj korrelation mellem stivelse præsigeret med NIR og analyseret ved Eurofins ($r > 0,99$). Der var dog en bias på 15 g/kg TS med en prædiktionsfejl på 12 g/kg TS. Overordnet viser valideringen en stærk NIR-metode til prædiktation af stivelse i kraftfoder og råvarer, men den relativt høje bias sammenlignet med prædiktionsfejlen kunne indikere, at der er et behov for en mindre korrektion af stivelse ved en rekalkibrering af NIR-metoden.



Figur 7. Stivelse i kraftfoder og råvaremix analyseret ved NIR prædiktation på Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium plottet mod bestemmelse fra Eurofins Agro Testing Denmark A/S. $n = 29$. Bias = 15 g/kg TS og prædiktionsfejl = 12 g/kg TS.

Energiindhold (FE/kg TS)

Der blev fundet en høj korrelation mellem beregnet energiindhold baseret på NIR-prædiktion og Eurofins analyse ($r = 0,99$, Figur 8). Bias for energiindhold var tæt på 0 ($< 0,001$), og prædiktionsfejlen var 0,01 FE/kg TS hvilket svarer til en prædiktionsfejl på ca. 1,1 FE pr 100 kg vare.



Figur 8. Energiindhold i kraftfoder og råvaremix analyseret ved NIR prædiktion på Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium plottet mod bestemmelse fra Eurofins Agro Testing Denmark A/S. $n = 29$. Bias ≈ 0 FE/kg TS og prædiktionsfejl = 0,01 FE/kg TS.

Overordnet viser valideringen af prøver analyseret i 2021, at NIR-prædiktion af kemiske egenskaber i kombination med gravimetrisk bestemmelse af tørstof og aske, har betydelig styrke til udpegning af kraftfoder og råvarepartier, der ikke lever op til tolerancer for foderblandinger til kvæg. Der er dog visse prøvetyper, som f.eks. stivelsesblandinger med deklareret proteinindhold under 8 % af varen, hvor der skal udvises forsigtighed, fordi tolerancen på 1 % for disse blandinger er under 2 gange prædiktionsfejlen. Til gengæld viser valideringen, at NIR-metoden har en betydelig styrke i forhold til test af energiindhold i blandinger.

Konklusion

Sammensætning af kraftfoder og råvaremix baseret på NIR-prædiktion i kombination med gravimetrisk bestemmelse af tørstof og aske kan med stor sikkerhed udpege kraftfoder- og råvarepartier, der ikke lever op til tolerancer for foderblandinger til kvæg.

Litteraturliste

Møller, J., Thøgersen, R., Helleshøj, M.E., Weisbjerg, M.R., Søgaard, K. og T. Hvelplund. 2005. Fodermiddeltabel 2005. Rapport nr. 112. Dansk Kvæg. Aarhus N.