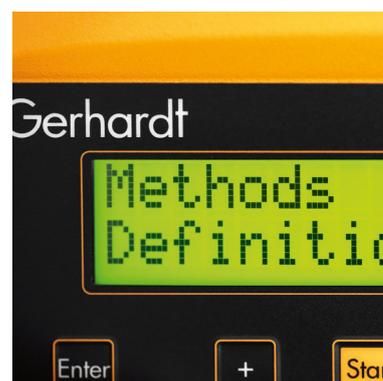


DETERGENZIENFASER-ANALYSE:

Erfahrungen, Besonderheiten und Ausblick - Gerätespezifische Einflüsse



Detergenzienfaser-Analyse: Erfahrungen, Besonderheiten und Ausblick. Gerätespezifische Einflüsse

S. Kehraus, K.-H. Südekum

Universität Bonn, Institut für Tierwissenschaften, Bonn

1 Einleitung

Die Analyse der Detergenzienfaser-Fractionen ist spätestens seit 2012 durch die Methodenvorschrift des VDLUFA (2012) in den meisten Futtermittel-Laboren etabliert. Die Detergenzienfaser-Fractionen umfassen die Bestimmung der Neutral-Detergenzien-Faser (aNDF) (Methode 6.5.1; VDLUFA, 2012), der Säure-Detergenzien-Faser (ADF) (Methode 6.5.2; VDLUFA, 2012) und des Säure-Detergenzien-Lignin (ADL) (Methode 6.5.3; VDLUFA, 2012). Im Rahmen des vom VDLUFA angebotenen Detergenzienfaser-Workshops (Universität Bonn) wurden immer wieder Fragen zur Vorgehensweise diskutiert. Diese Fragen bezogen sich zum einen auf methodische Dinge, aber auch futtermittel- und gerätespezifische Probleme wurden aufgegriffen. Die im Rahmen des Workshops diskutierten Fragen und Probleme haben uns veranlasst, die unterschiedlichen Analysengeräte und deren Vorgehensweisen zu betrachten.

2 Material, Methoden und Ergebnisse

Die Detergenzienfaser-Analyse ist eine Konventionsmethode und dementsprechend sollten alle Vorgaben genau eingehalten werden. Im Rahmen der detaillierten Betrachtung der Analyse wurden folgende Faktoren gewählt, die Einfluss auf das Ergebnis haben können:

- Methodenspezifisch
 - Entfernen von Fett, Pektin und Protein
 - Einsatz von α -Amylase
 - Verwendung von Na-Sulfit
 - Bestimmung und Berücksichtigung des Blindwertes
 - Mahlfeinheit (Sieblochgröße in Verbindung mit der Mühlenart)
- Futtermittelspezifisch
 - Gehalte an Protein oder Pektin
- Gerätespezifisch

- Porengröße (Filter, Fritte, Bag)
- Mahlfeinheit
- Blindwert
- Verwendete Filtrationshilfe
- Vorgehensweise bei stärkereichen Futtermitteln

In diesem Beitrag sollen die gerätespezifischen Einflussfaktoren, vor allem der Einfluss des Blindwertes und der Mahlfeinheit behandelt werden. Die methoden- und futtermittelspezifischen Faktoren sind in einem weiteren Beitrag in diesem Kongressband ausführlich dargestellt.

2.1 Gerätespezifische Faktoren

Für die Betrachtung der gerätespezifischen Einflussfaktoren werden folgende Geräte berücksichtigt:

- Fibertec™ (Foss)
- Fibretherm (Gerhardt)
- Fiber Analyzer (Ankom)

Die Enquete-Auswertung des aNDFom-Gehaltes in Abhängigkeit von den verwendeten Geräten ist in Abb. 1 dargestellt. Die verwendeten Gerätschaften sind, soweit bekannt, entsprechend an den Wertebalken markiert. Es ist deutlich zu erkennen, dass für das Ankom-System die Werte im unteren, für das Gerhardt-System im mittleren und für das Foss-Gerät im mittleren bis oberen Bereich liegen.

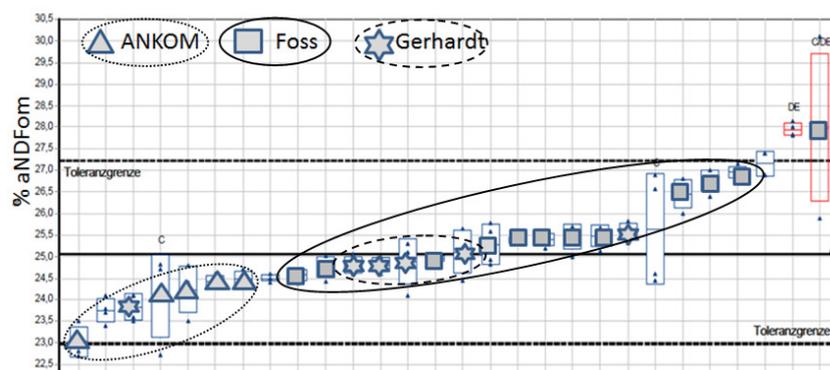


Abb. 1: Geräteeinfluss auf aNDFom-Gehalt (Milchleistungsfutter)

Betrachten wir nun die Auswertung in Abhängigkeit von den verwendeten Geräten für ADFom (Abb. 2), so liegen die Ergebnissen mit dem Gerhardt-System im mittleren bis oberen Bereich und die Ergebnissen, die mit dem Foss-System analysiert wurden, im unteren Bereich bis knapp über dem Mittelwert; d. h., letztendlich wären nur 3 Werte mit Foss analysiert, die höher als der in dieser Enquete ermittelte Mittelwert lagen.

Für Ergebnisse mit dem Ankom-System kann nicht wirklich ein Trend beobachtet werden.

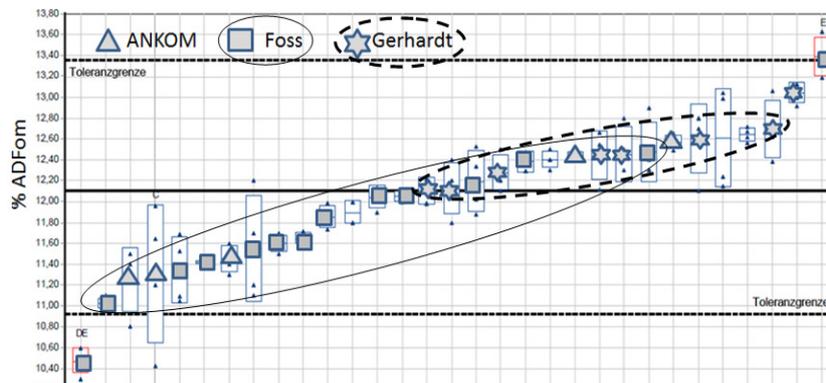


Abb. 2: Geräteeinfluss auf ADFom-Gehalt (Milchleistungsfutter)

Die Auswertung einer anderen Enquete für Rohfaser und Detergenzienfaser weisen ebenfalls Geräteabhängigkeiten auf (ohne Abb.). Diese Auswertung zeigt, wie das Ergebnis und damit die Bildung des Mittelwertes einer Enquete auch vom verwendeten System abhängig sein können.

2.2 Offene geräteabhängige Fragen

Nach dieser Auswertung ergab sich bei folgenden, nicht nur geräte-spezifischen Punkten, ein Klärungsbedarf:

- Verwendete Sieblochgröße beim Mahlen und Mühlenart
- Berechnung aADFom bzw. ADFom
- Berücksichtigung des Blindwertes, vor allem bei Foss-Geräten
- Berechnung des Blindwertes
- Verwendung von Filtrationshilfen

Für die aADFom waren noch offene Fragen:

- Verwendung von Na-Sulfit, was letztendlich zu niedrigeren Ergebnissen führen kann, da es Lignin und fasergebundenes Rohprotein lösen kann
- Zugabe von Amylase - generell oder nur bei stärkereichen Proben und wie erfolgt die Zugabe (in heiße oder kalte Lösung)
- Amylase: Hersteller, Produkt
- Durchführung einer Amylase-Vorbehandlung (McQueen und Nicholson, 1979)

Eine Amylase-Vorbehandlung wäre bei stärkereichen Proben beim Ankom- und gegebenenfalls auch beim Gerhardt-System zu empfehlen, da bei Anwendung dieser Systeme teilweise zu hohe aNDFom-Gehalte beobachtet wurden. Eine mögliche Erklärung dafür ist, dass die Stärke in den Säckchen oder Bags verkleistert und die Poren von innen zusetzt. Das Neutral-Detergenz und die Amylase können dann nicht mehr optimal in die Säckchen gelangen, so dass die Stärke nicht gelöst bzw. das Lösen von Nichtfaserbestandteilen nicht vollständig erfolgen kann.

Um Antworten auf diese offenen Fragen zu bekommen, haben wir eine detaillierte Abfrage zu aNDFom und ADFom bei den Enquete-Teilnehmern durchgeführt.

2.2.1 Verwendete Sieblochgröße

Die Abfrage zur verwendeten Sieblochgröße beim Mahlen (Abb. 3) ergab, dass jeweils 3 der Foss-Gerät-Anwender eine Sieblochgröße von 1 mm bzw. $\leq 0,5$ mm und einer 0,75 mm verwendet haben (2 ohne Angabe). Für die Gerhardt-Geräte-Anwender scheint es einheitlicher zu sein, hier haben 4 von 5 durch die Sieblochgröße 1 mm gemahlen (1 ohne Angabe).

Aufgrund der geringen Rückmeldung wurden die Ankom-Geräte-Anwender bei dieser Frage nicht berücksichtigt.

Der mit dem Foss-System analysierte aNDFom-Gehalt scheint von der Mahlfeinheit abhängig zu sein (Abb. 3). Ganz eindeutig kann man dies jedoch nicht der Mahlfeinheit zuordnen, da zufälligerweise die Nichtberücksichtigung des Blindwertes (siehe 2.2.2) und das Mahlen durch 1 mm Sieblochgröße auf die gleichen Foss-Gerät-Anwender fällt, d. h. die Differenz der aNDFom-Gehalte zwischen 1 mm- und $\leq 0,5$ mm-Ergebnissen ist relativ groß, was auch auf die Nichtberücksichtigung des Blindwertes zurückzuführen ist.

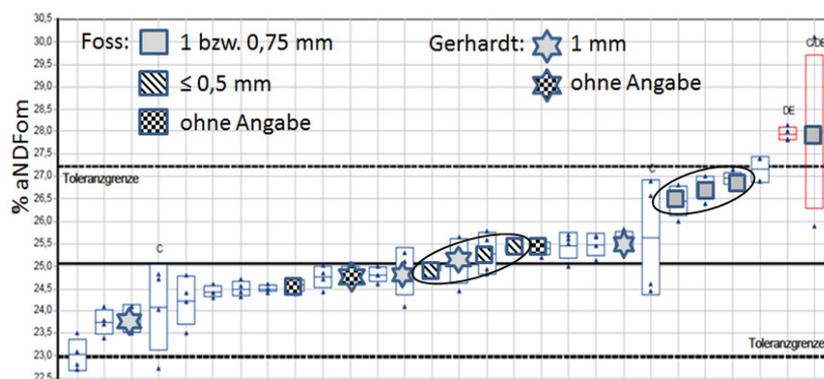


Abb. 3: Geräteabhängiger Einfluss der Sieblochgröße (mm) auf aNDFom-Gehalt (Milchleistungsfutter)

Der größte Einfluss der Mahlfeinheit ist auf Grund der größeren Porengröße der Tiegel (Tabelle 1) demnach bei der Verwendung von Foss-Systemen zu erwarten.

Tabelle 1: Porengröße der Glasfiltertiegel, bags bzw. Filter

Gerät	Filter	Porengröße (μm)
Foss	Glasfiltertiegel P2	40-90
Gerhardt	FibreBag	28
Ankom	Filter bag	25
Whatman 54	Filter	20-25

In Abb. 4 ist der geräteabhängige Einfluss der Sieblochgröße auf den ADFom-Gehalt abgebildet.

Nicht ganz so deutlich wie bei aNDFom, aber auch hier liegen die mit dem Foss-System erzielten Ergebnisse mit $\leq 0,5$ mm unter denen mit 0,75 bzw. 1 mm Sieblochgröße.

Letztendlich zeigt die Auswertung, dass ein Einfluss der Mahlfeinheit je nach verwendetem Gerät mehr oder weniger ausgeprägt ist, ein Einfluss der Mühlenart konnte nicht beobachtet werden. Die Tendenz „je feiner vermahlen, desto niedriger der Fasergehalt“ ist zu beobachten. Dies wurde in der Literatur auch schon häufig beschrieben (Mertens, 1992).

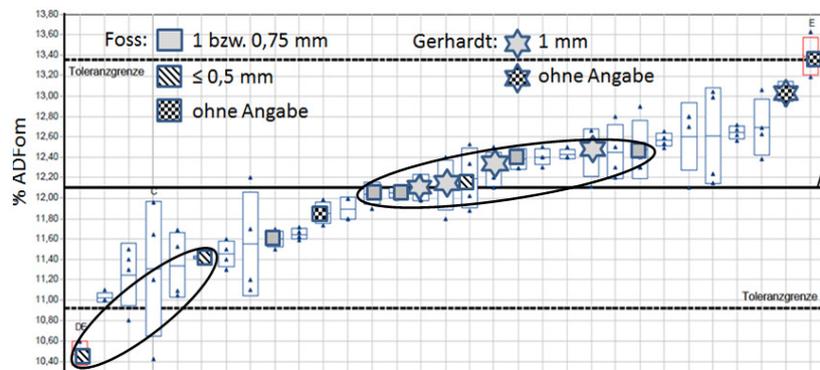


Abb. 4: Geräteabhängiger Einfluss der Sieblochgröße (mm) auf ADFom-Gehalt (Milchleistungsfutter)

2.2.2 Einfluss des Blindwertes

Einen weiteren sehr wichtigen Einflussfaktor stellt der Blindwert dar. Auffällig für die Foss-Geräte-Ergebnisse ist (Abb. 5), dass Ergebnisse ohne Blindwert wesentlich höher sind als mit Blindwert.

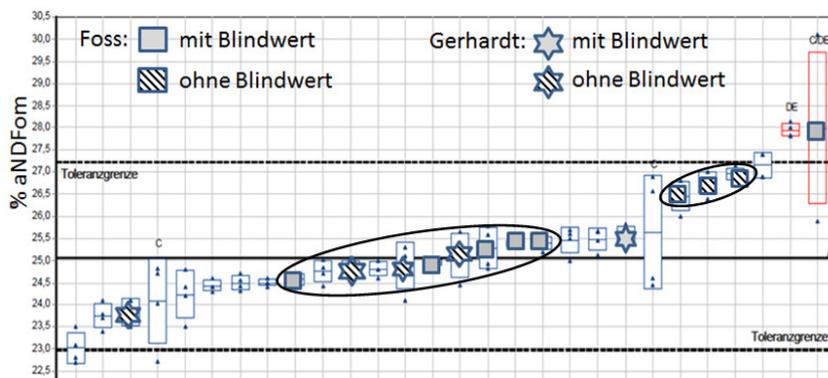


Abb. 5: Geräteabhängiger Einfluss des Blindwertes auf aNDFom-Gehalt (Milchleistungsfutter)

Die Berücksichtigung bzw. Nichtberücksichtigung des Blindwertes kann zu einer Verschiebung des Mittelwertes führen, v. a. bei der Anwendung von Foss-Geräten. In Tabelle 2 ist aufgeführt, wie sich

ein Blindwert je nach verwendetem Gerät auf den aNDFom- bzw. ADFom-Gehalt auswirkt.

Ausgehend davon, dass bei Anwendung von Ankom-Geräten der Blindwert berücksichtigt wird (wie es im Formblatt von Ankom zur Berechnung der aNDFom vorgegeben ist), könnte das ein Grund für die niedrigeren Ankom-Ergebnisse im Vergleich zu Gerhardt- und Foss-Geräten sein. Die Blindwerte beim Ankom-Gerät sind relativ hoch und konstant. Ein weiterer Grund könnte auch die im Gerät programmierte verlängerte Kochzeit sein, worauf im Rahmen dieses Beitrags jedoch nicht weiter eingegangen wird.

Tabelle 2: Geräteabhängiger Einfluss des Blindwertes auf den Gehalt an aNDFom bzw. ADFom (% absolut = $X_{A_{\text{Blindwert}}}/\text{Einwaage}_{\text{Probe}} \cdot 100$)

Gerät	aNDFom	ADFom
Ankom	ca. 0,6	ca. 0,6
Gerhardt	-0,03	-0,14
Foss	0,02-0,3 (Ø 0,2-0,3)	0,06-0,9 (Ø 0,2-0,3)

Der Blindwert für aNDFom beim Gerhardt-System scheint relativ gering zu sein. Aus der Abfrage liegt leider nur ein Wert vor, mit dem hier kalkuliert wurde; er beträgt -0,3 mg Rohasche, was eher als Wägefehler zu sehen ist und somit nicht so großen Einfluss auf das Ergebnis hat. Es ist also zu berücksichtigen, dass die Blindwerte im Mittel evtl. in einer anderen Größenordnung liegen können, vgl. -1,4 mg Rohasche bei ADFom.

Die Blindwerte, die mit dem Foss-System erzielt wurden, unterliegen einer relativ großen Streuung, sowohl laborintern als auch zwischen den Labors. Daher sollte in den Labors mit Foss-Geräten nochmals überdacht werden, wie häufig ein Blindwert gemacht werden soll. In den meisten Fällen lag der Blindwert im Mittel bei 0,2-0,3 % absolut.

Eine Frage bleibt offen, wie wird in Zukunft mit negativen Blindwerten umgegangen? Hierbei wäre für eine einheitlich Vorgehensweise interessant, geräteabhängig die Größenordnung (im Bereich des Wägefehlers oder größer?) der negativen Blindwerte zu ermitteln.

2.2.3 Weitere nicht nur gerätespezifische Einflussgrößen

Berechnung der Detergenzienfaser:

Bei der detaillierten Abfrage zur Berechnung konnten keine Unstimmigkeiten entdeckt werden.

Filterierhilfsmittel (nur für Foss-Geräte):

Ein Einfluss des Filterierhilfsmittels auf das Ergebnis war nicht zu erkennen. Hier ist anzumerken, dass alle Labors einen Sand (Seesand, Quarzsand verschiedener Hersteller) mit der gleichen Partikelgröße von 0,1-0,3 mm verwendet haben, d. h. die Sand-Partikel waren größer als die Porengrößen. Ein Einfluss der Sandmenge war nicht zu beobachten.

Amylase:

Die meisten Labore verwenden die Amylase von Termamyl, diese wurde richtigerweise in die heiße Lösung geben (siehe methodenspezifische Faktoren). Alle Labors haben angegeben, dass Sie die Amylase unverdünnt verwenden (Ankom-Amylase ohne Angabe). Ein Einfluss der Amylase (Hersteller oder Produkt) auf den Gehalt an Detergenzienfaser konnte nicht beobachtet werden.

Na-Sulfit:

Es war kein Einfluss der Verwendung von Na-Sulfit auf den Gehalt an Detergenzienfaser zu erkennen.

Einflussfaktoren	Wenn	Foss	Gerhardt	Ankom	kennzeichnen
Mahlfeinheit	kleiner 1 mm	niedriger	niedriger	niedriger	
Porengröße (20-25 µm)	Poren größer	niedriger			
Altern der Fritte	Poren werden größer	niedriger			
Filterierhilfsmittel	zu kleine Partikelgröße (soll 40-200 mesh ≈ 0,4-0,08mm)	niedriger			
	organische Verunreinigungen (inhomogen)	höher			
Blindwert	weglassen	höher	höher	höher	
Blindwert	negativ berücksichtigt	höher	höher	höher	
Probe : Detergenzien-Lösung	1 g/100 mL; Einwaage kleiner	niedriger	niedriger	niedriger	
Na-Sulfit (aNDFom)	löst Protein (NDF-gebunden), Lignin	niedriger	niedriger	niedriger	x
Amylase (aNDFom)	kalte Lösung (Stärke/Faser)	höher/niedriger	höher/niedriger	nur in kalte Lsg möglich	
	nicht in Waschwasser	höher	höher	höher	
	Stärkereich ohne Vorbehandlung		höher	höher	x
Waschwasser absaugen (nicht bis zur Trockene) vor Acetonzugabe	nicht vollständig	höher	höher	höher	
Waschen (ADFom)	nicht säurefrei	niedriger	niedriger	niedriger	
Fett (aNDFom)	>10% -> vorentfetten	höher	höher	höher	
	Waschwasser <95°C	höher	höher	höher	
	Wasser spülen statt einwirken	höher	höher	höher	
	Aceton spülen statt einwirken	höher	höher	höher	
Protein (aNDFom)	Waschwasser <95°C	höher	höher	höher	
	Wasser spülen statt einwirken	höher	höher	höher	
Protein (ADFom)	sehr proteinreiche Proben	höher	höher	höher	
	sequentiell (ND-Vorbehandlung)	realistisch	realistisch	realistisch	x
Pektine	Waschwasser <95°C (aNDFom)	höher	höher	höher	
	unlöslich in AD-Lösung	höher	höher	höher	
	ADFom sequentiell (ND-Vorbehandlung)	realistisch	realistisch	realistisch	x
Sehr hohe Gehalte an Protein, Pektin, Fett		höher	höher	höher	
		höher	höher	höher	
ND-Lösung kann ausfallen <25°C		höher	höher	höher	

Abb. 6: „Checkliste“ der Einflussfaktoren und deren gerätespezifische Auswirkungen

In Abb. 6 sind nochmals die Einflussfaktoren in einer „Checkliste“ aufgeführt, die im Labor herangenommen werden kann, um mögliche Auswirkungen auf den Detergenzienfaser-Gehalt abzuleiten. Hier kann auch entnommen werden, welche Modifikationen gekennzeichnet werden sollten.

3 Schlussfolgerungen und Perspektiven

Schlussfolgernd aus dieser Auswertung kann man sagen, dass einzelne Faktoren wenig direkten Einfluss haben, aber die Summe der Faktoren einen erheblichen Einfluss auf das Ergebnis haben kann. Dies ist teilweise auf die Verwendung unterschiedlicher Geräte, aber auch auf fehlende detaillierte Hinweise in den aktuellen VDLUFA-Methoden zurück zu führen (siehe methodenspezifische Faktoren). Für die Zukunft sollten folgende Punkte Beachtung finden:

- Vereinheitlichung der Mahlfeinheit (1 mm Sieblochgröße) ist notwendig.
- Die Berücksichtigung des Blindwertes ist wichtig.
- Je nach verwendetem System und aufgrund der teilweise großen Streuung sollte man überlegen, wie häufig ein Blindwert in einem Labor mitgeführt wird.
- Ermittlung die Größenordnung der negativen Blindwerte, um
- in Zukunft mit negativen Blindwerten einheitlich umzugehen
- Überarbeitung der aNDFom- und ADFom-Methode (VDLUFA, 2012) ist notwendig.
- Kennlich machen von Modifikationen der Methode im Ergebnis.

Diese Schlussfolgerungen beruhen auf einer relativ geringen Anzahl von Beobachtungen (z. B. Blindwert Gerhardt-System), entsprechend wäre es sinnvoll, in Zukunft weitere (Enquete-)Auswertungen bezüglich dieser gerätespezifischen Faktoren zu betrachten.

4 Literaturangaben

Mertens, D.R., 1992: Critical conditions in determining detergent fiber. Pages C1-C8 in Proceedings of NFTA Forage Analysis Workshop, Denver, CO. National Forage Testing Association, Omaha, NE, USA.

- McQueen R.E., Nicholson, J.W.G. 1979: Modification of neutral-detergent fiber procedure for cereals and vegetables by using α -amylase. J. Assoc. Off. Anal. Chem. 62, 676-680.
- Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (VDLUFA) (Hrsg.), 2012: Handbuch der Landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik (VDLUFA-Methodenbuch), Bd. III Die chemische Untersuchung von Futtermitteln, 3. Aufl., VDLUFA-Verlag, Darmstadt.



C. Gerhardt GmbH & Co. KG
Cäsariusstraße 97
53639 Königswinter, Germany
Telefon: +49 (0)2223 / 29 99 0
Fax: +49 (0)2223 / 29 99 99
info@gerhardt.de, www.gerhardt.de