

Validering af NIR-kalibreringer anvendt til analyse af tørret fuldfoder formalet med Peppink 200CM formalingsmølle

NIR-analyserne af fuldfoderprøverne formalet med Peppink-møllen viste en forbedret præcision for bestemmelse af råprotein og stivelse sammenholdt med tidligere valideringer.

Af: Niels Bastian Kristensen, SEGES Innovation P/S

Undersøgelsen er gennemført i et projekt rettet mod at teste en nyudviklet formalingsmølle ved prøveforberedelse til NIR-analyser. Den nye formalingsmølle (Peppink 200CM, Peppink Mills b.v., Olst, Holland) har en højere prøvekapacitet, ved formaling på et 0,5 mm sold, sammenlignet med den hidtil anvendte Cyclotec mølle med formaling på 1 mm sold (Cyclotec 1093, FOSS, Hillerød).

Formålet med arbejdet, der fremlægges i nærværende rapport, er at teste NIR-kalibreringer til fuldfoder udviklet på basis af prøver, der er scannet og analyseret efter formaling på Peppink 200CM møllen.

Materiale og metode

Prøverne anvendt i valideringsundersøgelsen er modtaget fra danske mælke- og slagtekalveproducenter i perioden juni 2021 til november 2022. Prøverne blev neddelte til prøvestørrelse på ca. 300 gram og tørret i ca. 40 timer ved 60°C i en ovn med luftcirkulation. Efter tørring blev prøverne tilbagevejet og formalet på Peppink 200CM møllen med 0,5 mm sold. De formalede prøver blev scannet med dobbeltpakning af kvartsprøvekopper på Bruker MPA (Bruker, Ettlingen, Tyskland).

Prøvernes koncentration af residualvand ved 103°C (faktor-103), aske, FK organisk stof (beregnet på basis af IVOS), råprotein, NDF, stivelse og CAB-værdi blev prædikeret ved anvendelse af kalibreringsmodeller optimeret før analyse af prøverne i testsættet.

Kemiske analyser for aske, IVOS, råprotein, NDF, stivelse og CAB-værdi blev foretaget ved Eurofins Agro Testing Denmark A/S, Vejen. Bestemmelse af residualtørstof blev foretaget ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium (SEGES Innovation P/S).

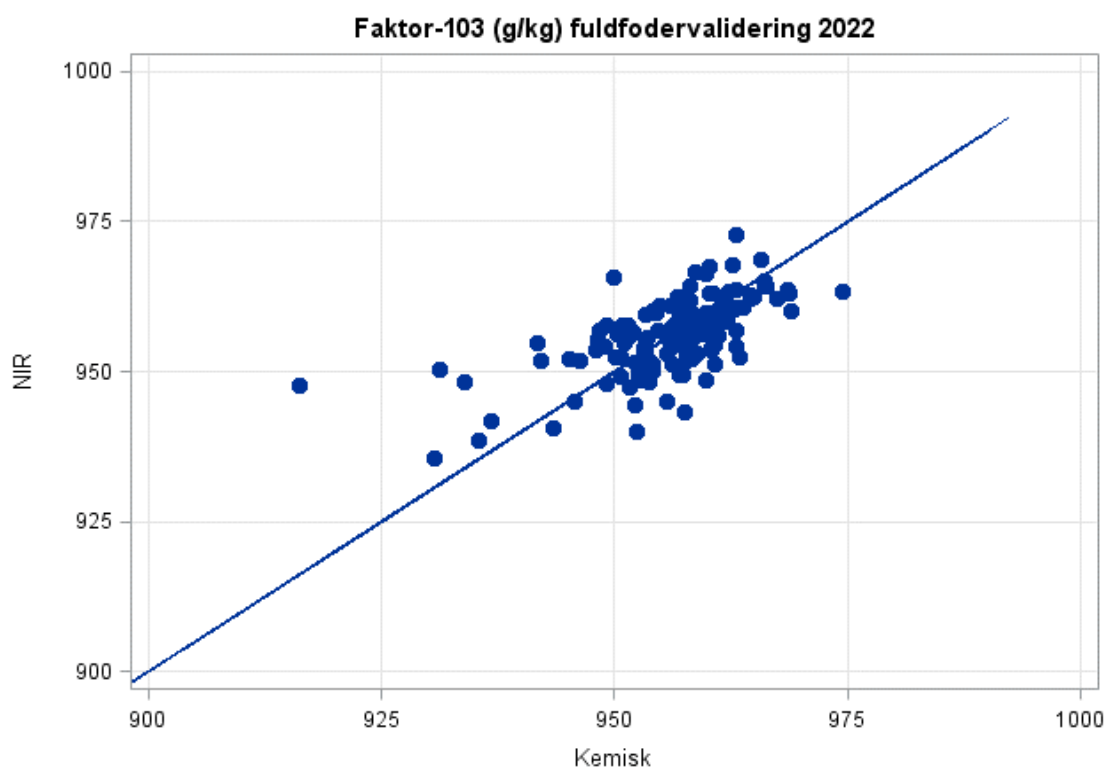
Resultater og diskussion

Som det fremgår af tabel 1, var der 27 til 133 referenceanalyser til brug for validering af de anvendte kalibreringer. Generelt blev der fundet en lav bias, der ikke var forskellig fra 0 for nogen af de testede kalibreringer. Der er relativ stor forskel i prædiktionsfejl mellem kalibreringer. For råprotein og stivelse blev der fundet numerisk lavere prædiktionsfejl ved testsæt-valideringen sammenlignet med tidligere offentliggjorte værdier. Prædiktionsfejlen for aske, FK organisk stof, NDF og CAB var på niveau med tidligere værdier eller en anelse højere. Til trods for det begrænsede testsæt blev der ikke fundet nogen kalibreringer, der var svagere end forventet.

Tabel 1. Testsæt-validering af NIR-prædiktioner anvendt til analyser af fuldfoder. I tabellen er angivet antallet af kontrolanalyser, den gennemsnitlige bias (NIR prædiktion – kemisk referenceanalyse) og prædiktionsfejlen (standardafvigelse for differencer). Tabellen viser også prædiktionsfejl fra tidligere publiceret krydsvalidering af fuldfoderkalibreringer.

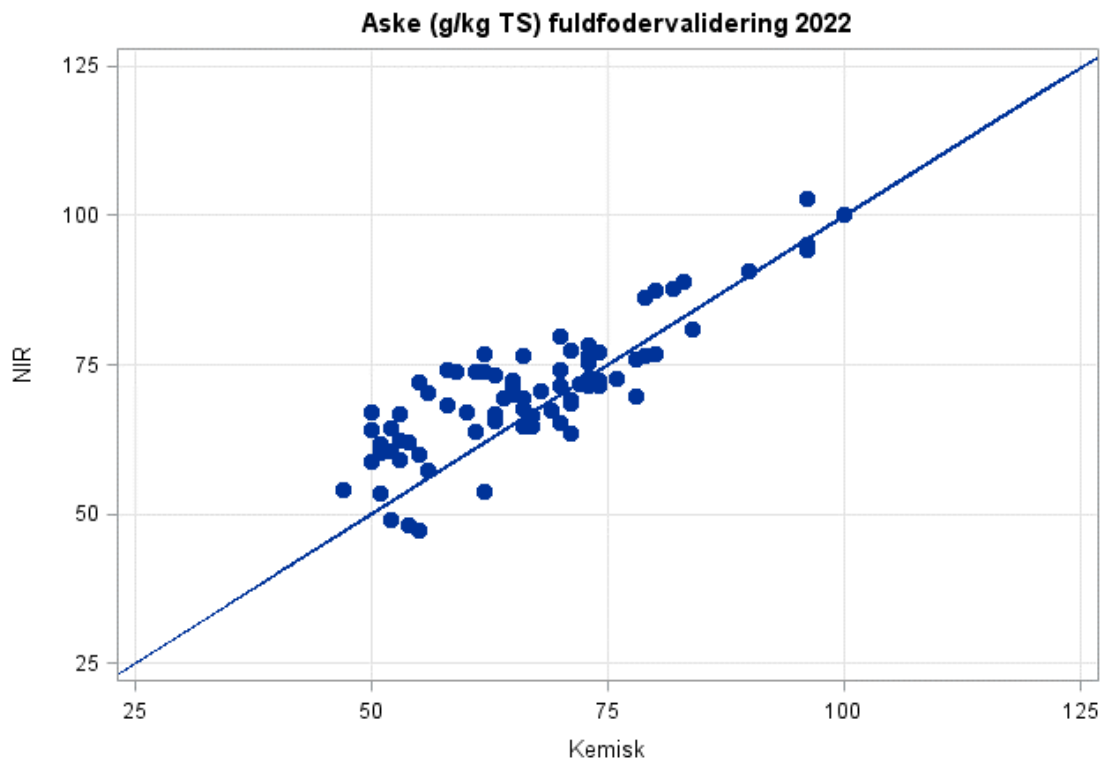
Variabel	Antal analyser	Bias	Prædiktionsfejl	Prædiktionsfejl fra krydsvalidering af tidligere kalibreringer
Residualtørstof (faktor-103), eftertørring ved 103°C af prøver formalet efter tørring ved 60°C, g/kg	133	0,2	6,3	
Aske, g/kg TS	79	3,8	7,2	6,9
FK organisk stof, %	79	0,4	2,5	2,5
Råprotein, g/kg TS	79	0,2	3,8	7,9
NDF, g/kg TS	79	10,5	21,9	20,2
Stivelse, g/kg TS	71	-6,5	11,3	14,8
CAB, meq./kg TS.	27	13,4	66,0	52,6

Figur 1 viser testsæt-validering for residualtørstof. Overordnet er der meget få prøver med mere end 5% residualvand og den prædikterede værdi for prøver med mere end 5% residualvand ser ud til at være svagere end prøver med mindre residualvand. Dette skyldes formentligt at der er få prøver i kalibreringen med højt indhold af residualvand.



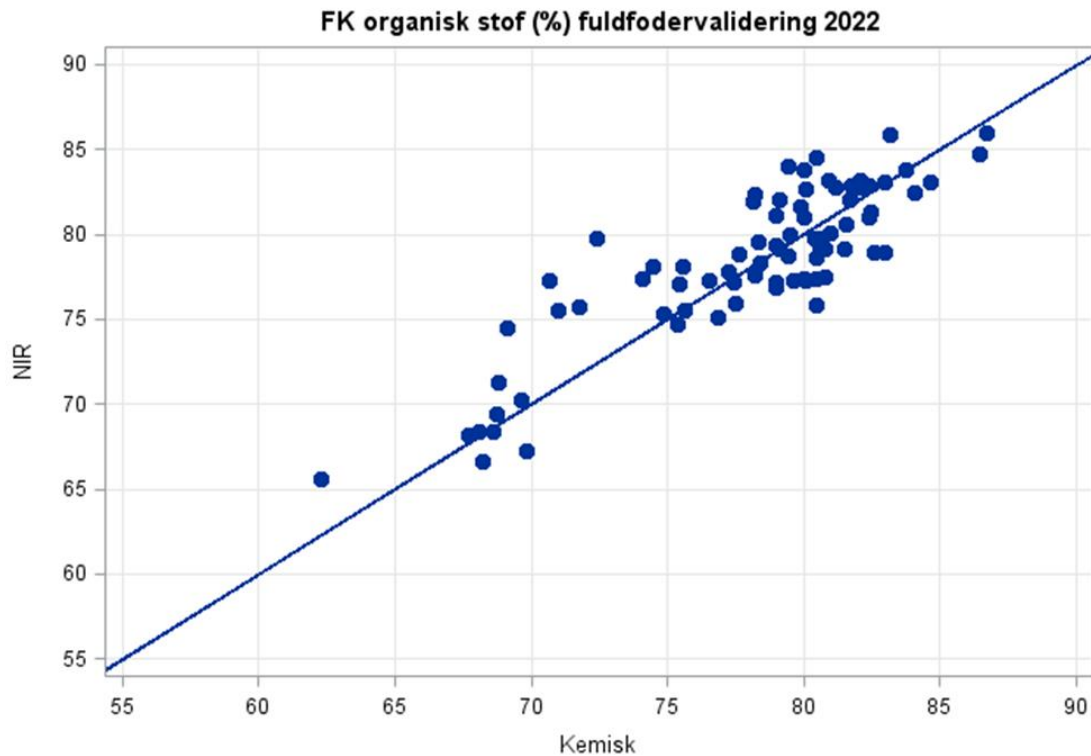
Figur 1. NIR-prædikteret residualtørstof i fuldfoder (faktor-103, g/kg) plottet i mod gravimetrisk bestemmelse af tørrerest efter ca. 12 timers tørring ved 103°C. NIR og kemiske analyser blev foretaget ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium. Hvert punkt viser værdien for en prøve af fuldfoder scannet med dobbeltpakning af prøvekopper. n=133.

Figur 2 viser testsæt-validering for askeindhold i fuldfoder præsigeret med NIR. Valideringen viser at askekoncentrationen beskrives for prøver i koncentrationsintervallet fra under 50 g/kg TS til 100 g/kg TS. Data indikerer, at askeindhold præsigeres med lavere præcision ved lave koncentrationer sammenlignet med høje koncentrationer af aske i foderprøverne.



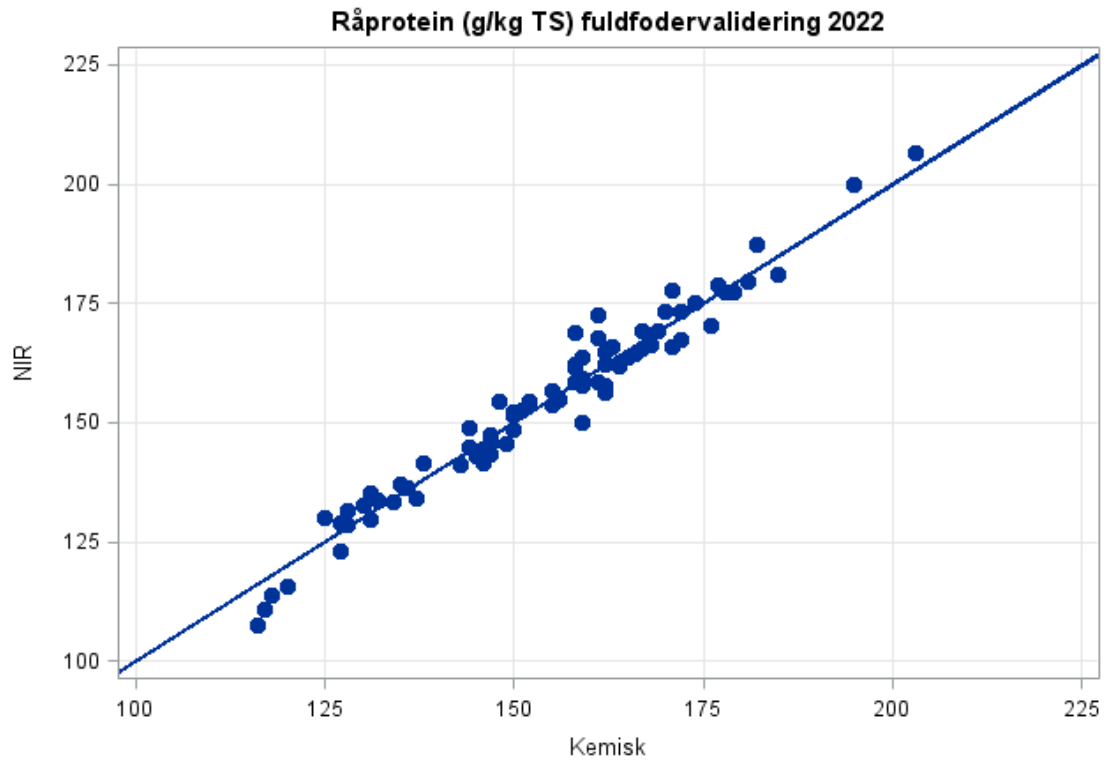
Figur 2. NIR-præsigeret askekoncentration i fuldfoder (g/kg TS) plottet mod gravimetrisk askebestemmelse. NIR analyser blev foretaget ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium, bestemmelse af askekoncentration blev foretaget ved Eurofins Agro Testing Denmark A/S, Vejle. Hvert punkt viser værdien for en prøve af fuldfoder scannet med dobbelt pakning af prøvekoppe. n=79.

Figur 3 viser testsæt-validering af FK organisk stof bestemmelser ved NIR. Data er ikke helt ligeligt fordelt i hele måleområdet, men valideringen tyder på rimelig homogen prædiktionsikkerhed i hele måleområdet.



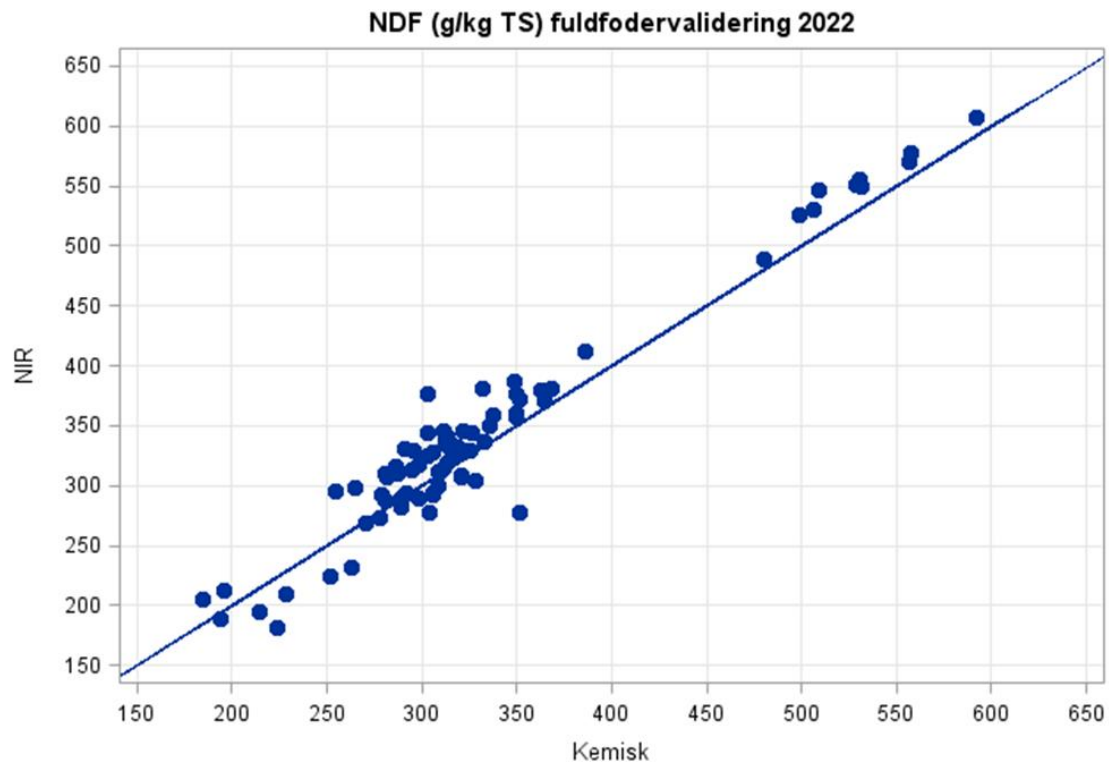
Figur 3. NIR-prædikeret FK organisk stof i fuldfoder (%) plottet mod kemisk analyse. FK organisk stof er beregnet ud fra IVOS (in vitro vomvæskemetoden). NIR-analyser blev foretaget ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium, kemisk analyse blev foretaget ved Eurofins Agro Testing Denmark A/S, Vejen. Hvert punkt viser værdien for en prøve af fuldfoder scannet med dobbeltpakning af prøvekopper. n=79.

Råprotein i fuldfoder præsiktes med relativ høj præcision (figur 4). Som det fremgår af figuren, er bias tæt på nul og prædiktionsfejlen konstant lav i hele måleområdet.



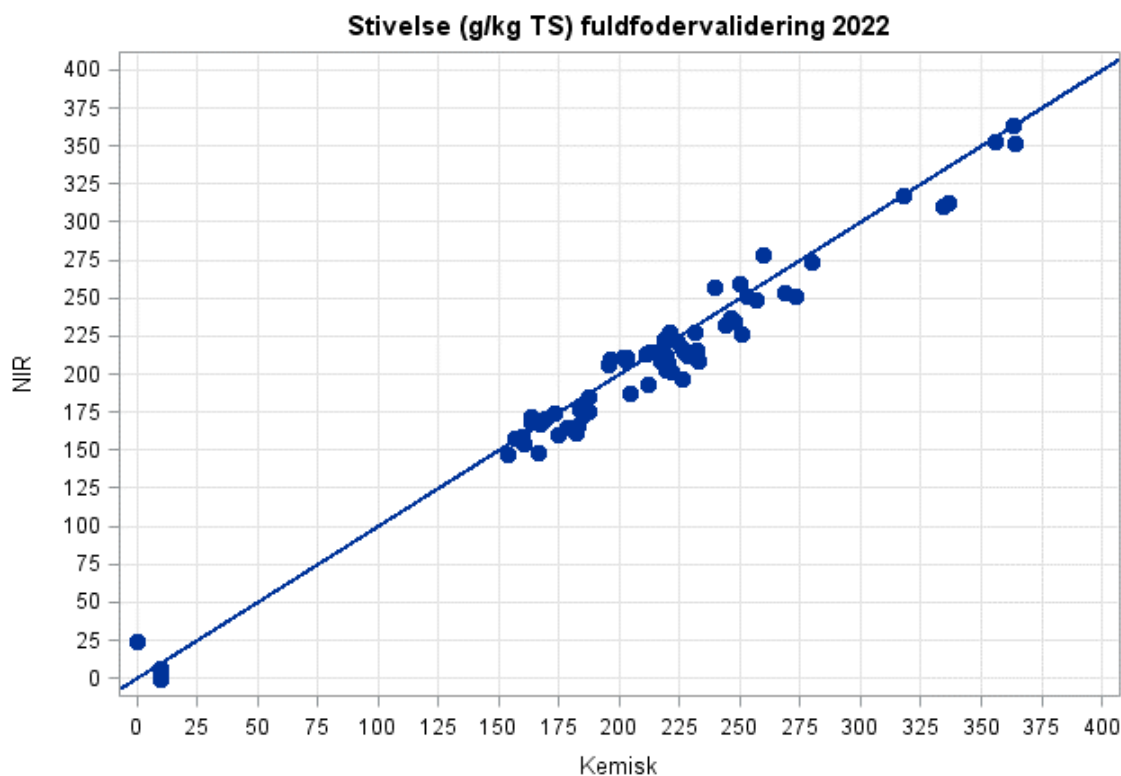
Figur 4. Råprotein-koncentration (g/kg TS) i fuldfoder præsiktes på basis af NIR-scanning af tørret og formalet prøve, plottet mod kemisk analyse. NIR-analyser blev foretaget ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium, kemisk analyse blev foretaget ved Eurofins Agro Testing Denmark A/S, Vejen. Hvert punkt viser værdien for en prøve af fuldfoder scannet med dobbeltpakning af prøvekopier. n=79.

Figur 5 viser NIR-prædiktioner for NDF plottet mod værdier fra kemisk analyse. Prøvematerialet fordeler sig ikke jævnt i hele måleintervallet. Der er relativt mange prøver med NDF-koncentration på 275 til 350 g/kg TS og færre med lavt og højt indhold. Der er en numerisk lille positiv bias for NDF.



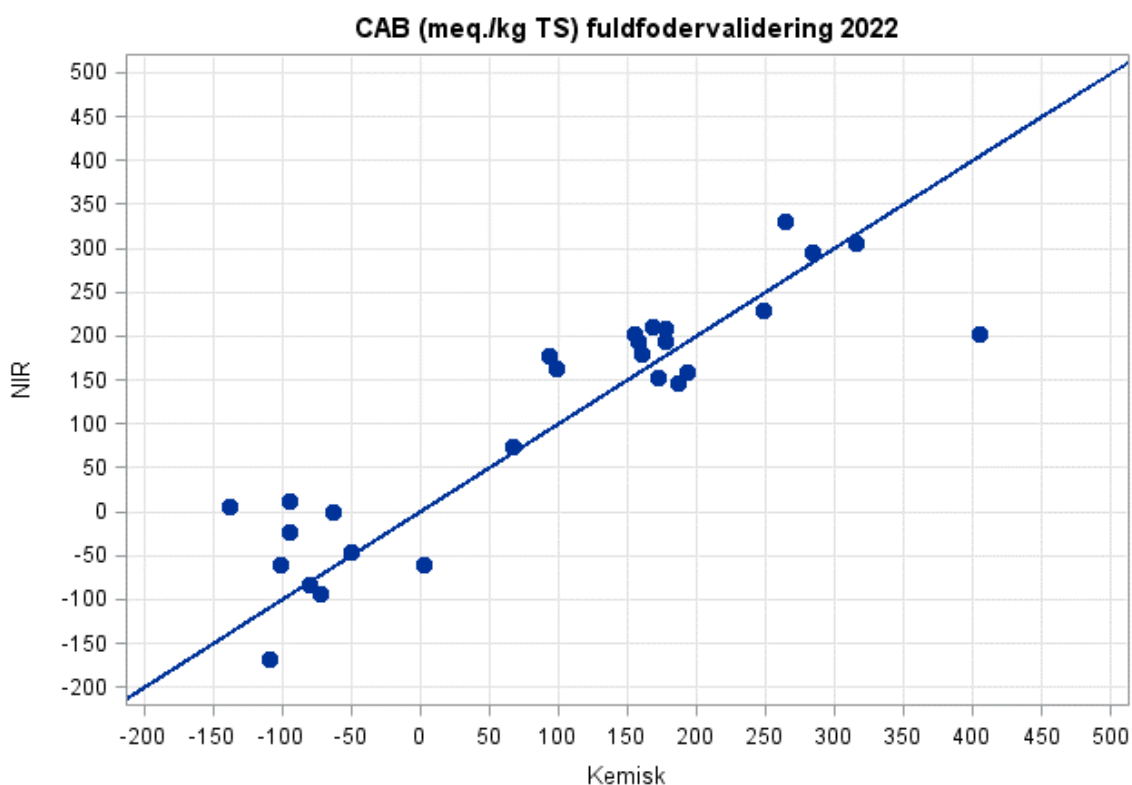
Figur 5. NDF-koncentration (g/kg TS) i fuldfoder prædikteret på basis af NIR-scanning af tørret og formalet prøve, plottet mod kemisk analyse. NIR-analyser blev foretaget ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium, kemisk analyse blev foretaget ved Eurofins Agro Testing Denmark A/S, Vejen. Hvert punkt viser værdien for en prøve af fuldfoder scannet med dobbeltpakning af prøvekopper. n=79.

Figur 6 viser stivelseskoncentrationer fra NIR-prædiktioner plottet mod kemisk analyse. Figuren viser, at koncentrationerne prædikeret ved NIR giver en præcis beskrivelse af stivelseskoncentrationen i hele måleintervallet fra 0 til 370 g stivelse/kg TS. Dermed kan kalibreringen anvendes på alle foderblandinger fra Far-OFF goldrationer til slagtekalveblandinger. Sammenlignet med tidligere valideringer tyder nærværende validering på at beskrivelse af stivelseskoncentration i prøvemateriale formalet med Peppink CM200 på 0,5 mm sold er mere præcis end prædiktioner baseret på scanning af prøver formalet med den tidligere anvendte formalingsmølle.



Figur 6. Stivelses-koncentration (g/kg TS) i fuldfoder prædikeret på basis af NIR-scanning af tørret og formalet prøve, plottet mod kemisk analyse. NIR-analyser blev foretaget ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium, kemisk analyse blev foretaget ved Eurofins Agro Testing Denmark A/S, Vejen. Hvert punkt viser værdien for en prøve af fuldfoder scannet med dobbeltpakning af prøvekopper. n=71.

CAB-værdien præsiktes relativt upræcist ved NIR (Figur 7). NIR-analysen kan bruges til at afgøre om rationen er i det rigtige område i forhold til den planlagte ration, men opstår der usikkerhed bør en NIR-prædikteret værdi følges op med en kemisk analyse. Der skal dog også påregnes en vis usikkerhed ved den kemiske bestemmelse af CAB-værdi fordi der i beregningen indgår bestemmelsen af fire elementer (Na, K, S og Cl) og estimater for CAB-værdi vil være påvirket af usikkerheden ved bestemmelsen af alle elementerne.



Figur 7. NIR-prædikteret CAB-værdi (meq./kg TS) i fuldfoder plottet mod kemisk analyse. NIR-analyser blev foretaget ved Kvægbrugets ForsøgsLaboratorium, kemisk analyse blev foretaget ved Eurofins Agro Testing Denmark A/S, Vejen. Hvert punkt viser værdien for en prøve af fuldfoder scannet med dobbeltpakning af prøvekopier. n=27.

Konklusion

Peppink CM200 formalingsmøllen viste sig velegnet til formalning af prøver af fuldfoder forud for NIR-scanning. NIR-analyserne af fuldfoderprøverne formålet med Peppink-møllen viste en forbedret præcision for bestemmelse af råprotein og stivelse sammenholdt med tidligere valideringer.