

Futtermittel-Enquete – eine bewährte Erfolgsgeschichte

Ein Beitrag zur Futtermittel- und Lebensmittelsicherheit



VDLUFA Futtermittelenquete

Entstehung:

- * Mitte der 70iger Jahre an der LUFA Bonn als Maßnahme der Qualitätsüberwachung (Rieß, Vöhringer)
- * Vorschlag an FG VI des VDLUFA

Übernahme als **jährliche** Enquete der Fachgruppe erst Ende der 80iger Jahre

↻ ca. 27 Enqueten durch LUFA Bonn ausgerichtet

Seit Mitte der 90iger Jahre als „**Bonner Enquete**“ bekannt

➔ seit 2004 Ausrichtung durch LUFA Leipzig und Kassel
Auswertung in LUFA Leipzig

↻ seit 2011 in **VDLUFA Futtermittelenquete** umbenannt

Ziele

- ❖ **Analytische Qualitätssicherung** in den Laboreinrichtungen mit Hoheitsvollzug im Futtermittelbereich der Länder und im privatwirtschaftlichen und universitären Bereich der Futtermittelanalytik
- ❖ Herstellung von **Standardmaterial** für Routineuntersuchungen
- ❖ **Validierung** von Analysemethoden
- ❖ Ableitung von **Analysspielräumen** aus den statistischen Kennzahlen der Analysemethoden
- ❖ **Methodenvergleich** bei spezifischen Parametern
- ❖ **Kompetenzprüfung** von Untersuchungseinrichtungen



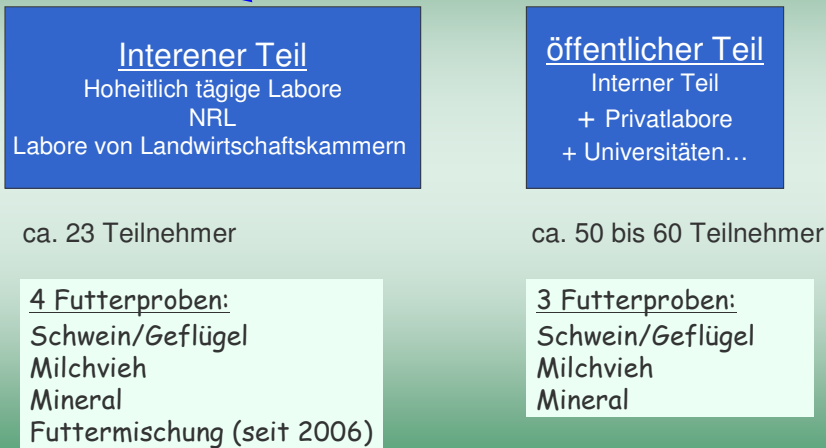
Sicherung der Qualitätsstandards landwirtschaftlicher Produkte und Vertrauensbildung bei Landwirten und Futtermittelherstellern

Teilnehmer

- **Mitglieder des VDLUFA**
 - Labore, die im Hoheitsvollzug der Länder tätig sind
 - Landesanstalten für Landwirtschaft der Länder
 - Labore von Landwirtschaftskammern
 - Universitäre Einrichtungen
- **private Laboreinrichtungen** mit unterschiedlicher Ausrichtung (teilweise auch im Bereich der Lebensmittelanalytik tätig)
- **NRL-** z.B. für Zusatzstoffe, für Mykotoxine, für Schwermetalle
- Labore von **Futtermittel- bzw. Futtermittelzusatzstoffherstellern**
- Labore von **Geräteherstellern**
und andere

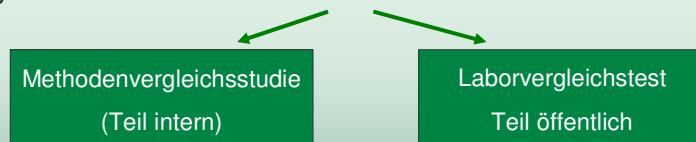
Struktur

zwei Teilringversuche



Teilnahmebedingungen

- ✓ Abgabe von 4 Einzelwerten je Parameter (außer Energie)
- ✓ Bezugsbasis 100 % Trockensubstanz
- ✓ Statistische Auswertung eines Parameters und anschließende Bewertung erfolgt jeweils erst bei **mindestens 8** Teilnehmern
- ✓ Angabe der Methode durch Teilnehmer



- ✓ Preis für Teilnahme
- ✓ Preis für Referenzmaterial

Probenvorbereitung



STAATLICHE BETRIEBS-
GESELLSCHAFT FÜR UMWELT
UND LANDWIRTSCHAFT



In den 70iger Jahren

Entnahme von Teilmengen aus gekauften Futtermittelsäcken und Versand der Proben

als "Bonner Enquete"

Aufwendiges Teilungsverfahren, Homogenitätsprüfung an den Teilproben durch Analyse von Mineralstoffen und Spurenelementen

Heute:

- **Homogenisierung** von gekauften Futtermitteln (unvermahlen) Probe d (mit unerwünschten Stoffen) wird im Labor aus Einzelfuttermitteln gemischt
- **Teilung** über elektrischen Probenteiler oder nach einem speziellen "Schaufelverfahren" per Hand (bis zu 128 Teilproben mit je 1 kg)
Homogenitätsprüfung der Teilproben durch Analytik von Mineralstoffen/Spurenelementen mittels RFA oder von Roh Nährstoffen mittels NIR
- und anschließendem **ANOVA-Test** / oder mittels **prolab**

Analysenumfang



STAATLICHE BETRIEBS-
GESELLSCHAFT FÜR UMWELT
UND LANDWIRTSCHAFT



Rohnährstoffe einschließlich Energie:

Feuchte, RA, HCL-unlös. Asche, RP, Rfa, Rfe, Zucker, Stärke, ADFom, aNDFom, ELOS, Gasbildung, Energie (ME, NEL)

Mineralstoffe und Spurenelemente:

Ca, P, Na, Mg, K, Cu, Zn, Mn, Co, Fe, Se, J, Cl, F, Ni

Aminosäuren (gesamt und frei):

Lys, L-Lys, Meth, DL-Meth, Thre, L-Thre, Try, Cys, Leu, Isoleu, Tyr, Phenylalanin, Arg, Ser, His, Asparg-sre, Glu-sre, Ala, Pro, Glyc, Val,

Vitamine und Zusatzstoffe:

Vitamine A, D3, E,
Harnstoff, Phytase, Kokzidiostatika, Probiotikum

Unerwünschte Stoffe:

As, Cd, Pb, Cr, Mykotoxine, Verschleppung Kokzidiostatika, PSM-Rückstände, chlorierte KW

Methodenvergleich bei:



Rohnährstoffen:

z.B. Protein mittels Kjeldahl und nach Verbrennung (Dumas)

Mineralstoffen, Spurenelementen; Schwermetalle:

z. B. Phosphor mittels ICP-OES und photometrisch

Kupfer mittels ICP-OES und Flammen-AAS

Blei mittels GF-AAS und ICP-MS

Mykotoxine/ Kokzidiostatika

z.B. Zearaleon oder Monensin-Na mittels HPLC und LC-MS/MS

↪ Prüfung von ca. 160- 170 Parameter jährlich in 4 Proben

Ziel:

- Nachweis der Vergleichbarkeit von Methoden für einen Parameter
- Qualitätsprüfung der in amtlicher Sammlung zitierten Methoden

(ASU § 64 LFGB)

Auswertung



70iger Jahre

- Verrechnung per Hand nach Doerffel (70iger Jahre)

80iger Jahre

- Eigene Software LUFA Bonn auf Basis einer BASIC-Version
→ Broschüre Prof. K. Ranfft

90iger Jahre

- Software-Programm „Ring“ nach **DIN ISO 5725**

seit 2002

- Softwareprogramm „prolab“ der Fa. Quodata GmbH,
Dresden nach DIN ISO 5725





- Berechnung des **Gesamtmittelwertes** und der **Toleranzgrenzen** aus allen Einzelwerten.
- Ermittlung der Ausreißer in der Reihenfolge : Typ **C, A, B**
- Manuelle Ausreißerkennzeichnung und **Entfernung** von Labormittelwerten, die außerhalb der Toleranzgrenzen liegen (**Typ D**).
- **Erneute Berechnung** der Toleranzgrenzen und des Gesamtmittelwertes
(ohne Ausreißer Typ A, B und D; Ausreißer vom Typ C werden nur dann entfernt, wenn sie gleichzeitig Ausreißer vom Typ B oder D sind)
- Labormittelwerte, die nach dem 2. Rechengang zusätzlich außerhalb der Toleranzgrenze liegen, erhalten die Kennzeichnung **E**. Diese Werte sind **in die Mittelwertbildung** einbezogen.



- Für einen Parameter werden nie mehr als **maximal 2 Rechengänge** zur Berechnung der Toleranzgrenzen durchgeführt, um eine weitere Einengung des Toleranzbereiches zu vermeiden.
- Die ausreißerbereinigten statistischen Kennzahlen (**Vergleichsstandardabweichung SR** und **relative Vergleichsstandardabweichung VR**) werden berechnet.



Ableitung von Analysenspielräumen (**ASR = 2* SR bzw. 2* VR**)
(Analysenspielräume sind methodenspezifisch!)

Teilnahmebedingungen, Leitfaden zur Auswertung und ASR:

 **VDLUFA-Homepage der FG VI** (<http://www.vdlufa.de>)

Rohfett in Milchviehfutter

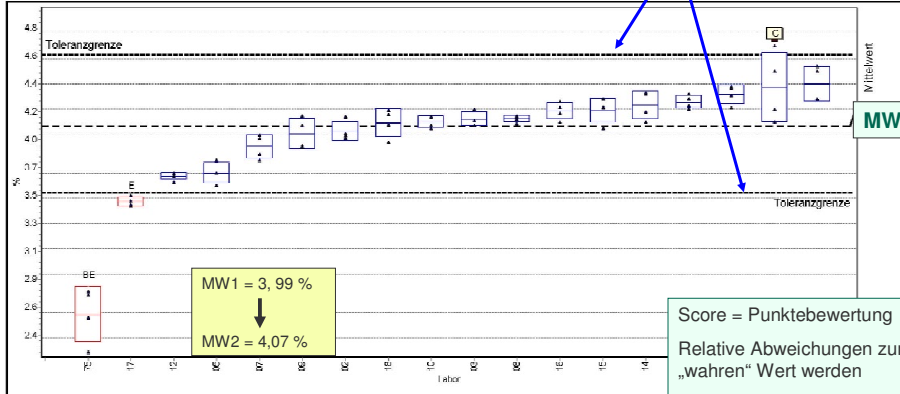
VDLUFA Futtermittel Enquete 397 Q 2011

Einzeldarstellung



Probe: 397Q b Milchviehfutter
 Merkmal: Rohfett (HC1)
 Mittelwert: 4,07%
 Toleranzgrenzen: 3,54 - 4,63 % (Zu-Score < 2,00)

Wiederhol-STD (S1): 0,11 %
 Vergleich-STD (SR): 0,27 %
 Rel. Wiederhol-STD (V1): 2,59%
 Rel. Vergleich-STD (VR): 6,67%



Toleranzgrenze

Mittelwert
MW2

Score = Punktbewertung
 Relative Abweichungen zum „wahren“ Wert werden bestimmt (Normierung)
 $Z = (X_i - MW) / s$

Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchung- und Forschungsanstalten

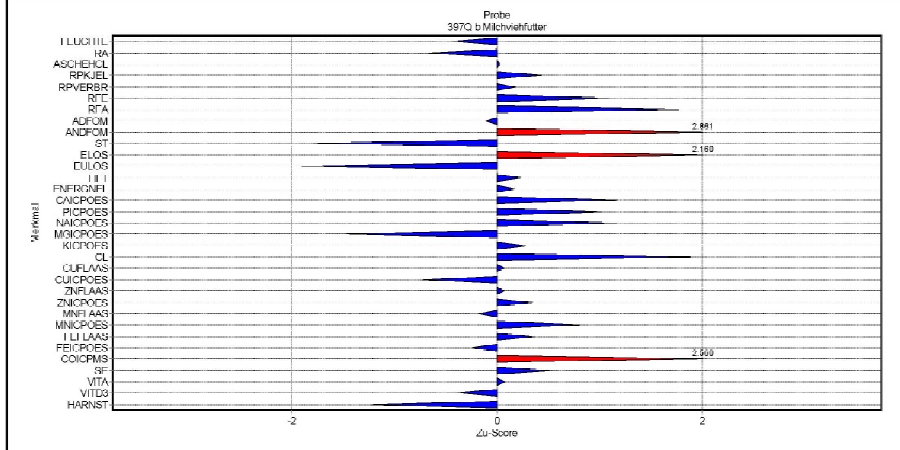
397Q b - 13.1

Bewertung: Qualitätskriterium - Zu-Scores

Übersicht Zu-Scores



Labor: 01



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchung- und Forschungsanstalten

397Q b 7

Bewertung

Labor 01			
Parameter	397Q a	Ausreißer	Erfolgreich
Feuchte	teilgenommen	ohne Bewertung	
Rohasche	teilgenommen		ja
Asche (HCLunlös.)	teilgenommen		ja
Rohprotein (Kjeldahl)	teilgenommen		ja
Rohprotein (Verbrennung)	teilgenommen		ja
Rohfett (HCI)	teilgenommen		ja
Rohfaser	teilgenommen	DE	nein
Stärke	teilgenommen		ja
Zucker	teilgenommen		ja
Energie (ME)	teilgenommen		ja
Calcium (FL-AAS)	nicht teilgenommen	ohne Bewertung	
Calcium (ICP-OES)	teilgenommen		ja
Phosphor (phatom)	nicht teilgenommen	ohne Bewertung	
Phosphor (ICP-OES)	teilgenommen		ja

Zusammenfassende Bewertung

40 von 49 auswertbaren Parametern wurden untersucht. 39 von 40 Merkmalen erfolgreich bestimmt, das entspricht 97,5 % (Mindestanforderung 80 %).

Damit sind die Mindestanforderungen für eine erfolgreiche Teilnahme an der Enquete 397Q a erfüllt.

VDLUFA
Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Bescheinigung
über die Teilnahme an der
VDLUFA Futtermittel Enquete 2011
397 Q Teil A (interner Bereich)

Hiermit wird bescheinigt, dass das Labor

Labor-Einrichtung
Hauptstraße
00000 Neustadt

unter der **Labor-Nr.: 6**
wird in Auftrag der Fachgruppe VI (Futtermitteluntersuchung) des VDLUFA
ausgewählten Einzelschneidestellen ist.

Durchführung: Staatliche Betriebsgesellschaft für Umweltschutz und Landwirtschaft, LÜFA, Leipzig;
WfL
Landesbetrieb Hessisches Landeslabor
LÜFA Kassel

Inhalt: Untersuchung von 4 Futtermitteln auf Inhalts-
und Zusatzstoffe II. Anlage

Doris Krieg
FAK der Fachgruppe

Landesbetrieb
Hessisches
Landeslabor

Landesbetrieb
Sachsen
Landeslabor

Leipzig, im April 2011

Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten
VDLUFA
Fachgruppe VI Futtermittel

VDLUFA Futtermittelenquete 2010

388 Q
Teil A
(intern)

Leipzig, im April 2011

Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten
VDLUFA
Fachgruppe VI Futtermittel

VDLUFA Futtermittelenquete 2011

397 Q
Teil A
(intern)

Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten
VDLUFA
Fachgruppe VI Futtermittel

Bonner Enquete 2008
(Futtermittel)

372 Q
Teil A

Leipzig, im März 2009

Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten
VDLUFA
Fachgruppe VI Futtermittel

Bonner Enquete 2009
(Futtermittel)

378 Q
Teil A

Leipzig, im März 2010

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit