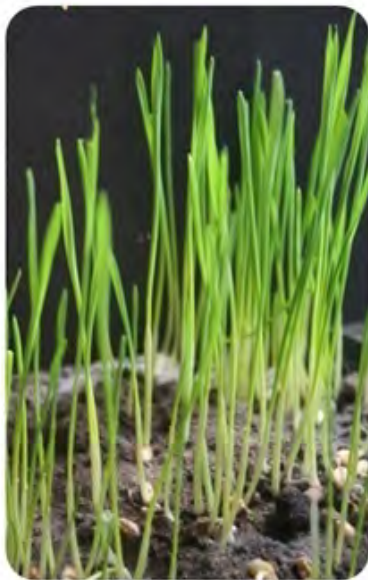


Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft

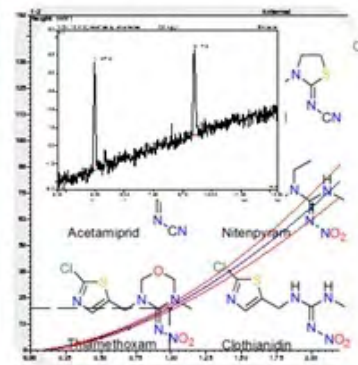
**Qualitätssicherung und  
Untersuchungswesen**



**Zentrale Analytik**



**AQU**



**Jahresbericht 2014**

## **Impressum**

Herausgeber: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)  
Vöttinger Straße 38, 85354 Freising-Weißenstephan  
Internet: [www.LfL.bayern.de](http://www.LfL.bayern.de)

Redaktion: Qualitätssicherung und Untersuchungswesen  
Lange Point 4, 85354 Freising  
E-Mail: [AQU@LfL.bayern.de](mailto:AQU@LfL.bayern.de)  
Telefon: 08161/71-3600

Auflage: Mai 2015

Druck: Abteilung Information und Wissensmanagement

© LfL



**LfL**

Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft

## **Jahresbericht 2014**

Marion Berndt  
Katrin Fischer-Kaiser  
Rudolf Füglein  
Günter Henkelmann  
Michael Lebuhn  
Sabine Mikolajewski  
Claudia Reinhardt  
Johann Rieder  
Manfred Schuster  
Gerhard Strauß



---

## Inhalt

	Seite
<b>Vorwort</b> .....	<b>7</b>
<b>Organisation</b> .....	<b>9</b>
1.1 Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft .....	9
1.2 Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen.....	10
1.2.1 Ziele und Aufgaben.....	11
1.2.2 Leistungsverzeichnis .....	13
<b>2 Daueraufgaben und Projekte</b> .....	<b>21</b>
2.1 Analysenüberblick .....	21
2.2 Qualitätssicherung.....	24
2.2.1 Teilnahme von AQU-Laboren an Ringversuchen zur Qualitätssicherung und Methodenentwicklung.....	25
2.2.2 Qualitätsmanagement und Akkreditierung .....	28
2.2.3 Kundenbefragung der zentralen Analytik .....	29
2.3 Notifizierung .....	34
2.3.1 Notifizierung von Untersuchungsstellen.....	34
2.3.2 Notifizierung von Probenehmern.....	37
2.3.3 Fortschreibung der Liste mit zugelassenen „Gülle-Laboren“ für das Kulturlandschaftsprogramm (KULAP).....	38
2.3.4 Durchführung des Länderübergreifenden Ringversuchs Abfall (LÜRV-A) als Grundlage für die Notifizierung von Laboren im Vollzug des Abfallrechts .....	39
2.3.5 Qualitätssicherung zur Absicherung der Beratungsaufgaben des Landeskuratoriums pflanzliche Erzeugung e.V. (LKP) – Grundlagen für die Düngeberatung .....	41
<b>3 Projekte und Daueraufgaben</b> .....	<b>44</b>
3.1.1 Der LÜRV-A Klärschlamm 2014 als Grundlage für die Notifizierung nach Fachmodul Abfall .....	44
3.1.2 Analytik von Handelsdüngern für den Vollzug der Düngemittel- verkehrs kontrolle .....	48
3.1.3 Deoxynivalenol-Monitoring von bayerischem Wintergetreide der Ernte 2014...50	50
3.1.4 Kontrolle des Atrazin-Anwendungsverbotes 2014 .....	54
3.1.5 Überwachung des Ausbringungsverbots von Neonikotinoiden an Mais und Raps 2014.....	56
3.1.6 Toxinreduktion bei Fusariumbefall in Weizen: Feldversuch.....	60

---

3.1.7	Entwicklung einer Schnellmethode zur Bestimmung von Astragalosid IV in <i>Astragalus mongholicus</i> .....	63
3.1.8	<i>Valeriana sisymbriifolia</i> : Eine interessante Baldrianart?.....	70
3.1.9	Bestimmung des Stresshormons Cortisol in Fischwasser.....	72
3.1.10	Schnelle Quantifizierung von lebensfähigen EHEC/EPEC mittels qPCR.....	74
3.1.11	Anaerobe Pilze in landwirtschaftlichen Biogasanlagen? .....	76
3.1.12	Weiterentwicklung eines schnellen NIRS-Messverfahrens für DON belastetes Getreide .....	80
3.1.13	Ringversuche bei Labordienstleistern – eine Erfolgsgeschichte im Bereich der Biogasproduktion .....	86
3.1.14	Analytik zur Qualitätsbestimmung von Futtermitteln .....	91
3.1.15	webFuLab-Anwendung und Labordatensystem .....	95
3.1.16	Kooperation mit dem LKV Futtermittellabor - Grundlagen für die Fütterungsberatung in Bayern.....	98
<b>4</b>	<b>Veröffentlichungen und Fachinformationen .....</b>	<b>107</b>
4.1	Veröffentlichungen .....	107
4.2	Veranstaltungen, Tagungen, Vorträge und Kooperationen .....	110
4.2.1	Vorträge .....	110
4.2.2	Führungen, Exkursionen .....	115
4.2.3	Aus- und Fortbildung, Praktika.....	116
4.2.4	Mitgliedschaften und Mitarbeit in Arbeitsgruppen.....	117
4.2.5	Abkürzungsverzeichnis .....	117

## Vorwort



Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) war auch im Jahr 2014 als zentrale Einrichtung mit einem breiten Spektrum an Leistungen für die Institute der LfL tätig.

Die Labore der Abteilung an den Standorten in Freising und Grub decken einen großen Teil des Bedarfs an anorganischen und organischen Analysen von Boden-, Pflanzen- und Tierproben ab. Die Abteilung erfüllte damit auch im vergangenen Jahr mit hoher Methodenkompetenz und mittels leistungsfähiger Laborgeräte Querschnittsaufgaben für die Institute der LfL. Die Aufgaben erstrecken sich von Boden- und Düngeruntersuchungen bis hin zur Analyse der Fleischqualität und Inhaltsstoffen von Futter-, Back- und Braugetreide sowie Forschung im Bereich Biogasprozessoptimierung. AQU lieferte mit seinen Analysendaten auch in 2014 eine wesentliche Grundlage für die Forschung an der LfL.

Unerlässlich für ein modernes Analysenlabor ist die konsequente Umsetzung von Qualitätssicherungsstandards. Zu diesem Zweck wurde in 2014 eine Kundenbefragung mit dem Ziel initiiert, den Ansprüchen der Auftraggeber in den Instituten gerecht zu werden. Verbesserungsvorschläge wurden aufgegriffen und befinden sich in der Umsetzung.

Die Zusammenarbeit mit den beiden Selbsthilfeeinrichtungen LKP (Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung in Bayern e.V.) und LKV (Landeskuratorium der Erzeugerringe für tierische Veredelung in Bayern e.V.) wurde weiter entwickelt: AQU ist an einem effizienten Qualitätssicherungssystem beteiligt, das Grundlage für die Dünge- und Fütterungsberatung in Bayern ist.

Eine wichtige Aufgabe der Abteilung ist die Weiterentwicklung und Adaptierung von Analysemethoden. Zahlreiche Beispiele sind im vorliegenden Jahresbericht zu finden. Die Bandbreite der Themen ist weitgefächert und reicht von der Steuerung von Biogasanlagen über Methodenadaptierungen zur Bestimmung des Stresshormons Cortisol in Fischwässern bis hin zum Backverhalten von Buchweizen.

Organisatorisch war das Jahr 2014 geprägt durch die Bestellung von Dr. Gerhard Strauß zum Leiter der Abteilung für Qualitätssicherung und Untersuchungswesen im Februar 2014. Dr. Manfred Schuster leitete die Abteilung ab Juni 2013 kommissarisch mit hohem Einsatz und großer Sorgfalt, wofür ich ihm an dieser Stelle nochmals herzlich danken möchte.

Mit dem vorliegenden Jahresbericht möchten wir Ihnen einen Einblick vermitteln über die im letzten Jahr bearbeiteten Schwerpunktthemen und Aktivitäten. Allen internen und externen Kooperationspartnern möchte ich an dieser Stelle für die vertrauensvolle, konstruktive und erfolgreiche Zusammenarbeit danken.

Mein besonderer Dank gilt allen Mitarbeitern der Abteilung für das große Engagement und die hervorragenden Leistungen.

Freising im Juni 2015

Dr. Gerhard Strauß  
Abteilungsleiter





# Organisation

## 1.1 Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft

Die Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL) ist eine dem Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten unmittelbar nachgeordnete Behörde, die im Jahr 2003 aus verschiedenen selbständigen Einrichtungen und Behörden gegründet wurde (Abbildung 1). Aufgabengebiete der LfL sind Hoheits- und Fördervollzug, anwendungsorientierte Forschung, Ausbildung und Beratung für die bayerische Land- und Ernährungswirtschaft.

Die Aufgabengebiete und die fachliche Ausrichtung – Agrarökologie, Pflanzenbau, Pflanzenschutz, Tierzucht, Tierernährung, Fischerei, Landtechnik, Tierhaltung, Agrarökonomik, Ernährung und Markt – bestimmen die organisatorische Gliederung der Institute.

Die Abteilungen sind Dienstleister, die einerseits die Institute bei ihren Projekten und Aufgaben unterstützen und andererseits mit Aufgaben in eigener Zuständigkeit nach außen wirken. Das Kompetenzzentrum für Ernährung (Kern) ist der Landesanstalt verwaltungstechnisch angegliedert.

Die Führungsebene besteht aus dem Präsidenten, dem Präsidium und der Leitungskonferenz, die gemeinsam mit der Stabsstelle als Controlling-Einrichtung und dem Verwaltungsrat mit dem wissenschaftlich-technischen Beirat die Leitlinien der LfL mit verantworten.

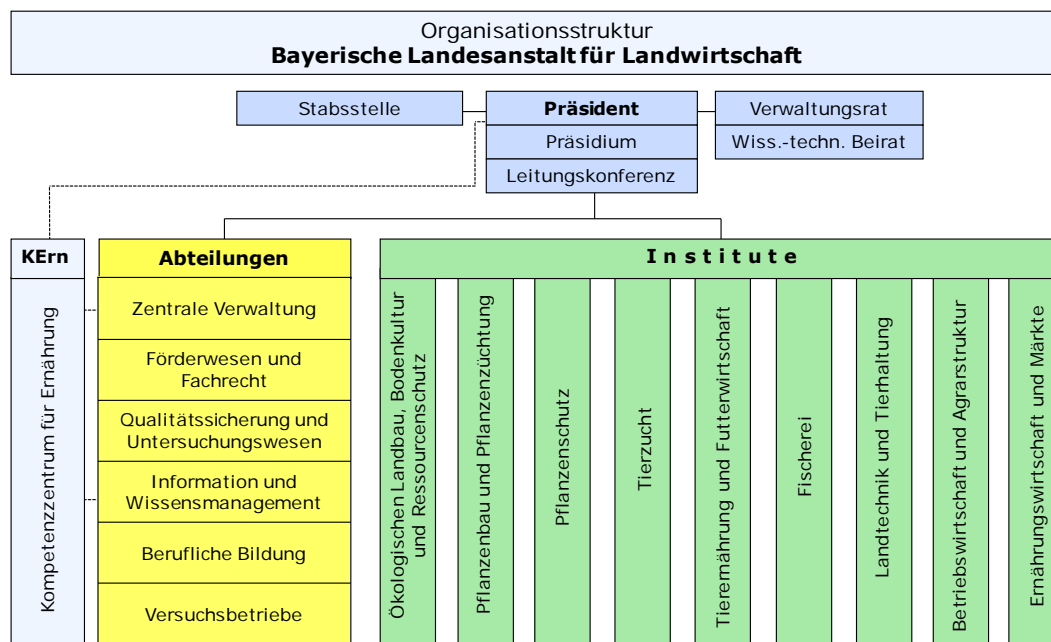


Abb. 1: Organigramm der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)

## 1.2 Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) ist gegliedert in die Abteilungsleitung und in drei Sachgebiete (Abbildung 2). Der Standort der Abteilungsleitung und der Sachgebiete AQU1 und 2 ist Freising und der von AQU3 ist Grub/Poling (Abbildung 3). In Freising befinden sich die Laborkapazitäten für die Pflanzenproduktion im weitesten Sinne, also die Matrices: Boden, Dünger, Pflanze und Reststoffe. Im Labor in Grub wird das Probenmaterial aus dem tierischen Bereich bearbeitet und deckt damit den Analysenbedarf für die Futtermittelwirtschaft, Tierernährung, Tierhaltung und Tierzucht ab.

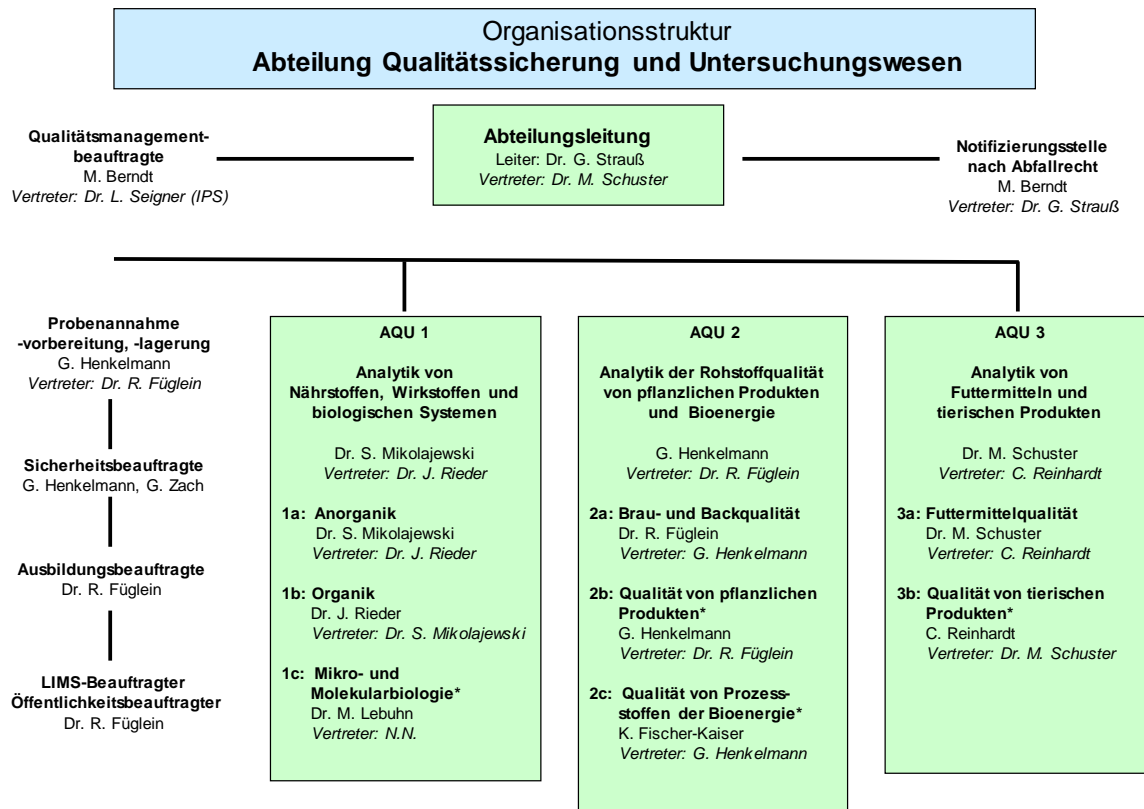


Abb. 2: Organisationsstruktur der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) (\* nicht akkreditierte Aufgabenbereiche)



Abb. 3: Laborstandort Freising, linkes Bild (AQU1 und 2, Anschrift: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft, AQU, Lange Point 4, D-85354 Freising-Weihenstephan) und Laborstandort Grub, rechtes Bild (AQU3, Anschrift: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft, AQU, Prof.-Zorn-Straße 20 c, D-85586 Grub)

### 1.2.1 Ziele und Aufgaben

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungen – AQU – beschäftigt sich mit allen wesentlichen analytischen Fragestellungen innerhalb der LfL. Die Analysenergebnisse der Labore in Freising und Grub gehen ein in die angewandte Forschung, die fachliche Beratung sowie die praktische Landwirtschaft (Abbildung 4) und repräsentieren damit einen wesentlichen Bestandteil der Arbeit der Institute und damit der LfL.



*Abb. 4: Weizenkörner. Die Bestimmung der Qualität von Getreide ist ein wesentliches Aufgabengebiet von AQU*

Die Ziele von AQU werden definiert aus der Stellung der Abteilung innerhalb der LfL als Kompetenzzentrum für Analytik und Qualitätssicherung:

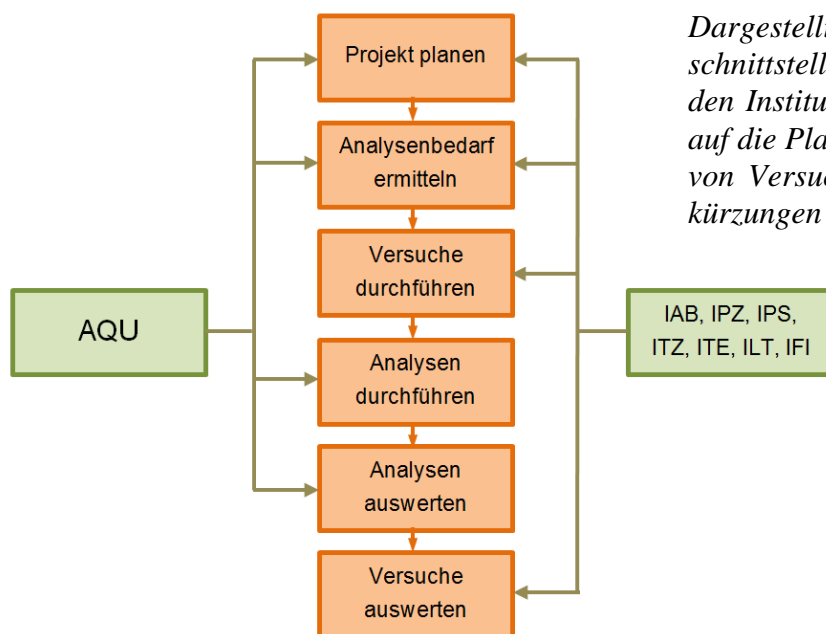
- Analytik von Boden- und Pflanzenproben, Futtermitteln, tierischen Produkten, Düngemitteln und Siedlungsabfällen im Vollzug von Hoheitsaufgaben,
- Qualitätsuntersuchungen und Analysen für die Institute der Landesanstalt, für Selbsthilfeeinrichtungen der bayerischen Landwirtschaft und andere Wirtschaftsbeteiligte,
- Projektforschung in der Analytik in eigener Verantwortung oder in Zusammenarbeit mit internen und externen Partnern,
- Anpassung von Analysenverfahren im Hinblick auf technischen Fortschritt oder auftragspezifische Anforderungen,
- Notifizierung von externen Laboren im Vollzug der Klärschlamm-, Bioabfall- und Düngeverordnung,
- Etablierung von Qualitätssicherungsmaßnahmen bzw. der Akkreditierung gemäß DIN EN ISO 17025,
- Zusammenarbeit mit Fachbehörden, Forschungseinrichtungen und Verbänden in analytisch-methodischen Fragestellungen.

Das Aufgabenspektrum der Abteilung ergibt sich aus:

- dem Hoheitsvollzug in eigener Zuständigkeit, der insbesondere im Bereich des Abfallrechts (Notifizierungsstelle) wahrgenommen wird,
- der Analytik im Vollzug der Düngeverordnung und des Pflanzenschutzmittelrechts. Den zuständigen Instituten der LfL werden die Analysendaten von AQU zur Verfügung gestellt. Daneben wird Amtshilfe auch für das Bundessortenamt und andere nationale Prüfstellen geleistet,
- dem Analysenbedarf der LfL-Institute, insbesondere der Institute für Ökologischen Landbau, Agrarökologie und Bodenschutz (IAB), für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung (IPZ), für Pflanzenschutz (IPS), für Tierzucht (ITZ), für Tierernährung und Futtermittelwirtschaft (ITE), für Landtechnik und Tierhaltung (ILT) und für Fischerei (IFI),
- der Betreuung von analytischen Laboratorien im Bereich der LfL im Hinblick auf die Umsetzung von Qualitätssicherungsmaßnahmen bzw. der Akkreditierung gemäß DIN EN ISO 17025,
- der Einbindung von AQU in zahlreiche Forschungsprojekte, Monitoring- und Versuchsprogramme der Institute,
- den mikro- und molekularbiologischen Forschungsprojekten hinsichtlich einer Prozessoptimierung der Biogastechnologie,

- dem Analysenbedarf der bayerischen Selbsthilfeeinrichtungen der Landwirtschaft (LKP, LKV). AQU erbringt grundlegende Leistungen im Sinne der Qualitätssicherung der landwirtschaftlichen Produktion. Dabei wird die Fachkompetenz privater Labore durch Ringversuche, Probennachkontrollen und Laborüberwachung sichergestellt bzw. die Fachaufsicht über ein dem Sachgebiet AQU3 angeschlossenes Futtermittellabor des LKV ausgeübt.

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen ist durch die Probenanalysen auf verschiedenen Ebenen in Teilprozesse innerhalb der Versuchstätigkeit der LfL-Institute eingebunden. Als zentraler Analytik-Dienstleister ist AQU an wesentliche Prozessschnittstellen angebunden (Abbildung 5), wodurch eine effiziente Nutzung der Laborkapazitäten bei AQU mittels zielführender Kommunikation und angemessener Abstimmung mit den Instituten möglich ist.



*Abb. 5: Projektarbeit an der LfL. Dargestellt sind die Prozessschnittstellen zwischen AQU und den Instituten der LfL im Hinblick auf die Planung und Durchführung von Versuchen bzw. Analyse (Abkürzungen s. 4.2.5)*

Seitens AQU erfolgt keine Akquisition von Analysenaufträgen außerhalb der LfL, es werden also keine Untersuchungsaufträge von Landwirten, Verbrauchern oder Firmen ausgeführt. Die Analysenkapazitäten werden damit vorwiegend durch die Institute der LfL sowie durch die bayerischen Selbsthilfeeinrichtungen der Landwirtschaft genutzt. Ausnahmen werden nur in begründeten Fällen gemacht oder wenn Privatlabore mangels Methodenkompetenz nicht in Anspruch genommen werden können, die Untersuchungen jedoch im allgemeinen Interesse sind. Ein solcher Fall sind z.B. die Brau- und Backqualitätsuntersuchungen für die bayerischen Pflanzenzüchter.

Die verschiedenen Aufgabenbereiche und Sachgebiete der Abteilung kooperieren eng bei der Probenvorbereitung, Probenlogistik, Analytik und Ergebnismitteilung. Eine zentrale Rolle spielt hier das Labor-Informations- und Management-System (LIMS), da nur mit einer leistungsfähigen elektronischen Datenverarbeitung mit den großen Datenmengen sicher und auftraggeberorientiert umgegangen werden kann.

### 1.2.2 Leistungsverzeichnis

Das Analysen- und Leistungsspektrum der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen ist entsprechend den Anforderungen sehr vielschichtig (Abbildung 6). Es werden im Wesentlichen Analysenaufträge der Institute der LfL bearbeitet, die sich aus Daueraufgaben ergeben oder für zeitlich befristete Forschungsprojekte (Projektaufgaben) notwendig werden.




Abb. 6: Beispiele von Analysenmatrices in AQU

Neben klassischen analytischen Aufgabenstellungen werden von der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen für verschiedene Einrichtungen innerhalb und außerhalb Bayerns Ringversuche angeboten. Das Ziel ist die Analysenqualität von Untersuchungslaboratorien zu kontrollieren und zu optimieren (z.B. im Rahmen der Notifizierung).

Zur Orientierung für die Auftraggeber wurden die wesentlichen Leistungen von AQU in Form eines Leistungsverzeichnisses zusammengestellt (Tabelle 1). Als Dienstleister stehen die Analytik-Experten insbesondere bei der Auswahl adäquater Methoden unter Berücksichtigung wirtschaftlicher und fachlicher Aspekte für die Versuchsansteller aus den Instituten beratend zur Seite. Insbesondere bei Schnellmethoden ergeben sich ständig neue Analysenmöglichkeiten, die im Hinblick auf Kosten- und Ressourceneffizienz interessante Perspektiven eröffnen.

Zur Orientierung für die Auftraggeber wurden die wesentlichen Leistungen von AQU in Form eines Leistungsverzeichnisses zusammengestellt (Tabelle 1). Als Dienstleister stehen die Analytik-Experten insbesondere bei der Auswahl adäquater Methoden unter Berücksichtigung wirtschaftlicher und fachlicher Aspekte für die Versuchsansteller aus den Instituten beratend zur Seite. Insbesondere bei Schnellmethoden ergeben sich ständig neue Analysenmöglichkeiten, die im Hinblick auf Kosten- und Ressourceneffizienz interessante Perspektiven eröffnen.

Tab. 1: Leistungsverzeichnis der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (Abkürzungen s. 4.2.5)

 <b>Leistungsverzeichnis</b>	
<b>Inhaltsverzeichnis</b>	
A	Bodenuntersuchungen
B	Düngemitteluntersuchungen
C	Untersuchung von Wasserproben
D	Untersuchung organischer Kontaminanten, Wert- und Inhaltsstoffe
E	Molekular- und mikrobiologische Untersuchungen
F	Untersuchungen zur Rohstoffqualität pflanzlicher Produkte, Bioenergie
G	Futtermitteluntersuchungen
H	Untersuchungen von Fleisch/tierischen Produkten
I	Ringversuche
J	Notifizierung im Rahmen der AbfKlärV und BioAbfV

**A Bodenuntersuchungen ( $N_{\min}$ )**

Probenvorbereitung (Homogenisierung, Rückstellung)

Stickstoff (N)

$N_{\min}$  ( $NH_4$ -N,  $NO_3$ -N aus dem  $CaCl_2$ -Extrakt)

**B Düngemitteluntersuchungen****Handelsdünger**

Probenvorbereitung (Registrierung, Trocknung, Vermahlung, Rückstellung)

Stickstoff (N)

Gesamt-N

- Gesamt-N in nitratfreien Düngern: Kjeldahl-Methode

- Gesamt-N in nitrathaltigen Düngern: Kjeldahl-Methode nach Nitratreduktion

- Gesamt-N: Dumas-Verfahren, Elementaranalyse

Ammonium-N, Nitrat-N

- Ammonium-N und Nitrat-N: DEVARDA

- Ammonium-N: Destillation

- Ammonium-N: Ausblasemethode

Nitrat-N: Gravimetrie

- Nitrat-N: rechnerisch

Harnstoff

- Carbamid-N in reinem Harnstoff: Kjeldahl-Methode

- Carbamid-N in Gemischen mit anderen N-Formen: Urease-Methode

Pflanzenverfügbare N ( $NH_4$ -N,  $NO_3$ -N aus dem  $CaCl_2$ -Extrakt)

Biuret: HPLC-Methode

Cyanamid-N rechnerisch

Phosphat ( $P_2O_5$ )

$P_2O_5$ , wasserlöslich

$P_2O_5$ , neutral-ammoncitratlöslich

$P_2O_5$ , wasserlöslich und neutral-ammoncitratlöslich: Methode Fresenius-Neubauer

$P_2O_5$ , Mineralsäurelöslich

$P_2O_5$ , alkalisch-ammoncitratlöslich: Methode Petermann

$P_2O_5$ , in 2% Zitronensäure löslich

$P_2O_5$ , in 2% Ameisensäure löslich

$P_2O_5$ , in 2% Zitronensäure und alkalisch-ammoncitratlöslich (Methode Petermann)

$P_2O_5$ , ausschließlich Mineralsäurelöslich: rechnerisch

Kalium ( $K_2O$ )

$K_2O$ , wasserlöslich (ICP-OES)

$K_2O$ , gesamt (ICP-OES)

Kalium (gravimetrisch)

Magnesium ( $MgO$ )

$MgO$ , wasserlöslich

$MgO$ , gesamt

Schwefel (S)

Schwefel, wasserlöslich

Schwefel, gesamt

Schwefel, gesamt: Dumas-Verfahren, Elementaranalyse

Schwefel als Schwefeltrioxid: rechnerisch

Natrium (Na)

Natrium, wasserlöslich

Natrium, gesamt

Kalke

Calcium ( $\text{CaCO}_3$ )/Magnesium ( $\text{MgCO}_3$ ) komplexometrisch

Calcium (CaO): ICP-OES

Carbonate (an  $\text{CO}_2$  gebundenes CaO) nach SCHEIBLER-Methode

Reaktivität

Basisch wirksame Stoffe (CaO)

Zuschlag für Berechnung Neutralisationswert

Spurenelemente

Wässriger Auszug

Königswasseraufschluss

ICP-OES: Bor, Kobalt, Kupfer, Eisen, Mangan, Molybdän, Natrium, Zink

Selen (Hydrid-AAS)

Schwermetalle (Königswasseraufschluss)

ICP-OES: Chrom, Nickel, Blei

Arsen (Hydrid-AAS)

Cadmium (GF-AAS)

Chrom(VI): qualitativ

Chrom(VI): photometrisch

Quecksilber (Kaldampftechnik)

Sonstige Parameter:

Chlorid (gravimetrisch)

Mikrowellenaufschluss

Trockensubstanz (Trockenschrank)

Organische Trockensubstanz, oTS (Glühverlust)

pH-Wert ( $\text{CaCl}_2$ )

Dichtebestimmung

Siebdurchgänge zwischen 0,032 und 10 mm, je Fraktion

### **Wirtschaftsdünger**

pH-Wert

Sammelanalyse von Wirtschaftsdüngern (Trockensubstanz, organische Substanz, Stickstoff; aus Königswasseraufschluss: Phosphor, Kalium)

Pflanzenverfügbare Stickstoff ( $\text{NH}_4\text{-N}$ ,  $\text{NO}_3\text{-N}$  aus dem  $\text{CaCl}_2$ -Extrakt)

ICP-OES (aus Königswasseraufschluss)

- Makronährstoffe, je Element: Calcium, Schwefel, Magnesium, Natrium

- Mikronährstoffe, je Element: Kupfer, Eisen, Mangan, Zink

- Schwermetalle, je Element: Chrom, Nickel, Blei

Cadmium (GF-AAS)

Quecksilber (Kaldampftechnik)

### **C Untersuchung von Wasserproben**

#### **Sickerwässer**

Nitrat in Wässern (Photometrie)

Phosphor, Schwefel (ICP-OES)

### **D Untersuchung organischer Kontaminanten, Wert- und Inhaltsstoffe**

Inhaltsstoffe mittels Gaschromatographie (GC), z.B.

- ätherisches Öl von Pfefferminze und Zitronenmelisse

- ätherisches Öl von *Artemisia scoparia*

- Bornylacetat in Extrakten von *Valeriana officinalis*

- Nitratgehalt von Heil- und Gewürzpflanzen (GC)

Ätherisches Öl mit Wasserdampfdestillation, z.B.

- Ätherisch-Öl-Gehalt von *Artemisia*

- Ätherisch-Öl-Gehalt von Baldrian

- Ätherisch-Öl-Gehalt von Pfefferminze

Extrakt Heilpflanzen, z.B.

- Heißwasser-Extraktgehalt von *Leonurus*

- Kaltwasserextraktgehalt von *Astragalus*

- Heiß-Ethanol-Extrakt von *Bupleurum*

Untersuchungen mittels HPLC, z.B.

- Nivalenol und Deoxynivalenol

- Zearalenon

- Atrazin

- Neonikotinoide

- Astragaloside

- Saikosaponine

- Valerensäuren

- Chlorogensäuren

Untersuchungen mittels ELISA, z.B.

- Deoxynivalenol in Getreide

- T-2 Toxin in Getreide

- Fumonisin in Getreide

- Cortisol in Wasser

### **E Molekular- und mikrobiologische Untersuchungen**

Salmonellen

- Salmonellennachweis (qualitativ)

- Salmonellenbestimmung (quantitativ)

Methanogene Archaeen, DNA-Ebene

- Quantitativ (qPCR)

- Qualitativ (Populationszusammensetzung)

Bakterien gesamt, DNA-Ebene

- Quantitativ (qPCR)

- Qualitativ (Populationszusammensetzung)



Methanogene Archaeen, mRNA-Ebene

- Quantitativ (qPCR)
- Qualitativ (Populationszusammensetzung)

Bakterien gesamt, rRNA-Ebene

- Quantitativ (qPCR)
- Qualitativ (Populationszusammensetzung)

## **F Untersuchungen zur Rohstoffqualität pflanzlicher Produkte Bioenergie**

### **Allgemeine Untersuchungen Rohstoffqualität/Bioenergie**

Probenvorbereitung (z.B. Trocknung, Vermahlung, Verpackung, Rückstellung, Lagerung)

Reinheit, Bruchkorn, Fremdbesatz

Reinigung von Getreide und Ölfrüchten

Tausendkornmasse (TKM), Tausendkorngewicht (TKG)

Sortierung (Korngrößenverteilung)

Hektolitergewicht (HLG)

Trockensubstanz (TS), Feuchte

Vortrocknung

Asche

Rohprotein (RP), Eiweiß mittels NIRS / NIT

Rohprotein (RP), Eiweiß nach Kjeldahl

Fett nach Soxhlet (gem. VDLUFA)

Fett, Mehrfachextraktion (Hexan oder Petrolether)

Fett mittels NMR

Stärke (gesamt), amtliche Methode, polarimetrisch

Stärke (Amylopektin)

Stärke (Amylose)

Zucker (reduzierende Zucker) mittels Titration

Stickstoff (gesamt) nach DUMAS

Schwefel (gesamt) nach DUMAS

Kohlenstoff (gesamt) nach DUMAS

Chlorid

Nitrat

pH-Wert

### **Spezielle Untersuchungen Backqualität**

Asche (Getreide, Mehl, nach ICC)

Trockensubstanz (Getreide, Mehl, TS nach ICC in Platinschalen)

Mahldaten

Mehlausbeute

Roggenbackversuch

Amylographie (Verkleisterung)

Extensogramm (Teigrheologie)

Farinographie (Teigrheologie)

Fallzahlbestimmung

Wasseraufnahme (Teigrheologie)

Sedimentation nach Zeleny

Kornhärtebestimmung mittels NIRS (Nah-Infrarot-Spektroskopie)

Feuchtkleber (Klebereiweiß)

Glutenindex

Backversuch (Rapid-Mix-Test, RMT)

Kleinbackversuch

### **Spezielle Untersuchungen Brauqualität**

Bonitierung Gerste

Extrakt-Schätzung mittels NIT (Messung von Gerste)

Keimfähigkeit (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Methode)

Keimenergie 3+5 Tage (Zählung der Keimproben)

Bonitierung Malz

Alpha-Amylase

Beta-Amylase

Freier Aminostickstoff (FAN)

Löslicher Stickstoff

Beta-Glucan

Diastatische Kraft

Mürbigkeit des ganzen Korns (Brabendermessung)

Mürbigkeit, Ganzglasigkeit (Friabilimeter)

Ganzglasigkeit (Friabilimeter)

Untersuchungspakete:

Mälzung (Friabilimeter, Extrakt, pH-Wert, Farbe, Viskosität, lösl. Stickstoff, iso65°C)

Mälzung (Friabilimeter, Extrakt, pH-Wert, Farbe, Viskosität, lösl. Stickstoff, VZ 45, EVG, Kongressmaische)

Alpha-Amylase, diastatische Kraft, löslicher Stickstoff, Aminostickstoff

Vorselektion (TS, Rohprotein)

### **Untersuchungen von Gärsubstraten und Gärresten (Bioenergie)**

oTS (organische Trockensubstanz)

ADF (Saure-Detergenzien-Faser)

ADL (Lignin)

NDF (Neutral-Detergenzien-Faser)

NfE (Stickstofffreie Extraktstoffe)

Ammonium (Fermenterinhalt, Gärrest)

Carbonsäuren Titration nach Destillation (Essigsäureäquivalent)

Rohfaser (RF)

ELOS (Enzymlösliche Organische Substanz)

NIT (unterschiedliche Parameter je nach Matrix und Pflanzenart)

FOS/TAC, Freie Carbonsäuren/Puffervermögen

Restgasmessungen, Restmethanemissionen

Carbonsäuren (Essig-, Propion-, Butter-, Valerian-, iso-Butter- und iso-Valeriansäure; Gaschromatographie)

Untersuchungspakete:

Energiegräser mittels NIRS (Parameter auf Anfrage)

Silomais-Schätzung mittels NIRS (Parameter auf Anfrage)

Mineralstoffe in Energiepflanzen: Kalium, Magnesium, Calcium, Phosphor (Natrium auf Anfrage)

**G Futtermitteluntersuchungen****Rohnähr- und Inhaltsstoffe**

TS-Bestimmung

Rohasche

Rohprotein (Dumas - Verfahren)

Rohfaser

Rohfett

Rohfett mit Salzsäurehydrolyse

aNDF<sub>om</sub> (neutrale Detergenzfaser)

ADF<sub>om</sub> (saure Detergenzfaser)

ADL (Rohlignin)

Gesamtzucker

Stärke

Hohenheimer-Futterwert-Test (HFT)

Enzymlösliche-Organische-Substanz (ELOS)

Nitrat

Weender-Analyse mittels NIRS-Verfahren (soweit produktspezifisch möglich)

**Gäranalytik**

Gärsäuren (Milch-, Essig-, Propion- und Buttersäure; Ionenchromatographie)

Ammoniak

pH-Wert

Anthronzucker

Alkohol

Pufferkapazität

Säurebindungsvermögen

Siliermittelnachprüfung

Propandiol

**Mineralstoffe**

Mineralstoffe mittels Atom-Absorptions-Spektrometrie (AAS)

- Natrium, Kalium, Magnesium, Calcium, Kupfer, Zink

- Mangan, Eisen

- Phosphor (Photometrie)

Mineralstoffe mittels Röntgenfluoreszenz-Analytik (RFA)

- Natrium, Kalium, Magnesium, Calcium, Phosphor, Kupfer, Zink

- Mangan, Eisen, Chlor, Schwefel

**Aminosäuren**

Mischfutter:

- Lysin

- Lysin, Methionin, Threonin, Tryptophan

- Lysin, Methionin, Cystin, Threonin, Tryptophan

- Proteingebundene Aminosäuren (Aminosäurengesamtanalyse)

Mineralfutter (Lysin, Methionin, Threonin, Tryptophan)

Mineralfutter mit MHA Zusatz (Lysin, Methionin-Hydroxy-Analogen, Threonin, Tryptophan)

Methionin-Hydroxy-Analogen (MHA, Einzeluntersuchung)

AminoNIR-Bestimmung (für ausgewählte Futtermittel: Trockenmasse, Rohprotein, Lysin, Methionin, Threonin, Tryptophan, Leucin, Valin)

#### **Fettsäurenmuster**

Spektrum aus 42 Fettsäuren einschließlich  $\Omega$  3,6, cis-, trans- und konjugierter Fettsäuren

#### **H Untersuchungen von Fleisch/tierischen Produkten**

IMF (Intramuskuläres Fett: NIRS-Verfahren)

Tropfsaftverlust

IMF (Intramuskuläres Fett: Gesamtfett nach HCl-Aufschluss)

Zartheit

Fleisch-/Fettfarbe

Lagerverlust

Grillverlust

Proteingehalt

Wasser, Asche kombiniert

#### **I Ringversuche**

LÜRVA Klärschlamm (Länderübergreifender Ringversuch nach Fachmodul Abfall, FMA)

Ringversuch für FMA 1.2, 1.3, 1.4

DSN (Düngesystem Stickstoff): LKP-Ringversuch für DSN

Standardboden: LKP-Ringversuch für Standardboden

#### **J Notifizierung im Rahmen der AbfklärV und BioAbfV**

Grundgebühr für Notifizierung nach Fachmodul Abfall (FMA) / Änderungsnotifizierung / Überprüfung / Nachkontrolle

Überprüfung einer vorhandenen Akkreditierung durch LfL bis zu 6 Untersuchungsbereiche nach FMA

Überprüfung einer vorhandenen Akkreditierung durch LfL mehr als 6 Untersuchungsbereiche nach FMA

Bestimmung als Probenehmer für Bodenproben (je nach Qualifikation)

Verlängerung der Notifizierung als Probenehmer für Bodenproben

Laborprüfung

## 2 Daueraufgaben und Projekte

### 2.1 Analysenüberblick

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen liefert mit ihren Analysenwerten eine umfangreiche Datenbasis für alle Interessenbereiche der bayerischen Landwirtschaft. Als zentraler Analytik-Dienstleister fungiert AQU mit diesem Zahlenmaterial aus den Gebieten Boden, Dünger, Pflanze und Tier als wesentliche Schnittstelle innerhalb der LfL.

Mit insgesamt 126.998 Proben und 832.879 Analysenwerten (Tabellen 2 und 3) wurde auch im Jahr 2014 die Analyseleistung von AQU stark nachgefragt.



Abb. 7: Typische Probenmaterialien im analytischen Labor im vermahlenden und unvermahlenden Zustand

Die Anzahl der bei AQU analysierten Proben (Abbildung 7) war im Vergleich zum Jahr 2013 etwa auf gleichem Niveau, wo 129.123 Proben untersucht wurden. Zusätzlich zu den in Tabelle 1 aufgeführten Proben wurden im Aufgabenbereich AQU1c (Mikro- und Molekularbiologie) ca. 500 Proben im Rahmen von Forschungsprojekten zur Biogasprozessoptimierung untersucht.

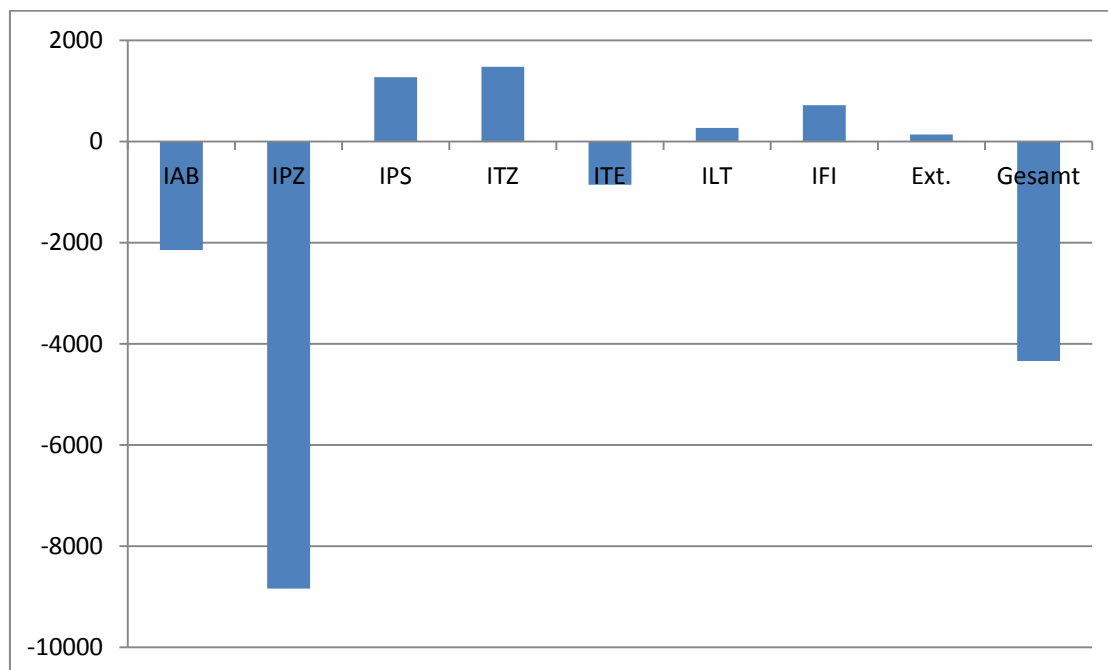


Abb. 8: Veränderungen der Probenzahlen bei AQU im Jahr 2014 im Vergleich zum Vorjahr und in Bezug auf die Herkunft innerhalb der LfL (Abkürzungen s. 4.2.5)

Tab. 2: Probenzahlen mit Zuordnung von AQU-Proben im Berichtsjahr 2014

Probenart: Untersuchungsart Probenmatrix	Probenherkunft LfL-interne Proben aus .....			Proben ex- terner Auf- traggeber	gesamt
	Hoheits- heits- vollzug	Dauerauf- gaben	Drittmittel- projekten		
Anorganische Untersuchungen – Düngemittel, Böden, Getreide	525	11.436	509	1.118	13.588
Organische Untersuchungen – Böden, Heilpflanzen, Getreide, Kartoffeln	332	3.227	-	-	3.559
Untersuchungen pflanzlicher Rohstoffe und von Bioenergie- Proben	-	37.811	25.801	5.573	69.185
Untersuchung der Futtermittel- qualität	-	30.917	1.337	102	32.356
Untersuchungen der Qualität tie- rischer Erzeugnisse	7.542	196	564	8	8.310
<b>gesamt</b>	<b>8.399</b>	<b>83.391</b>	<b>28.211</b>	<b>6.801</b>	<b>126.998</b>

Tab. 3: Analysenzahlen mit Zuordnung von AQU-Proben im Berichtsjahr 2014

Analysenwerte: Probenmatrix	Probenherkunft LfL-interne Proben aus .....			Proben ex- terner Auf- traggeber	gesamt
	Hoheits- heits- vollzug	Dauerauf- gaben	Drittmittel- projekten		
Anorganische Untersuchungen – Düngemittel, Böden, Getreide	4.075	26.946	5.176	2.683	38.880
Organische Untersuchungen – Böden, Heilpflanzen, Getreide, Kartoffeln	862	5.909	-	-	5.626
Untersuchungen pflanzlicher Rohstoffe und von Bioenergie- Proben	-	272.239	107.848	52.107	432.194
Untersuchung der Futtermittel- qualität	-	320.020	19.556	1.467	341.043
Untersuchungen der Qualität tie- rischer Erzeugnisse	11.889	991	1.089	22	13.991
<b>gesamt</b>	<b>16.826</b>	<b>626.105</b>	<b>133.669</b>	<b>56.279</b>	<b>832.879</b>

Die größten Auftraggeber unter den LfL-Instituten waren IPZ mit 50.994 Proben (2013: 77.798 Proben), gefolgt von IAB mit 20.373 Proben (2013: 25.873 Proben), ITZ mit 7.592 Proben (2013: 6.115 Proben), ILT mit 4.728 Proben (2013: 4.460 Proben) und ITE mit 3.858 Proben (2013: 4.712 Proben). Gemäß ihren Aufgaben und Versuchsanstellungen waren die Institute der LfL an unterschiedlichen Analysengruppen interessiert. Das Spektrum reichte von NIRS-Untersuchungen, die mit vergleichsweise geringem Aufwand durchgeführt werden können bis hin zu aufwändigen Verfahren im Bereich der instrumentellen bzw. nasschemischen Analytik. (Abkürzungen s. 4.2.5).

Innerhalb der LfL-Institute waren Verschiebungen bei der Inanspruchnahme der Analytik von AQU zu beobachten (Abbildung 8).

Der Anteil externer Proben (Abbildung 9) lag im Jahr 2014 mit 7.273 Proben bei 5 % (Vorjahr 6.550 Proben, 5 %). Die Anzahl der Proben aus dem Vollzug der Düngemittelverkehrskontrolle und anderer Vollzugsaufgaben betrug 7 % (8.399 Proben). In den Bereich Daueraufgaben und Drittmittelprojekte unter Federführung der Institute fielen 66 % bzw. 22 % der bei AQU untersuchten Proben.

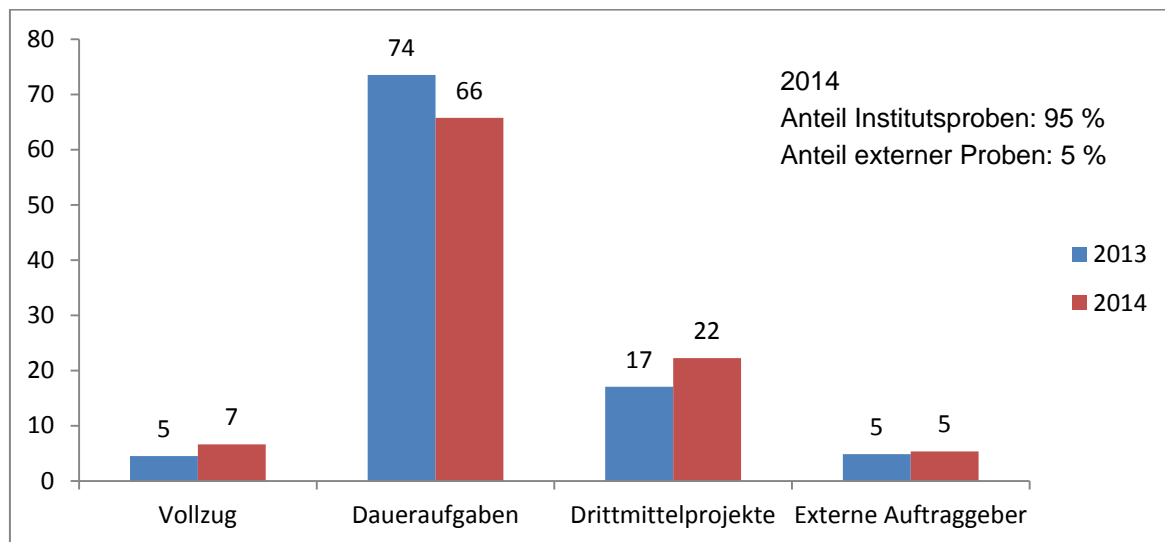


Abb. 9: Übersicht über die Herkunft der in AQU untersuchten Proben in den Jahren 2013 und 2014 (Prozentuale Verteilung: Vollzug, Daueraufgaben, Drittmittelprojekte, externe Proben)

## 2.2 Qualitätssicherung

Die Qualitätssicherung hat in der Abteilung für Qualitätssicherung und Untersuchungswesen einen hohen Stellenwert und betrifft die verschiedensten Tätigkeitsfelder der Abteilung.

Die Analytik wird stets durch geeignete Maßnahmen abgesichert, um für die anwendungsorientierte Forschung, die Beratungstätigkeiten und den Hoheitsvollzug in den Instituten der LfL belastbare Analysenwerte zur Verfügung stellen zu können. (Siehe 2.2.1)

Zu diesem Zweck hat die Abteilung ein Qualitätsmanagementsystem (QMS) eingeführt und die Labore von AQU sind für den größten Teil ihrer Verfahren nach der internationalen Norm DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiert. Neben den Laboren der zentralen Analytik sind auch Labore vom Institut für Pflanzenschutz (IPS), Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung (IPZ) sowie vom Lehr-, Versuchs- und Fachzentrum (LVFZ) für Milchanalytik in Triesdorf in das QMS und die Akkreditierung eingebunden und werden in dieser Hinsicht zentral von AQU betreut (Abbildung 10).

Darüber hinaus ist AQU als Dienstleister in unterschiedlicher Weise an der Qualitätssicherung diverser Institutionen und Privatlabore beteiligt. Dazu gehört die Durchführung von Ringversuchen, die Labore als Nachweis ihrer Kompetenz z.B. für Akkreditierungen, Notifizierungen oder andere Zulassungen benötigen. Neben dem länderübergreifenden Ringversuch LÜR-V-A Klärschlamm, den der Aufgabebereich AQU1a federführend durchführt, sind die Ringversuche für die Bereiche  $N_{\min}$  und Nährstoffe in Böden zu nennen, die AQU1a in Zusammenarbeit mit der Bayerischen Landesanstalt für Weinbau und Gartenbau (LWG) in Veitshöchheim anbietet sowie der von AQU2c durchgeführte Ringversuch für Labordienstleister im Umfeld von Biogasanlagen.

Im Auftrag des Landeskuratoriums für pflanzliche Erzeugung in Bayern e.V. (LKP), das für seine Mitglieder Bodenuntersuchungen auf landwirtschaftlichen Flächen in Bayern organisiert, betreibt AQU ebenfalls die Qualitätssicherung für die Analytik der externen Labore. Dies beinhaltet die Durchführung der o.g. Ringversuche, die Überprüfung und die Zulassung von Laboren, die sich an der LKP-Ausschreibung für die Labordienstleistung beteiligen möchten. (Siehe 2.3.5)

AQU obliegt auch die Zulassung von Laboren, die Untersuchungen im Rahmen des Kulturlandschaftsprogramms (KULAP) durchführen. Bei diesem vom Bayerischen Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten geförderten Programm geht es um die umweltschonende Flüssigmistausbringung und die Auflage für die Landwirte, mindestens einmal im Jahr die Gülle in einem von AQU zugelassenen Labor auf den Gesamt-Stickstoff- und den Ammonium-Stickstoff-Gehalt untersuchen zu lassen. Die Labore verpflichten sich, definierte Betriebsdaten des Gülleeinsenders zu erfassen und diese zusammen mit den Analyseergebnissen an das Institut für Agrarökologie (IAB) weiterzuleiten. (Siehe 2.3.3)

Sofern erforderlich werden von AQU als Qualitätssicherungsmaßnahme bzw. im Rahmen von Zulassungsverfahren auch Vor-Ort-Begutachtungen externer Labore durchgeführt.

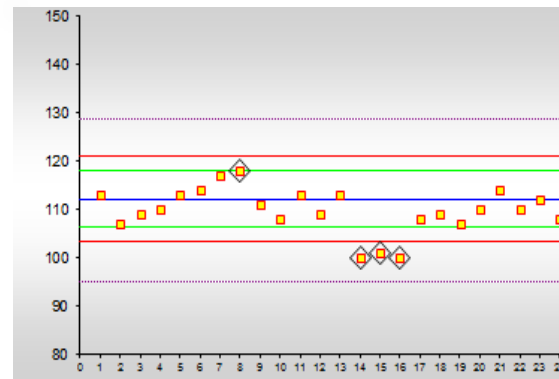


Abb. 10: Beispiel einer Qualitätsregelkarte mit Messpunkten einer Kontrollprobe



### 2.2.1 Teilnahme von AQU-Laboren an Ringversuchen zur Qualitätssicherung und Methodenentwicklung

Zur Validierung und Evaluierung der Analysenmethoden in AQU ist die regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen in den unterschiedlichsten Arbeitsbereichen notwendig.

Die Ringversuchsteilnahmen (Tabelle 4) zeigen das breite Analysenspektrum von AQU in unterschiedlichsten Probenmatrices und erstreckten sich auf die Bereiche Boden, Klärschlamm, Bioabfälle, Pflanzen, Biogassubstrate, Getreide und Futtermittel, in denen unterschiedlichste wertgebende und wertmindernde Inhaltstoffe wie Schwermetalle, Mykotoxine, Pflanzenschutzmittel, Mineralstoffe, Aminosäuren oder Eigenschaften wie Energiegehalt, Malz- und Backqualität untersucht wurden.

Tab. 4: Ringversuche mit Teilnahme von AQU-Laboren im Berichtsjahr 2014 (Abkürzungen s. 4.2.5)

Teilnehmer	Thema des Ringversuchs	Veranstalter	Datum
AQU1a	DSN 1: Bestimmung von N <sub>min</sub> in Bodenproben	LfL-AQU1	01/2014
AQU1a	DSN 2: Bestimmung von N <sub>min</sub> in Bodenproben	LfL-AQU1	03/2014
AQU1a	VDLUFA Fertilizer Ring Test- EU Q6/2014: "NP 12+52"	VDLUFA	04/2014
AQU1a	LÜRV-A Boden 2014	LTZ Augustenberg	05/2014
AQU1a	LÜRV-A Bioabfall 2014	BfUL, Nossen	05/2014
AQU1a	LÜRV-A Klärschlamm 2014	LfL-AQU1	06/2014
AQU1a	8. LfL-Biogas-Ringversuch	LfL-AQU2	08/2014
AQU1a	VDLUFA FG III Düngemittel: Vergleichsuntersuchung 1/2014 Untersuchung von Kalken nach EG-Methoden-VO(EG)Nr.463/2013	BfUL, Nossen	09/2014

AQU1b	DON und ZEA in Getreide	Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR, Großhansdorf (DLA)	01/2014
AQU1b	DON in Weizen	The Food and Environment Research Agency, UK (FAPAS)	01/2014
AQU1b	DON in Mais	FAPAS	04/2014
AQU1b	DON in Frühstückszerealien	FAPAS	06/2014
AQU1b	DON in Tierfutter	FAPAS	11/2014

Teilnehmer	Thema des Ringversuchs	Veranstalter	Datum
AQU2a	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	Detmolder Institut für Getreide- und Fettanalytik GmbH (DIGEFA)	02/2014
AQU2a	Analytik zur Bestimmung der Malzqualität	LGC Standards, UK	02/2014
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	Arbeitsgemeinschaft für Getreideforschung e.V. (AGF)	04/2014
AQU2a	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	04/2014
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	04/2014
AQU2a	Analytik zur Bestimmung der Gerstenqualität, Abgleich der neuen Standards	TU-München	06/2014
AQU2a	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	06/2014
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	06/2014
AQU2a	Analytik zur Bestimmung der Malzqualität, Neue Malz-Standards	TU-München	06/2014
AQU2a	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	08/2014
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	08/2014
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	10/2014
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	12/2014
AQU2a	Würze-Ringanalyse W2/2014	DOEMENS	12/2014

AQU2b	Messwertabgleich im NIRS Verbund, Raps	NIRS GmbH Kassel	07/2014
AQU2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	10/2014
AQU2b	Referenzmethoden Silomais	VDLUFA	10/2014
AQU2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	12/2014
AQU2c	LfL-Biogas-Ringversuch: <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Einsatzstoffe</li> <li>▪ Fermenterinhalt</li> <li>▪ Gärrest (Gasbildung)</li> </ul>	LfL	09/2014

Teilnehmer	Thema des Ringversuchs	Veranstalter	Datum
AQU3a	VDLUFA Futtermittel-Enquete 2014 Untersuchung Alleinfutter für Truthühner, Milchleistungsfutter (Ergänzungsfutter für Milchkühe), Mineralfutter für Ferkel; Untersuchung auf Inhalts- und Zusatzstoffe	VDLUFA, Fachgruppe VI; Durchführung: Staatliche Betriebsgesellschaft für Umwelt und Landwirtschaft, BfUL Sachsen, Nossen und Landesbetrieb Hessisches Landeslabor LHL Kassel	01/2014
AQU3a	IAG Ringtest 2014 for Feedingstuffs Lucernemeal Pellets, Mixed Feed	Österreichische Agentur für Gesundheit und Ernährungssicherheit GmbH (AGES)	03/2014
AQU3a	Qualitätssicherung Grünmais, Untersuchung von drei Grünmaisproben	LUFA Rostock	03/2014
AQU3a	20. Futtermittelringanalyse 2014 (Sachsen/Thüringen) Untersuchung einer Totalmischung für Jungrinder auf Inhaltsstoffe	BfUL Nossen, LHL Kassel	08/2014
AQU3a	VDLUFA Futtermittel-Enquete 2014 (RFA) Untersuchung von Mischfuttermittel und Heu auf Mengen- und Spurenelemente	BfUL Nossen, LHL Kassel	05/2014
AQU3a	VDLUFA Futtermittel-Enquete 2014 - RFA Bestimmung von Elementen und Spurennährstoffen in Pflanzen mit RFA: Fichtennadeln, Kiefernadeln, Weidegras, Wintergerste, Zuckerrübenblatt, Kartoffelblatt	LUFA Rostock, Fachgruppe VI; Projektgruppe RFA	09/2014
AQU3a	NIRS-Silomaisnetzwerk Ringversuch Silomais 2014 Untersuchung von 6 Proben Silomais	VDLUFA Qualitätssicherung NIRS GmbH, Kassel	11/2014

## 2.2.2 Qualitätsmanagement und Akkreditierung

Ziel der Akkreditierung ist es, Analysenergebnisse zuverlässig und vergleichbar zu machen sowie das Vertrauen in die Qualität der Ergebnisse und Dienstleistungen zu erhöhen - damit stellt die Akkreditierung einen unverzichtbaren Bestandteil in der Qualitätssicherung dar.

Die DIN EN ISO/IEC 17011 definiert Akkreditierung als „Bestätigung durch eine dritte Seite, die formal darlegt, dass eine Konformitätsbewertungsstelle die Kompetenz besitzt, bestimmte Konformitätsbewertungsaufgaben durchzuführen“.

In die Praxis umgesetzt, bedeutet dies, dass die Labore von der nationalen Akkreditierungsstelle Deutschlands, der Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH (DAkKS), begutachtet und überwacht werden (Abbildung 11). Der Akkreditierungsprozess gliedert sich in vier Phasen (Abb. 12). Fällt das Ergebnis positiv aus, bestätigt die DAkKS per Akkreditierungsbescheid, dass die Untersuchungen fachlich kompetent, den normativen Anforderungen entsprechend und auf international vergleichbarem Niveau durchgeführt werden.



Abb. 11: Logo der Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH mit der Nummer der Akkreditierungsurkunde



Abb. 12: Phasen des Akkreditierungsprozesses im Labor gemäß DIN EN ISO/IEC 17025 (Quelle: DAkKS)

Die Akkreditierung ist in der Regel fünf Jahre gültig. In dieser Zeit finden zwei bis drei Überwachungen durch die DAkKS statt. Nach Ablauf der Gültigkeit muss eine Reakkreditierung erfolgen und der Prozess beginnt erneut mit der Antragsphase.

Derzeit sind neun LfL-Labore auf der Basis des zentralen Qualitätsmanagementsystems (QMS) nach der DIN EN ISO/IEC 17025 von der DAkKS akkreditiert. In der zentralen Analytik handelt es sich dabei um die Düngemittelanalytik (AQU1a), die Mykotoxinanalytik (AQU1b), die

Brauqualität (AQU2a) und Futtermittelqualität (AQU3a). Im Institut für Pflanzenschutz (IPS) sind Verfahren der Bakteriologie (IP 2b), der Virologie (IPS2c) und der Nematologie (IPS2d) akkreditiert und im Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung (IPZ) die Virustestung an Pflanzkartoffeln (IPZ3a). Darüber hinaus wurde im letzten Jahr auch das bereits akkreditierte Labor des Lehr-, Versuchs- und Fachzentrums (LVFZ) für Milchanalytik in Triesdorf in das Qualitätsmanagementsystem integriert.

Die Labore wurden zuletzt im April 2014 reakkreditiert und befinden sich nun in der Überwachungsphase. Die nächste Begutachtung durch die DAkkS steht im September 2015 an und umfasst neben der regulären Überwachung auch die Erweiterung der Akkreditierung um die Verfahren der Backqualität.

Die Qualitätsmanagementbeauftragte von AQU koordiniert alle Tätigkeiten im Zusammenhang mit dem QMS und ist Ansprechpartnerin für alle beteiligten Mitarbeiter. Sie ist zuständig für die Kommunikation mit der Akkreditierungsstelle und koordiniert auch die Begutachtungen durch die DAkkS. Außerdem obliegt ihr der Aufbau, die Überprüfung und die Aktualisierung des Qualitätsmanagementhandbuchs.

Ihre weiteren Aufgaben in Bezug auf die Standorte Freising und Grub sind

- die Sicherstellung der Einhaltung der ISO 17025,
- die Überwachung der Umsetzung und Weiterentwicklung des QM-Systems,
- Aufbau, Erhalt, Unterstützung, laufende Überprüfung und Weiterentwicklung eines effektiven und umfassenden QMS in Zusammenarbeit mit den Aufgabenbereichs- bzw. den Arbeitsgruppenleitern,
- die Mitarbeit bei der Umsetzung der Qualitätspolitik auf allen Ebenen,
- die Mitarbeit bei der Ableitung von Qualitätszielen,
- das Aufdecken von Problemen im Qualitätsmanagement und Mitarbeit bei deren Lösung,
- die Erstellung, Auswertung, Pflege, Lenkung, Archivierung aller benötigter interner und externer Qualitätsmanagement-Dokumente,
- die Federführung bei der Planung und Koordinierung der internen Audits,
- die Berichterstattung zum QMS an die oberste Leitung,
- die Vorbereitung und Mitwirkung an der jährlichen Management-Bewertung,
- die Organisation, Vorbereitung und Durchführung von QM-Schulungen.

Darüber hinaus ist die Qualitätsmanagementbeauftragte zuständig für die Administration der Dokumentenlenkungssoftware roXtra und ist damit Ansprechpartnerin für die nach ISO 17025 akkreditierten Labore sowie für weitere Nutzer.

Projektleitung: M. Berndt  
Projektbearbeitung: M. Berndt  
Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.2.3 Kundenbefragung der zentralen Analytik

#### Einleitung

Als Dienstleister steht die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) den Instituten der LfL bei unterschiedlichsten analytischen Fragestellungen zur Seite. Die Labore der Abteilung in Freising und Grub beschäftigen sich dabei mit einem weiten Analysenspektrum: Futtermittel, Düngemittel und Böden werden genauso untersucht wie die Backqualität von Getreide, die Braugerstenqualität oder die Qualität von Fleisch bzw. pflanzlichen Rohstoffen. In diesen Materialien werden beispielsweise Inhaltsstoffe, Mineralstoffe, Kontaminationen, Wirkstoffe von Heilpflanzen oder der Energiegehalt bestimmt. In der zentralen Analytik werden jährlich über 100.000 Proben mit etwa 1 Million Einzelparametern analysiert. Das Bestreben ist dabei stets, den Anforderungen der LfL-Auftraggeber gerecht zu werden. Wesentliche Teile der Analysenlabore in Grub und Freising sind nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiert: Hier sehen die Vorgaben der DAkkS (Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH) auch regelmäßige Kundenbefragungen vor.

Abb. 13: Ausschnitt aus dem Fragenkatalog zur Kundenzufriedenheit.

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen hat das zum Anlass genommen, einen spezifischen Kundenbefragungsbogen (Abbildung 13) zu entwerfen und hat damit ihre Auftraggeber aufgefordert, Angaben zu unterschiedlichsten qualitätsrelevanten Fragen zu machen. Die Zielsetzung war, das Leistungsspektrum und die Dienstleistung von AQU zu optimieren und ggf. anzupassen.

Von der Qualitätsmanagementbeauftragten, Frau Marion Berndt, wurden im Januar 279 Auftraggeber bzw. Kunden kontaktiert, wovon 64 die ausgefüllten Fragebögen zurücksendeten. Die Rücklaufquote lag damit bei bemerkenswerten 23 %. Die Rückmeldungen kamen von Instituten der LfL genauso wie auch von externen Ringversuchsteilnehmern aus ganz Deutschland. Bei letzteren handelt es sich vor allem um Labore, die zum Nachweis ihrer Analytikkompetenz an dem federführend von AQU1a durchgeführten länderübergreifenden Ringversuch (LÜRVA) im Bereich Klärschlamm teilgenommen haben.

Wie die nachfolgende Grafik (Abbildung 14) zeigt, spiegelt sich in den Rückmeldungen die vom früheren Abteilungsleiter Dr. Ellner eingeführte Organisationsstruktur von AQU wider: die Antworten verteilen sich nahezu gleichmäßig auf die Sachgebiete bzw. Aufgabenbereiche der Abteilung.

Um die gesamte Labordienstleistung abzudecken, umfasste der Fragebogen Themenbereiche von der Planung über die eigentliche Analytik bis hin zur Ergebnismitteilung und dem sonstigen Informationsbedarf der Auftraggeber.

Die Auswertung hat nicht in allen Fällen konkrete Ergebnisse erbracht, da vereinzelt nur ein Fragebogen für mehrere Untersuchungsbereiche ausgefüllt wurde und sich bei einigen Fragen Mehrfachnennungen ergaben. Insgesamt waren die Resultate aber sehr aufschlussreich und werden zur Verbesserung der Qualität der Labordienstleistung und der Analyseergebnisse genutzt.

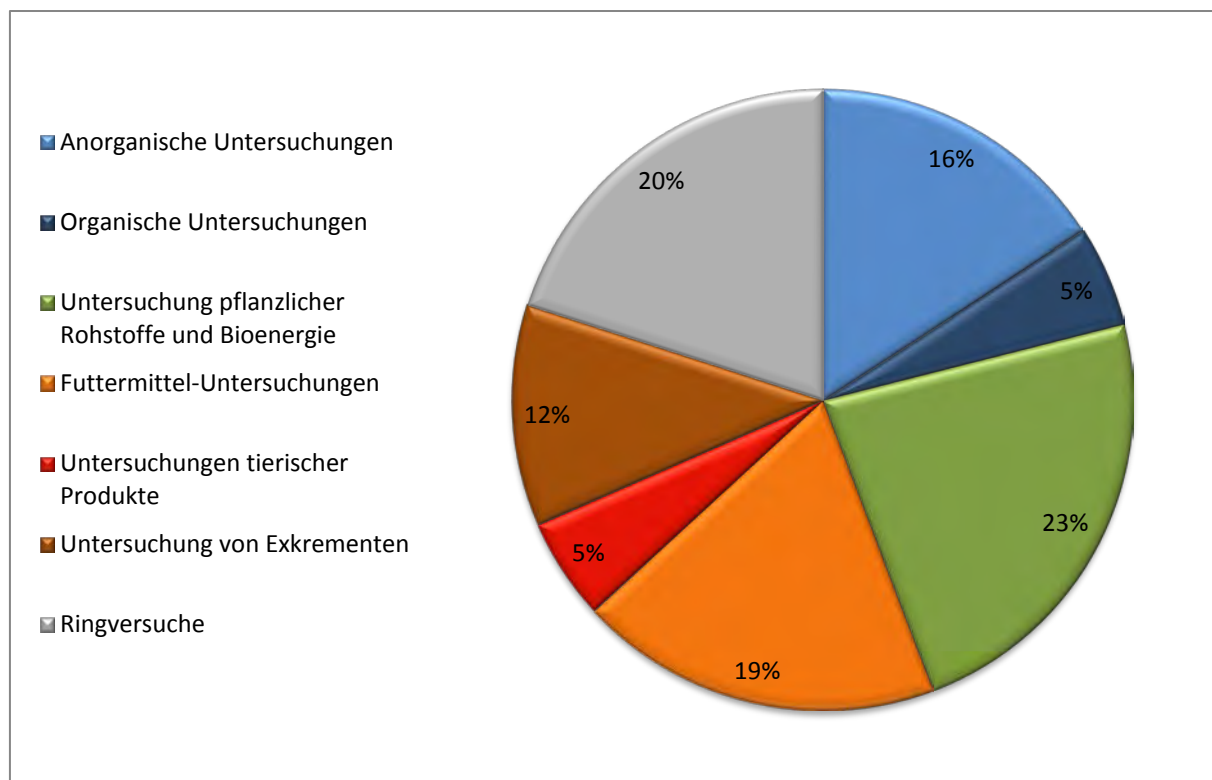


Abb. 14: Prozentuale Verteilung der Antworten auf die Untersuchungsbereiche von AQU

## Planung

Die Fragen zur Planung betrafen den Weg der Probenanlieferung, die Art/Herkunft der Proben, den Untersuchungsumfang und die fachliche Betreuung durch AQU während der Versuchsplanung.

Es hat sich gezeigt, dass die meisten Proben (41 %) über direkte Absprache oder über EDV-Systeme wie PIAF und webFuLab (32 %) angemeldet werden, ein nicht unerheblicher Teil (14 %) aber auch ohne Vorankündigung eintrifft (Mehrfachnennungen). Insbesondere seit der Einführung der online-Proben-Anmeldung über webFuLab am Standort in Grub hat sich dort der Anteil elektronischer Probenanmeldung und -erfassungen nochmals deutlich erhöht. Im Hinblick auf eine ressourcenorientierte Probenannahme und effiziente Analytik liegt es nahe, die Anzahl an unangemeldeten Proben bzw. ohne elektronische Anmeldung auch in Freising weiter zu reduzieren.

Den Rückmeldungen zufolge stammen 28 % der Proben aus Daueraufgaben, 37 % aus Projekten, 12 % aus dem Hoheitsvollzug und 9 % aus dem Bereich Ringversuche. Hier spiegelt die Verteilung nicht die Probenzahlen wider, da ein Großteil der in AQU analysierten Proben aus Daueraufgaben (2013: 74 %) herrührt. Unerwartet hoch war der Anteil von Rückmeldungen aus dem Hoheitsvollzug.

Hinsichtlich der Betreuung bzw. Information bei der Versuchsplanung sehen sich 73 % der Auftraggeber ausreichend versorgt. Trotz dieser erfreulich guten Einschätzung der Betreuung von Seiten der zentralen Analytik, wurde von AQU eine Aktualisierung des Leistungsverzeichnisses vorbereitet, um das Analysenspektrum adäquat wiederzugeben. Die Auftraggeber werden dadurch auch über neue, kostengünstige und leistungsfähige alternative Analysemethoden in der zentralen Analytik informiert: gegenwärtig wird beispielsweise eine Schnellmethode zur Fettanalytik auf Basis der Kernspinresonanzspektroskopie eingeführt.

### **Dienstleistung/Analytik**

Bei den Fragen zur Dienstleistung/Analytik ging es im Wesentlichen um die Analysenqualität, die Bearbeitungszeit und die Kommunikation während der Auftragsbearbeitung. Außerdem sollten die Kunden angeben, ob sie die Gebühren für angemessen halten, was allerdings nur für Proben aus Projekten und Ringversuchen zutrif.

Die Einschätzung der Analysenqualität und der Bearbeitungszeit war von besonderer Bedeutung für eine Abteilung, die sich auch mit Qualitätssicherung befasst. Der Großteil der Auftraggeber war mit der Analysenqualität zufrieden (72 %). Gleichwohl sahen 12 % der Auftraggeber die Analysenqualität als verbesserungsfähig. Durch aktuell neu beschaffte Analysengeräte – beispielsweise ein Elementaranalysengerät – werden hier die Zuverlässigkeit, die Nachweisgrenzen und die Präzision von Analysenwerten gesteigert. Darüber hinaus ist im Zuge der Reakkreditierung im Herbst dieses Jahres vorgesehen, auch im Bereich der Backqualität die Qualitätssicherungsmaßnahmen weiter voranzutreiben.

Mit der Bearbeitungszeit unzufrieden waren 16 % der Befragten. Als Ursache wurde hier ermittelt, dass es im abgelaufenen Jahr durch Krankheitsfälle und Gerätedefekte zu nicht mehr kompensierbaren Verzögerungen kam. Auch hier wurde bereits abteilungsintern reagiert: durch eine neue Vertretungsregelung werden sich die Bearbeitungszeiten zumindest mittelfristig in einem vertretbaren Rahmen halten lassen. Überdies wurden mit Auftraggebern Absprachen über die zeitliche Verteilung der Proben getroffen. Diese Maßnahmen werden unterstützt durch die Modernisierung einzelner Analysengeräte, beispielsweise für die Fettanalytik in pflanzlichen Materialproben, sowie die Modernisierung des Labor-Informations- und Management-Systems (LIMS). Die großen Datenmengen aus den Analysen, die im qualitätsgesicherten Labor mit den entsprechenden Rohdaten gespeichert werden müssen, können hier nur mit einem leistungsfähigen Datenmanagementsystem verwaltet werden, wie es ein modernes LIMS darstellt.

Die Analysegebühren waren für den Großteil der Auftraggeber nicht relevant (53 %). Dies ist dem Umstand geschuldet, dass Untersuchungen der zentralen Analytik im Rahmen von Daueraufgaben für die Auftraggeber kostenfrei sind. Bei den kostenpflichtigen Analysen erachten 28 % der Befragten die Analysegebühren für angemessen, 6 % nicht. Um die Transparenz zu erhöhen, wurde das Kosten- und Gebührenverzeichnis der Abteilung überarbeitet.

### **Ergebnismitteilung**

In Bezug auf die Ergebnismitteilung (Abbildung 15) war für AQU vor allem interessant, inwieweit die Ergebnisse für die Auftraggeber verständlich und ausreichend dargestellt werden und in welcher Form sie übermittelt werden sollten.

Bemerkenswert war, dass 20 % der Befragten zusätzlich zur Mess- bzw. Analysenwertmitteilung einen schriftlichen Prüfbericht bevorzugen. Eine Übermittlung der Ergebnisse in Form einer Excel-Datentabelle wünschen 42 %. Diese Informationen werden bei der Etablierung des neuen LIMS Berücksichtigung finden, das die Basis der Proben- und Datenverwaltung sein wird.



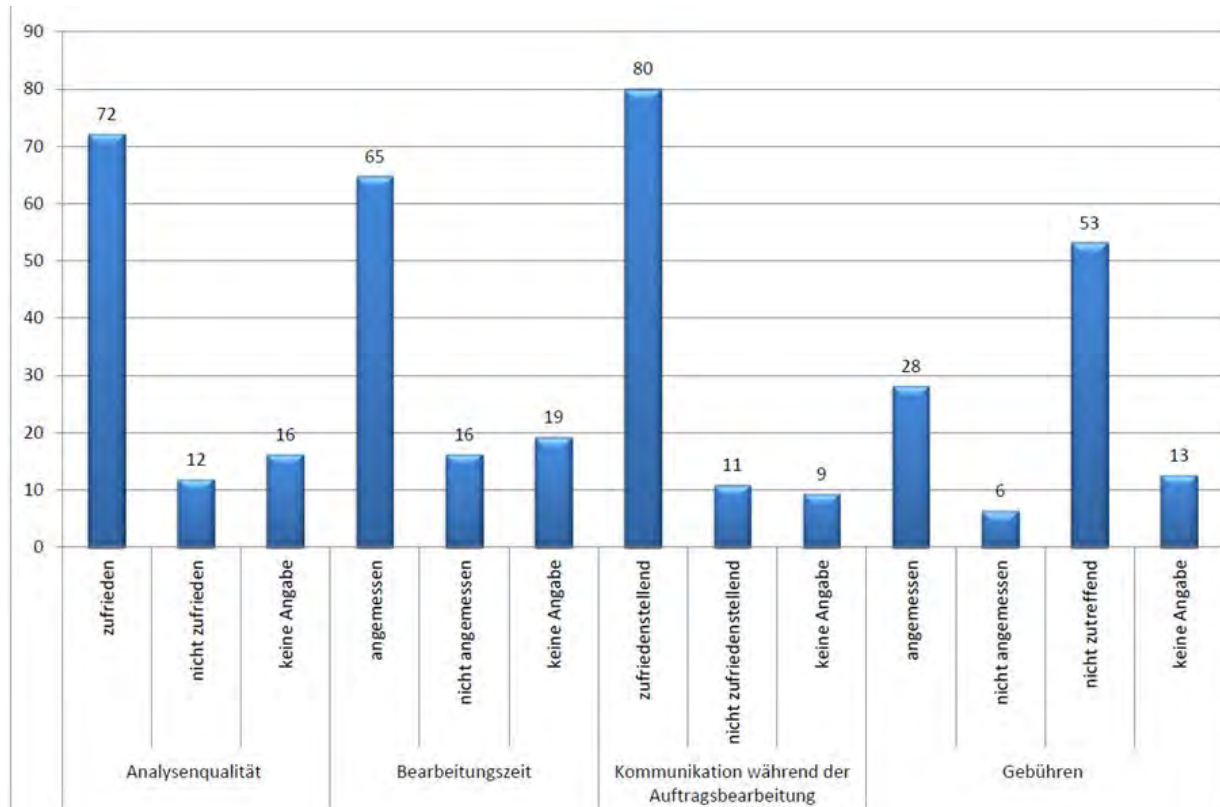


Abb. 15: Grafik: Kundenbefragungsergebnisse zum Thema Dienstleistung/Analytik (Angaben in Prozent).

## Fazit

Die Ergebnisse der Kundenbefragung waren aufschlussreich und in mancherlei Hinsicht auch für die Mitarbeiter der Abteilung überraschend. Verschiedene Erkenntnisse der Kundenbefragung wurden zum Anlass genommen, Veränderungen voranzutreiben. Kommentaren und Anmerkungen von Auftraggebern wurde nachgegangen und in persönlicher Rücksprache vieles geklärt. Die zentrale Analytik der LfL sieht sich mit den Laborstandorten in Freising und Grub gut positioniert: Die Kundenbefragung bestärkt die Implementierung der Akkreditierung und Qualitätssicherung im Laborbereich der LfL. Durch die Weiterentwicklung des LIMS und zusätzliche organisatorische Maßnahmen wird die Orientierung an den Anforderungen der Auftraggeber für die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen noch konsequenter möglich sein.

Projektleitung: M. Berndt  
 Projektbearbeitung: M. Berndt  
 Projektdauer: 2014

## 2.3 Notifizierung

In einschlägigen abfallrechtlichen Vorschriften ist festgelegt, dass bestimmte Untersuchungen nur von solchen Laboratorien durchgeführt werden dürfen, die von ihrer zuständigen Behörde dafür zugelassen (notifiziert) wurden. Gemäß der Abfallzuständigkeitsverordnung – (AbfZustV) ist in Bayern die LfL für die Notifizierung von Untersuchungsstellen nach § 3 Abs. 8 sowie § 4 Abs. 9 der Bioabfallverordnung (BioAbfV) - und nach § 3 Abs. 5 und 6 der Klärschlammverordnung (Abf-KlärV) zuständig. Die Leitung der Notifizierungsstelle wurde mit Wirkung zum 1. Juni 2013 der Qualitätsmanagementbeauftragten von AQU übertragen.



Geregelt ist die Notifizierung im sogenannten Fachmodul Abfall, das von der 51. UMK am 19./20.11.1998 zur Harmonisierung der Regelungen in den einzelnen Bundesländern beschlossen wurde.

### 2.3.1 Notifizierung von Untersuchungsstellen

Das Fachmodul konkretisiert die Anforderungen an die Qualität von Untersuchungsstellen sowie deren Nachweis. Im Einzelnen beinhaltet es

- Anforderungen an die Untersuchungsstelle, z.B.:
  - die Verpflichtung vorgeschriebene Probenahme- und Untersuchungsverfahren einzuhalten
  - bestimmte AQS-Maßnahmen durchzuführen
  - die Untersuchungen ordnungsgemäß, gewissenhaft, unparteiisch und mit eigenem Personal und eigenen Geräten in eigenen Räumen durchzuführen bzw. an notifizierte Unterauftragnehmer übertragene Untersuchungen bekanntzugeben
  - Probenrückstellmuster mindestens ein Jahr lang ordnungsgemäß aufzubewahren
- Anforderungen an die zuständigen Stellen:
  - personelle Ausstattung der Notifizierungsstelle
  - personelle und technische Kompetenz der Ringversuchsveranstalter
- Regelungen zum Notifizierungsverfahren:
  - Antragstellung und –unterlagen (Kompetenznachweis)
  - Notifizierungsbescheid
  - Wiederkehrende Qualitätssicherungsmaßnahmen
  - Länderübergreifende Zusammenarbeit

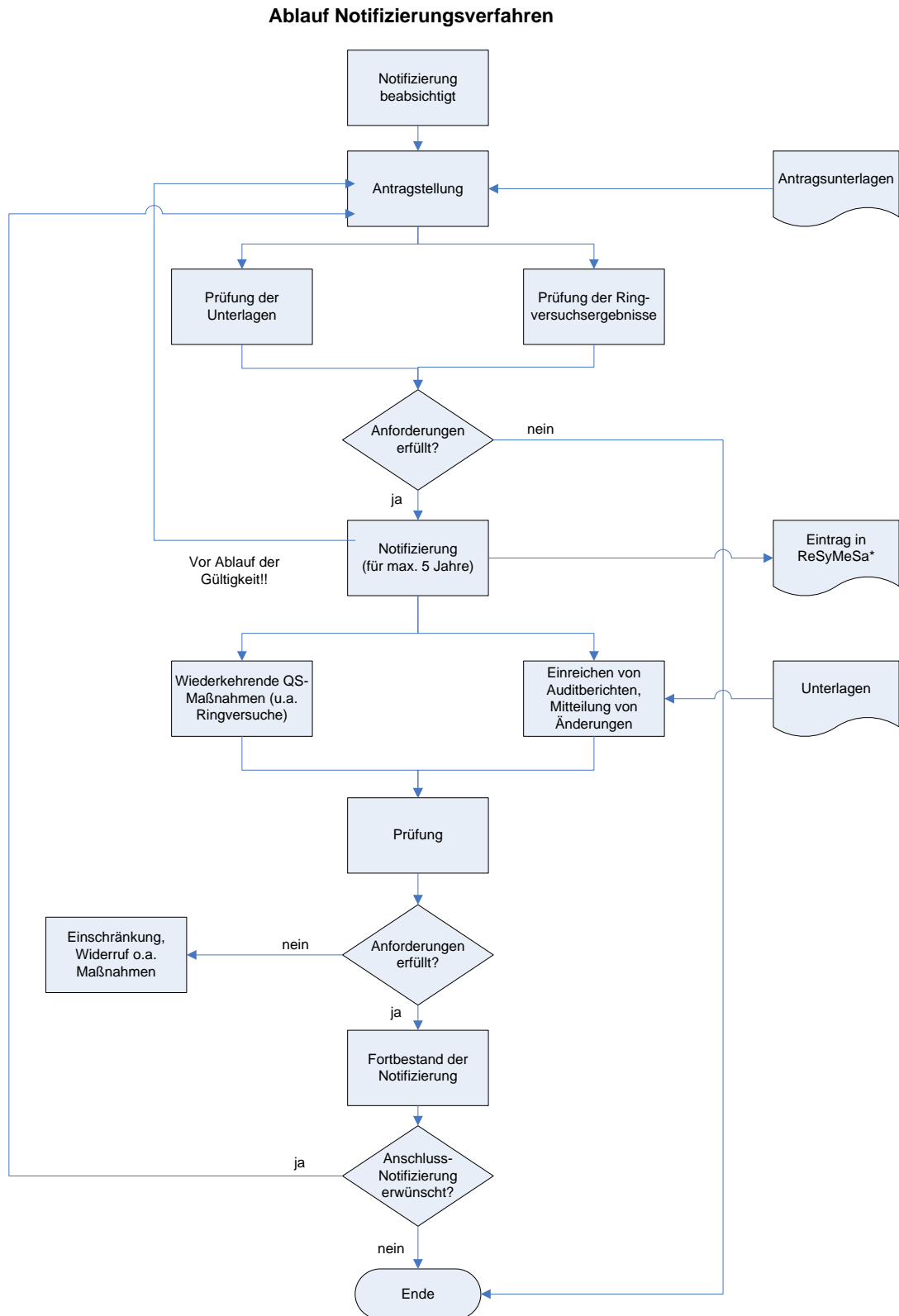


Abb. 16: Flussdiagramm für Maßnahmen bzw. die Durchführung der Notifizierung eines Labors gem. Fachmodul Abfall (\*ReSyMeSa: Recherchesystem Messstellen und Sachverständige)

Mit Firmensitz in Bayern waren 2014 insgesamt 24 Labore nach den Vorgaben des Fachmoduls Abfall von der Notifizierungsstelle mit Bescheid notifiziert (Tabelle 5, Stand vom 31.12.2014).

Tab. 5: Übersicht zu den Teilbereichen der notifizierten Labore mit Firmensitz in Bayern für 2014 und 2013

<b>Teilbereich nach Fachmodul Abfall (FMA)</b>	<b>Anzahl Labore 2014 (2013)</b>
1.1 Probenahme Klärschlamm	16 (16)
1.2 Schwermetalle im Klärschlamm	18 (20)
1.3 Adsorbierte organisch gebundene Halogene (AOX) im KS	19 (19)
1.4 Nährstoffe im Klärschlamm	17 (18)
1.5 PCB im Klärschlamm	5 (7)
1.6 Dioxine/Furane im Klärschlamm	2 (2)
2.1 Probenahme Boden	17 (17)
2.2 Schwermetalle im Boden	16 (16)
2.3 Nährstoffe im Boden	16 (16)
3.1 Probenahme Bioabfall	13 (14)
3.2 Schwermetalle im Bioabfall	13 (14)
3.3 Fremdstoffe, Steine, Salzgehalt im Bioabfall	13 (14)
3.4 Prozessprüfung Bioabfall– Ermittlung der Mindestverweilzeit, Seuchenhygiene, Phytohygiene	1 (1)
3.5 Prüfung der hygienisierten Bioabfälle - Seuchenhygiene - Phytohygiene	9 (9)

### 2.3.2 Notifizierung von Probenehmern

Neben der Notifizierung von Untersuchungsstellen regeln die Klärschlamm- und Bioabfallverordnung auch die Notifizierung der Probenehmer.

Zur Probenahme berechtigt sind alle Untersuchungsstellen, die im Rahmen eines Notifizierungsverfahrens von AQU ausdrücklich für den Untersuchungsbereich *2.1 Probenahme und Probenvorbereitung* des Fachmoduls zugelassen worden sind. Außerdem sind folgende Personen bzw. Stellen ohne weiteren Antrag im Sinne der Verordnungen zur Probenahme berechtigt (Abbildung 17):

- Probenahme von Klärschlamm:  
Betreiber von Abwasserbehandlungsanlagen; Durchführung gemäß Anhang 1 (Ziffer 1.1) AbfKlärV
- Probenahme von Boden  
Selbsthilfeorganisationen der bayerischen Landwirtschaft (z.B. LKP); Durchführung gemäß Anhang 1 (Ziffer 2.1) der AbfKlärV und Probenahmeverordnung der LfL



*Abb. 17: Die Klärschlammausbringung auf landwirtschaftlich genutzten Flächen unterliegt strengen Auflagen*

Personenkreise und Landwirte, die ein wirtschaftliches Eigeninteresse an der Klärschlamm-Aufbringung haben, sind zur Probenahme von Boden nicht berechtigt.

Die Notifizierung als Probenehmer muss ebenso wie die Notifizierung als Untersuchungsstelle bei AQU beantragt werden. Voraussetzung ist die fachliche Qualifikation, die zuverlässige Ausführung der Probenahmeverordnungen und die Vermeidung von Interessenskonflikten.

Die Antragsteller müssen eine Schulung zur Bodenprobenahme absolvieren und der Notifizierungsstelle eine Verpflichtungserklärung vorlegen. Damit verpflichtet sich der Probenehmer u.a. zur ordnungsgemäßen, gewissenhaften und unparteiischen Durchführung der Probenahme unter Einhaltung der Vorschriften sowie zur Protokollierung der Proben und Probenahmestellen.

Die Notifizierungsbescheide haben eine Gültigkeit von 5 Jahren und können auf Antrag um weitere fünf Jahre verlängert werden. Bei Vorliegen triftiger Gründe kann die Notifizierung widerrufen werden.

Zum Jahresende 2014 liefen 63 Notifizierungen aus, AQU hat die Verlängerung der Notifizierung als Bodenprobenehmer in diesen Fällen bearbeitet, 29 Probenehmer haben einen Antrag auf Verlängerung gestellt. Für 34 Probenehmer endete die Notifizierung wegen Beendigung des Arbeitsverhältnisses. Neuanträge zur Aufnahme in die Liste der zugelassenen Probenehmer wurden von 13 Personen gestellt.

Insgesamt haben in Bayern 363 Personen die Notifizierung als Bodenprobenehmer und damit die Berechtigung zur Entnahme von Bodenproben im Vollzug der Abfallklärschlammverordnung.

Projektleitung: M. Berndt  
 Projektbearbeitung: C. Petosic  
 Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.3.3 Fortschreibung der Liste mit zugelassenen „Gülle-Laboren“ für das Kulturlandschaftsprogramm (KULAP)

#### Zielsetzung

Seit 2003 fördert das Bayerische Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten im Rahmen des Kulturlandschaftsprogramms (KULAP) die umweltschonende Flüssigmistausbringung. Für die Landwirte besteht die Auflage, mindestens einmal im Jahr die Gülle in einem von der LfL anerkannten Labor untersuchen zu lassen (Abbildung 18) und das Ergebnis dem zuständigen Landwirtschaftsamt vorzulegen. Die Aufgabe von AQU besteht in der Kompetenzfeststellung und –überprüfung von Analysenlaboren.



Abb. 18: Gülleprobe für die Laboranalyse

#### Methode

Labore, die Gülleuntersuchungen durchführen möchten, müssen die Zulassung bei AQU beantragen. Als Kriterien für die Kompetenzfeststellung werden verschiedene relevante Analysenparameter geprüft. Zu untersuchende Pflichtparameter sind der Gesamtstickstoffgehalt und der Ammoniumstickstoffgehalt.

Da Gesamtstickstoff und Ammoniumstickstoff auch zu Pflichtparametern bei der Notifizierung nach Fachmodul Abfall „Nährstoffe im Klärschlamm (FMA 1.4)“ zählen, erfüllen alle für diesen Untersuchungsbereich notifizierten Labore auch die Voraussetzungen, um Gülleuntersuchungen durchführen zu dürfen, vorausgesetzt sie erklären sich zur Datenerhebung und –weiterleitung an die LfL bereit.

Dazu müssen die Labore neben den Analysenergebnissen folgende Betriebsdaten an die LfL (Institut für Agrarökologie, IAB) weiterleiten:

- Landwirtschaftliche Betriebsnummer
- Probenahme-Datum der Probe
- Art des flüssigen Wirtschaftsdüngers (Milchvieh, Mastbullen, Mastschweine, Zucht-sauen, Geflügel, Mischgülle, Biogasegärrest)
- Stickstoff/Phosphor-reduzierte Schweine- bzw. Geflügelfütterung (ja/nein)
- Einwilligungserklärung zur Datenweitergabe

#### Ergebnisse

Nach der Kompetenzfeststellung und der regelmäßigen Überprüfung, ob die Voraussetzungen weiterhin erfüllt werden, werden die für Gülleuntersuchungen zugelassenen Labore gelistet und auf den Internetseiten der LfL veröffentlicht.

Zum 31.12.2014 befanden sich 20 Labore auf der „Gülle-Liste“. Ihren Sitz in Bayern haben 11 Labore, 9 sind aus anderen Bundesländern.

Projektleitung: M. Berndt  
 Projektbearbeitung: C. Petosic  
 Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.3.4 Durchführung des Länderübergreifenden Ringversuchs Abfall (LÜRVA) als Grundlage für die Notifizierung von Laboren im Vollzug des Abfallrechts

#### Zielsetzung

Im Rahmen des „Länderübergreifenden Ringversuchs Abfall (LÜRVA)“, der im Vollzug der Abfallklärschlamm-Verordnung und der Bioabfall-Verordnung durchgeführt wird, ist AQU1a für die Fachmodul-Abfall-Parameter 1.2, 1.3 und 1.4 zuständig (Abbildung 19). Der Ringversuch wird jährlich durchgeführt.

Die Ergebnisse des Ringversuchs, an dem sich die notifizierten Labore innerhalb von 24 Monaten mindestens einmal mit Erfolg beteiligen müssen, werden den Notifizierungsstellen in den Bundesländern zur Verfügung gestellt.



Abb. 19: Salmonellenachweis (Seuchenhygiene, FMA 3.5 a)

Tab. 6: Zuständigkeit der Bundesländer für Ringversuchsparameter im LÜRVA-2014

Bundesland	Parameterbezeichnung nach Fachmodul Abfall (FMA)	Beschreibung des Parameters
Bayern	FMA 1.2	Schwermetalle im Klärschlamm
Sachsen	FMA 1.3	AOX im Klärschlamm
	FMA 1.4	Nährstoffe, physikalische Parameter im Klärschlamm
Rheinland-Pfalz	FMA 1.5	PCB im Klärschlamm
	FMA 1.6	PCDD/F im Klärschlamm
Baden-Württemberg Thüringen	FMA 2.2	Schwermetalle, pH-Wert, Bodenart des Bodens
	FMA 2.3	Pflanzenverfügbare Nährstoffe des Bodens
Hessen Thüringen Sachsen Baden-Württemberg	FMA 3.2	Schwermetalle in Bioabfall
	FMA 3.3	Fremdstoffe, physikalische Parameter im Bioabfall
	FMA 3.5 a	Seuchenhygienische Untersuchungen (Salmonellen)
	FMA 3.5 b	Phytohygienische Untersuchungen (Keimfähige Samen und austriebsfähige Pflanzenteile)

In der Tabelle 6 sind die Zuständigkeiten der „Landwirtschaftlichen Untersuchungs- und Forschungsanstalten bzw. der Landesanstalten“ für den LÜRVA aufgelistet.

## Methoden

„AQU1a Anorganische Analytik“ stellte für den LÜR-V-A, Parameter 1.2, 1.3 und 1.4 das Probenmaterial her. Insgesamt wurden 199 hygienisierte und homogenisierte Klärschlammproben bereitgestellt: Alle Ringversuchsproben wurden auf Trockensubstanz und Ammoniumstickstoff untersucht, um deren Homogenität und damit die Aussagekraft abzusichern.

An diesem Ringversuchsteil nahmen 83 Labore aus allen Bundesländern teil.

## Ergebnisse

Der LÜR-V-A-2014 im Vollzug der Klärschlammverordnung und des Fachmoduls Abfall mit den Parametern 1.2, 1.3 und 1.4 konnte ohne besondere Vorkommnisse von AQU1a durchgeführt werden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 20 im Vergleich zu den Jahren 2012 und 2013 dargestellt. Weitere Einzelheiten sind im Beitrag unter Punkt 2.3.6 beschrieben.

Im Vergleich zu den Vorjahren verringerte sich die Anzahl der Labore, die nicht bestanden haben.

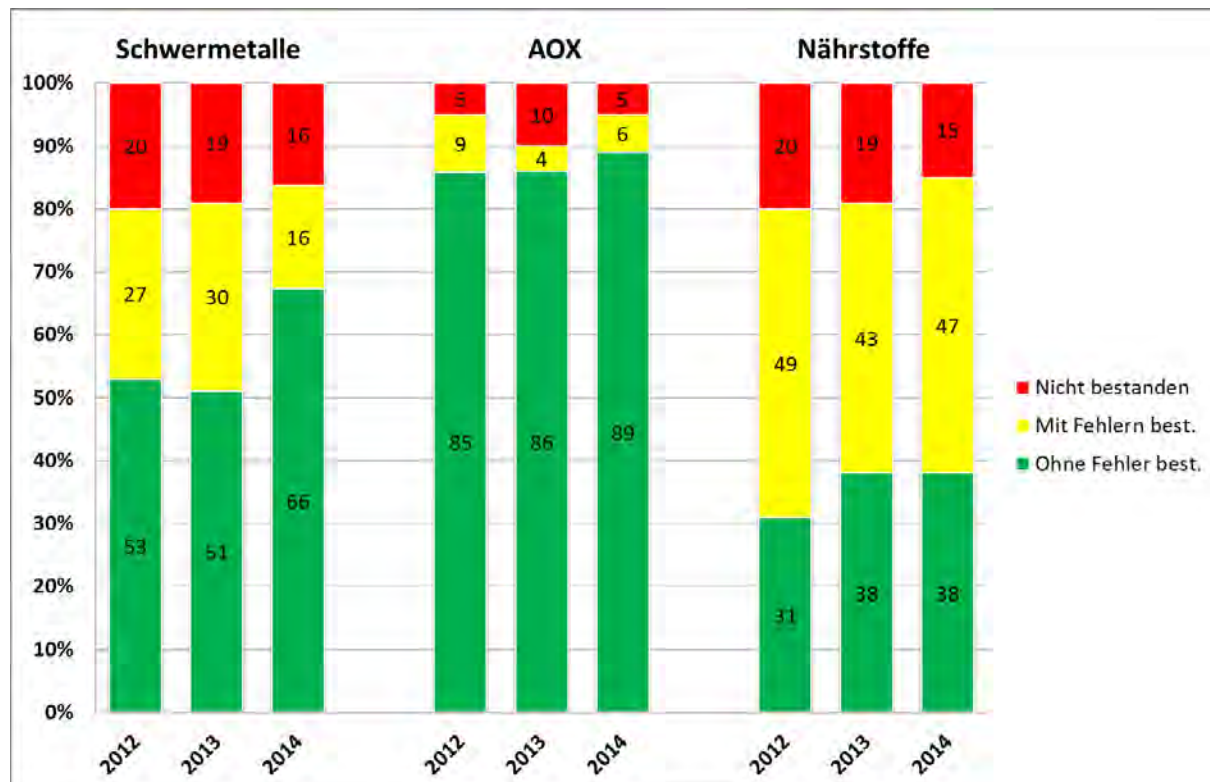


Abb. 20: Qualifizierung von Analysenlabors. Dargestellt sind Ergebnisse des LÜR-V-A hinsichtlich der Analytik von Schwermetallen, AOX und Nährstoffen für die Jahre 2012 bis 2014 bei Klärschlamm

Projektleitung: Dr. S. Mikolajewski  
 Projektbearbeitung: H. Müller, C. Petosic, W. Sitte, M. Wärmann,  
 Projektdauer: Daueraufgabe



### 2.3.5 Qualitätssicherung zur Absicherung der Beratungsaufgaben des Landeskuratoriums pflanzliche Erzeugung e.V. (LKP) – Grundlagen für die Düngeberatung

#### Auswahl der LKP–Auftragnehmer-Labore

##### Zielsetzung

Die Untersuchung von Agrarböden zur Erlangung genauer Kenntnisse über den Gehalt an Nährstoffen, Spurenelementen sowie anorganischen Schadstoffen (z.B. Schwermetallen) ist essentielle Basis für die Gestaltung einer qualitätsbewussten und um welt-schonenden Landbewirtschaftung (Abbildung 21). Nicht zuletzt ist sie für den Landwirt auch notwendig, um neben den ökologischen Gesichtspunkten den Einsatz von Düngemitteln auch vor dem Hintergrund steigender Preise für Produktionsmittel effizient vornehmen zu können.



Abb. 21: Bodenprobe

In Bayern werden Bodenuntersuchungen vom LKP über die angeschlossenen Erzeugerringe organisiert und bei Privatlaboren in Auftrag gegeben (Abbildung 22). Die Analysendaten gehen an das Institut für Agrarökologie (IAB) zurück, das daraus eine Düngeempfehlung für die Landwirte erstellt.

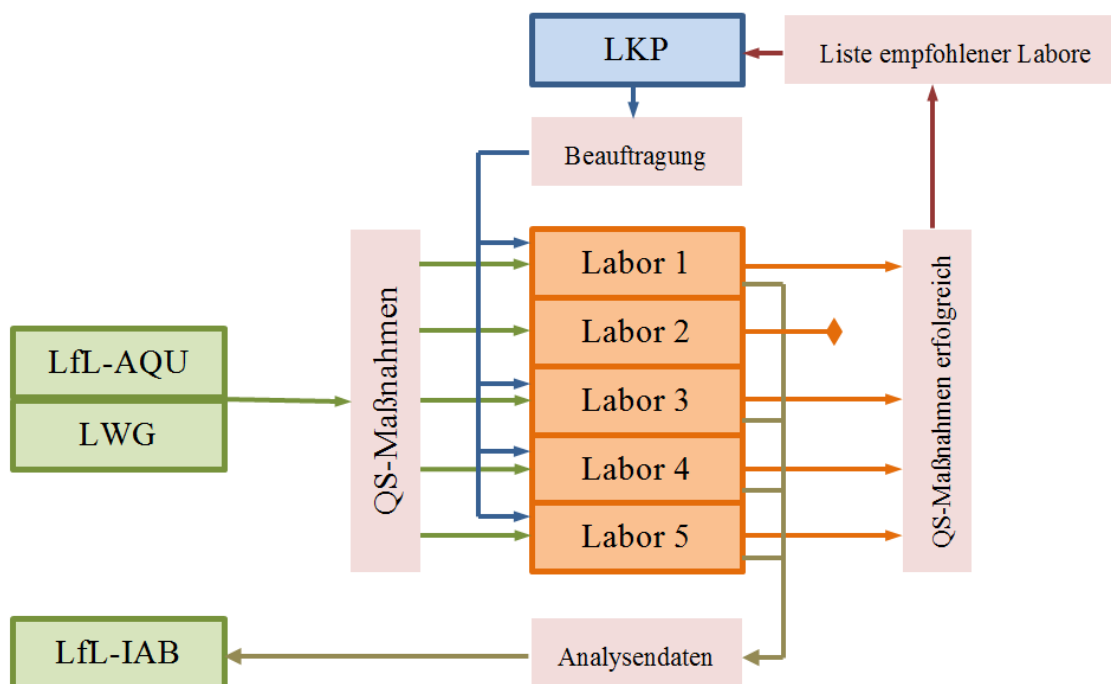


Abb. 22: Darstellung der Qualitätssicherungsmaßnahmen von AQU und der Landesanstalt für Weinbau und Gartenbau (LWG) als Grundlage zur Auswahl der LKP-Auftragslabore. Labore können sich durch erfolgreiche Teilnahme an QS-Maßnahmen als LKP-Labor qualifizieren

## Methoden

AQU ist selbst kein LKP-Auftragnehmer-Labor, sondern benennt dem LKP geeignete Labore, die sich im Rahmen von Qualitätssicherungsmaßnahmen, die von AQU vorgegeben werden, qualifizieren müssen. In der Abbildung 22 werden die Schritte, die zur Auswahl der Labore notwendig sind, dargestellt.

Die Qualitätssicherungsmaßnahmen setzen sich aus Ringversuchen und Kontrolluntersuchungen eingeschleuster Proben zusammen.

Die Ringversuche werden zu folgenden Parametern von AQU1a veranstaltet:

- Hauptnährstoffe (einschließlich Mg, Humus, freier Kalk und Bodenartbestimmung)
- Spurenelemente
- $N_{\min}$

In die Durchführung der Ringversuche ist das Fachzentrum Analytik: SG Umweltanalytik der Bayerischen Landesanstalt für Weinbau und Gartenbau (LWG) in Veitshöchheim eingebunden, da nur dort für beide Landesanstalten ein Bodenlabor für die Untersuchung auf Grundnährstoffe und Spurenelemente durchgeführt wird.

Für die Saison 2014/2015 haben sich 17 Labore zu den Ringversuchen angemeldet und teilgenommen. Mit der erfolgreichen Teilnahme verbleiben die Labore auf der „Liste der empfohlenen Labore“ (Abbildung 22) oder erreichen die Neuaufnahme in die Liste der LKP-Labore.

## Ergebnisse

Im Berichtsjahr 2014 gab es in allen geprüften Analysenkategorien (Abbildung 23) Labore, die nicht erfolgreich waren. Ein Labor hatte sich angemeldet, lieferte jedoch keine Ergebnisse.



Abb. 23: Ringversuchsergebnisse von Laboren bei verschiedenen Parametern in 2012 bis 2014. Labore müssen sich im Bewerbungsverfahren durch Einhalten von Qualitätssicherungsmaßnahmen als LKP-Auftragslabor qualifizieren

Zusätzlich zu den Ringversuchen finden in der Regel jährlich bei allen LKP-Auftragnehmern eine Überprüfung der Analytik an Rückstellproben mit den Parameterbereichen Hauptnährstoffe und Spurenelemente sowie die Kontrolluntersuchung von eingeschleusten Proben statt. Die Auswahl dieser Proben erfolgt durch IAB/AQU, die Kontrolluntersuchungen führt die LWG durch.

Die Analysenleistungen einer Untersuchungssaison sind Grundlage der Bewertung des Labors zur Aufnahme in die Liste der in Bayern zugelassenen Bodenlabore für Untersuchungsaufträge des LKP (Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung e.V.).

Für die Untersuchungssaison 2014/2015 wurde dem LKP die in Tabelle 7 genannte Zahl von Untersuchungsstellen gemeldet. Unter den 13 Laboren mit nachgewiesener Kompetenz für Hauptnährstoffe sind sieben mit Sitz außerhalb Bayerns, während drei der neun Spurenelement-Labore und fünf der 15 N<sub>min</sub>-Labore ihren Firmensitz nicht in Bayern haben.

*Tab. 7: Anzahl der für das LKP als geeignet geprüfte Labore für die Bodenuntersuchung 2014/2015 und Zahl der durch das LKP beauftragten Labore*

<b>Parameterbereich</b>	<b>geeignete Labore</b>	<b>beauftragte Labore</b>
Hauptnährstoffe	13	6
Spurenelemente*)	9	6
N <sub>min</sub> -Untersuchungen (DSN)	15	7
*) Labor muss auch Analysenkompetenz für Hauptnährstoffe haben		

Projektleitung: Dr. S. Micolajewski, Dr. M. Klemisch (LWG), M. Berndt  
 Projektbearbeitung: H. Müller, C. Petosic, M. Wärmann  
 Projektdauer: Daueraufgabe

### 3 Projekte und Daueraufgaben

#### 3.1.1 Der LÜR-V-A Klärschlamm 2014 als Grundlage für die Notifizierung nach Fachmodul Abfall

##### Zielsetzung

Gemäß der Verordnung zur Übertragung von Zuständigkeiten im Bereich Abfallentsorgung (AbfZustV) in der Fassung vom 7.11.2005 obliegt der LfL (AQU-L) die Zulassung (Notifizierung) von Untersuchungslaboren nach Fachmodul Abfall. Eine wichtige Voraussetzung für die Erlangung und Aufrechterhaltung der Notifizierung ist die erfolgreiche Teilnahme an Ringversuchen gemäß der im Fachmodul Abfall verankerten Parameterbereiche zum Nachweis von Methoden- und Analysenkompetenz des Prüflaboratoriums (Abbildung 24).

Im Zuge der von der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA) initiierten Bestrebungen zur bundesweiten Harmonisierung des Ringversuchswesens im abfallrechtlichen Bereich wird seit 2011 für die Matrices Klärschlamm, Boden und Bioabfall des Fachmoduls Abfall (FMA) jährlich ein länderübergreifender Ringversuch Abfall (LÜR-V-A) für die gesamte Bundesrepublik organisiert und durchgeführt. Der LÜR-V-A ersetzt die vorherigen FMA-Ringversuche, die in der Vergangenheit von Ringversuchsveranstaltern einzelner Bundesländer oder Bundesländer-Kooperationen angeboten worden sind. Innerhalb des LÜR-V-A 2014 war die LfL (AQU 1a) zusammen mit der Staatliche Betriebsgesellschaft für Umwelt und Landwirtschaft (BfUL), Sachsen für den Ringversuch in den Parameterbereichen FMA 1.2: Schwermetalle im Klärschlamm, FMA 1.3: AOX im Klärschlamm und FMA 1.4: Nährstoffe im Klärschlamm zuständig. Der Ringversuch im Bereich der persistenten organischen Schadstoffe FMA 1.5: PCB und FMA 1.6.: PCDD/PCDF wurde von der LUFA Speyer durchgeführt. Neben der arbeitsteiligen Durchführung des LÜR-V-A 2014 hat die LfL (AQU1a) auch die Federführung für den gesamten Bereich Klärschlamm (FMA 1.2 bis 1.6) übernommen.

##### Methode

Die Ausrichtung der Ringversuche umfasst für die Veranstalter Generierung, Homogenitätsprüfung und Versand geeigneten Probenmaterials (verschiedene Klärschlämme kommunaler Klärwerke), statistische Auswertung der Ergebnisse, Erstellung und Versand des Ringversuchsberichts bis hin zur Übermittlung der Teilnahmebescheinigungen und Zertifikate an die teilnehmenden Labore, sowie die Mitteilung der Ringversuchsergebnisse der Labore an die Notifizierungsstelle und Erstellung einer bundesweiten Gesamtauswertung des LÜR-V-A-Klärschlamm 2014 durch die Federführenden (AQU1a).

Die von den Laboren rückübermittelten Analysenergebnisse wurden mit der Software ProLab der Firma quoData, Dresden nach DIN 38402 A 45 statistisch ausgewertet. Die Auswertung der Einzelparameter erfolgte dabei nach LAWA-Merkblatt A-3, Anmerkung 4 auf der Grundlage von Zu-Scores ( $|Zu| \leq 2,0$  = bestanden). Erfolgreich war die Ringversuchsteilnahme eines



Abb. 24: Überprüfung der Homogenität von Ringversuchsprouben

Labors, wenn je Parameterbereich bei mindestens 80% der Mittelwerte aller Parameter-Proben-Kombinationen  $Z_u$ -Scores (positiv oder negativ)  $\leq 2,0$  ergaben und mindestens 80% der Parameter in mindestens 50% der Proben  $Z_u$ -Scores (positiv oder negativ)  $\leq 2,0$  aufwiesen.

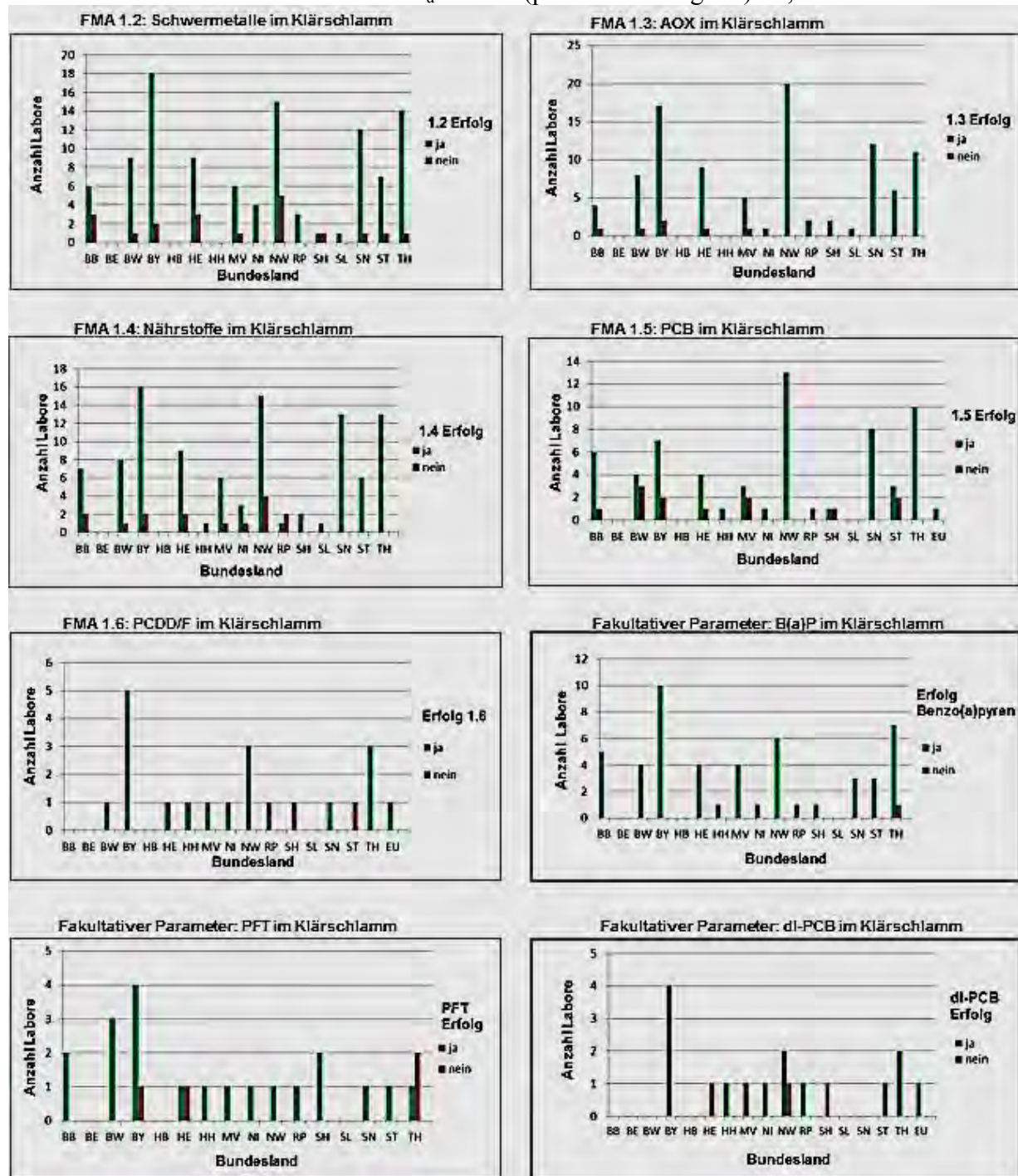


Abb. 25: Gesamtauswertung der Ergebnisse des LÜRV-A-Klärschlamm 2014

(BB–Brandenburg, BE–Berlin, BW–Baden-Württemberg, BY–Bayern, HE–Hessen, HH–Hamburg, MV–Mecklenburg-Vorpommern, NI–Niedersachsen, NW–Nordrhein-Westfalen, RP–Rheinland-Pfalz, SH–Schleswig-Holstein, SL–Saarland, SN–Sachsen, ST–Sachsen-Anhalt, TH–Thüringen, EU–europäisches Land)

## Ergebnisse

Die Diagramme in Abb. 25 fassen für jede Parametergruppe die Ringversuchsergebnisse aller teilnehmenden Labore zusammen.

Die Anzahl der pro Bundesland erfolgreichen (Erfolg "ja") bzw. erfolglosen (Erfolg "nein") Labore wurde dabei in Beziehung gesetzt zu der Gesamtzahl der Teilnehmer aus dem jeweiligen Bundesland.

*Tab. 8: Anzahl der Labore mit erfolgreicher Ringversuchsteilnahme im Bereich FMA Klärschlamm-Anorganik für die Jahre 2011 bis 2014*

Jahr	Anzahl Labore	FMA 1.2 Erfolg	FMA 1.3 Erfolg	FMA 1.4 Erfolg
2011	156	84%	96%	80%
2012	145	83%	94%	82%
2013	145	84%	93%	83%
2014	130	85%	94%	86%

Für den Bereich Klärschlamm-Anorganik lagen 2014 insgesamt 130 Anmeldungen vor. Davon konnten 82 Labore von AQU in Freising mit Ringversuchsmaterial versorgt und betreut werden, 48 Teilnehmer von der BfUL in Nossen.

Die Auswertung der Ergebnisse zeigte, dass von teilnehmenden Laboren im Berichtsjahr 2014 den LÜR-V-A Klärschlamm 84,7% für FMA 1.2, 94,2% für FMA 1.3 und 86,2% für FMA 1.4 erfolgreich bestanden haben. Die erfolgreiche Teilnahme an Ringversuchen ist auch die Voraussetzung für die Akkreditierung durch die DAkkS (Abbildung 26).

*Tab. 9: Anzahl der Labor mit erfolgreicher Ringversuchsteilnahme im Bereich FMA Klärschlamm- Organik für die Jahre 2011 bis 2014*

Jahr	Anzahl Labore	FMA 1.5 Erfolg	FMA 1.6 Erfolg	B(a)P Erfolg	PFT Erfolg	dl-PCB Erfolg
2011	121	86%	92%	95%	92%	
2012	96	81%	86%	97%	91%	
2013	96	87%	87%	93%	95%	
2014	87	83%	91%	98%	83%	76%

Seit 2011 verringerten sich damit die Teilnehmerzahlen merklich (Tabelle 8). Im Berichtsjahr 2014 haben sich – im Vergleich zu 2011 – 26 Labore weniger angemeldet.

Bemerkenswert ist die positive Entwicklung im Hinblick auf die Erfolgsquote bei Parametergruppe FMA 1.4. Hier hat sich die Quote der erfolgreichen Ringversuchsteilnahmen seit 2011 stetig erhöht.

Im Bereich Klärschlamm-Organik wurden alle 87 angemeldeten Labore von der LUFA-Speyer betreut. Auch beim Teilringversuch Organik ist eine Verringerung der Teilnehmerzahl seit 2011 um insgesamt 34 Labore zu verzeichnen (Tabelle 9). Die schon in den vergangenen Jahren hohe Erfolgsquote bei B(a)P stieg in diesem Jahr erneut an (98 %). Die Parametergruppe dl-PCB wurde 2014 erstmals für eine fakultative Analytik durch die teilnehmenden Labore im Ringversuch angeboten.

- Projektleitung: Dr. S. Mikolajewski
- Projektbearbeitung: H. Müller, C. Petosic, H. Schuhmann, W. Sitte, M. Wärmann, G. Zellner
- Kooperation: Dr. A. Mannuß, K. Wies (LUFA Speyer), Dr. R. Klose (BfUL Leipzig)
- Projektdauer: Daueraufgabe



Abb. 26: Akkreditierungsurkunde der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft.

### 3.1.2 Analytik von Handelsdüngern für den Vollzug der Düngemittelverkehrs-kontrolle

#### Zielsetzung

Eine der zentralen Daueraufgaben des Aufgabenbereichs AQU1a - Anorganik ist die chemisch-analytische Untersuchung der im Auftrag der amtlichen Düngemittelverkehrs-kontrolle (DVK) landesweit gezogenen Proben von Handelsdüngern zur Überprüfung der düngemittelrechtlichen Vorschriften. Geprüft wird hierbei, ob die vorgeschriebenen Toleranzen bei der Deklaration der Nährstoffangaben bzw. der mit Grenzwerten belegten Schadstoffe eingehalten werden. Die Analyseergebnisse werden nachfolgend der am Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung ansässigen Arbeitsgruppe Verkehrs- und Betriebskontrollen (IPZ6b) zur weiteren Verbescheidung im Vollzug der Düngemittelverordnung zur Verfügung gestellt.



Abb. 27: Königswasseraufschlüsse von Düngemitteln zur Multielementanalyse am ICP-OES

#### Methode

Gemäß der von IPZ 6b erteilten Untersuchungsaufträge werden die Düngemittelproben entsprechend der deklarierten Gehalte hinsichtlich der Hauptnährstoffe Stickstoff, Phosphor und Kalium, der Sekundärnährstoffe Calcium, Schwefel und Magnesium sowie deren Löslichkeiten überprüft.

Für Spurennährstoffdünger werden zudem je nach Deklaration die Gehalte der Elemente Bor, Eisen, Kupfer, Mangan, Molybdän, Selen und/oder Zink ermittelt. Kalkdünger erfordern neben der Bestimmung der  $\text{CaCO}_3$ - bzw.  $\text{CaO}$ -Gehalte die Ermittlung basisch wirksamer Bestandteile, der Reaktivität und die Analyse von Siebdurchgängen. Entsprechend den in der Düngemittelverordnung festgelegten Kriterien wird die Bestimmung von Schwermetallen und anderen relevanten Schadstoffen durchgeführt.

Je nach Düngemitteltyp sind Methoden nach deutschem bzw. EU-Recht anzuwenden. Die Analysemethoden sind vom Gesetzgeber vorgeschrieben und in normkonformen Arbeitsvorschriften festgelegt. Entsprechend der gesetzlichen Vorschriften ist das Sachgebiet AQU1a für die Düngemittelanalytik nach DIN EN ISO/IEC 17025:2005 akkreditiert.

Zuzüglich zum weiten Spektrum nasschemischer Verfahren (Maßanalyse, Gravimetrie) kommt auf dem Gebiet der instrumentellen Analytik die Atomabsorptionsspektrometrie (AAS), die Elementaranalyse, die optische ICP-Emissionsspektrometrie (ICP-OES, Abbildung 27) sowie die Hydrid- und die Kaltdampftechnik zum Einsatz.

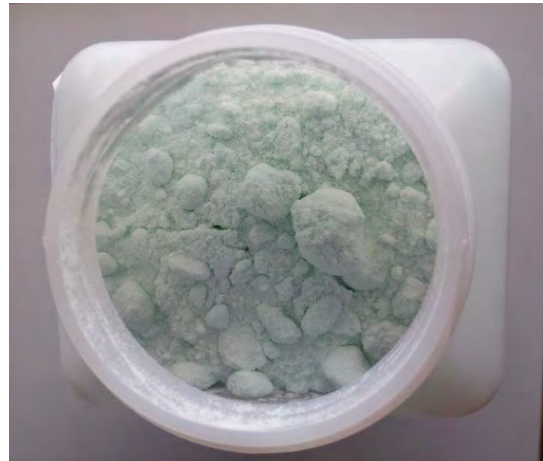


## Ergebnis

Jährlich werden im Sachgebiet etwa 500 bis 550 amtliche Düngemittelproben untersucht (Abbildung 28). Im Jahr 2014 belief sich die Anzahl der zur Analytik überstellten Proben auf 525. Die zugehörigen Untersuchungsaufträge der DVK-Stelle wurden dem Labor im Zeitraum vom 07.01. bis 20.11.2014 übermittelt.

Zur Untersuchung der je nach Deklaration geforderten Parameter (insgesamt sind 123 verschiedene möglich) waren insgesamt 4.075 Einzelanalysen notwendig. Bei 89 Proben wurden Gehaltsabweichungen festgestellt. Im Vergleich zum Vorjahr (525 Proben, 77 Gehaltsabweichungen) wurde damit ein Zunahme der zu beanstandenden Proben von 14,7 % auf 17,0 % verzeichnet.

Alle Analyseergebnisse wurden der Arbeitsgruppe Verkehrs- und Betriebskontrollen (IPZ 6b) zur weiteren Verbescheidung im Vollzug der Düngemittelverkehrskontrolle zur Verfügung gestellt.



*Abb. 28: Typisches Probenmaterial aus der Düngemittelverkehrskontrolle für die Analytik bei AQU*

Projektleitung: Dr. S. Mikolajewski  
Projektbearbeitung: S. Drotleff, K. Eugel (bis 18.09.2014), A. Hinterwimmer (ab 13.08.2014), R. Obermeier (ab 01.05.2014), H. Schuhmann, S. Sigl (bis 14.07.2014), W. Sitte, M. Wärmann, G. Zellner  
Kooperation: IPZ6b, AQU2 - Probenannahme  
Projektdauer: Daueraufgabe

### 3.1.3 Deoxynivalenol-Monitoring von bayerischem Wintergetreide der Ernte 2014

#### Einleitung

Pilze der Gattung *Fusarium* können Getreide unter ungünstigen Witterungsbedingungen zur Zeit der Blüte befallen und sich in den Ähren festsetzen. Dies führt zum Schadbild der sogenannten Ährenfusariose, die zur Folge hat, dass das Korn mit schädlichen pilzlichen Sekundärmetaboliten, den sogenannten Mykotoxinen, kontaminiert wird. Da kontaminiertes Getreide prinzipiell eine Gefahr für den Menschen darstellen kann, sollte es nicht in die Nahrungskette gelangen.

Befallene Partien können alternativ in Abhängigkeit von der Konzentration der enthaltenen Mykotoxine entweder in der Tierernährung eingesetzt oder in einer Biogasanlage bzw. thermisch verwertet werden.

Der verbreitetste und ökonomisch bedeutendste in Getreide vorkommende *Fusarium*-Metabolit ist Deoxynivalenol (DON), der chemisch betrachtet ein Sesquiterpen mit einer Epoxidgruppe darstellt (Abbildung 29). DON dient als Leittoxin für einen *Fusarium*-befall und unterliegt der EU-Verordnung 1881/2006, die die Höchstwerte für Lebensmittel festlegt (Tabelle 10). In Jahren mit für den Pilz günstigen Wetterkonstellationen können über 10 % der bayerischen Winterweizenernte über dem Grenzwert von 1 250 µg/kg Deoxynivalenol liegen.



Abb. 29: Mit *Fusarien* befallene Weizenähre und Strukturformel von DON

Tab. 10: Grenzwerte für Deoxynivalenol: Auszug aus der EU Verordnung 1881/2006

EU-Grenzwerte (Verordnung 1881/2006) für DON	
Unverarbeitetes Getreide	1 250 µg/kg
Unverarbeiteter Hartweizen, Hafer und Mais	1 750 µg/kg
Zum Verzehr bestimmtes Getreide und Teigwaren	750 µg/kg
Brot, Backwaren, Kekse, Getreide-Snacks und Frühstückscerealien	500 µg/kg
Babynahrung	200 µg/kg

#### Zielsetzung

Mit dem jährlichen Deoxynivalenol-Monitoring (DON-Monitoring) wird die Belastung von Wintergetreide bayerischer Provenienz mit dem Fusarientoxin Deoxynivalenol überwacht und ein Vergleich zu den Vorjahren hergestellt.

## Methoden

Das DON-Monitoring umfasste im Erntejahr 2014 insgesamt 149 Proben Winterweizen und 78 Proben Winterroggen. Die Probenahme erfolgte durch die Ämter für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (ÄELF). Die DON-Konzentrationen wurden mit HPLC-Analytik (Hochleistungsflüssigchromatographie, Umkehrphasen-Säule), Nachsäulenderivatisierung und anschließender Fluoreszenzdetektion gemessen. Die Quantifizierung bezogen auf Frischsubstanz (FS) erfolgte mit einer 9-Punkt-Kalibriergerade externer Standards über die Peakhöhe. Die Nachweisgrenze der Methode beträgt 40 µg/kg DON im Getreide.

## Ergebnisse

Die folgenden Tabellen enthalten die wesentlichen statistischen Kennzahlen des DON-Monitorings 2014 im Vergleich zu den Ergebnissen der Jahre 2006 bis 2013.

Tab. 11: Übersicht über das DON-Monitoring von Winterweizen für die Jahre 2006 bis 2014

Erntejahr	Probenzahl	DON-Werte in µg/kg				
		Mittel	Median	25 % Quartil	75 % Quartil	Maximum
2014	149	11	0	0	13	133
2013	147	54	26	10	56	702
2012	149	651	279	104	591	12839
2011	174	139	53	23	142	1335
2010	172	396	167	47	499	3865
2009	173	256	155	48	319	2365
2008	175	186	80	35	197	3236
2007	175	229	72	24	223	3288
2006	173	220	70	20	220	7570

## Winterweizen

Während das Erntejahr 2013 mit deutlich reduzierten DON-Werten gegenüber dem als typisches „Fusarienjahr“ geltendem Jahr 2012 auffiel, in dem viele Weizenproben eine starke Belastung mit dem Fusariumtoxin Deoxynivalenol aufwiesen, sind in der Ernte 2014 erneut kaum messbare Konzentrationen des zu der Gruppe der Trichothecene zählenden Mykotoxins zu finden (Tabelle 11). Die Proben der Ernte 2014 zeichneten sich durchgehend durch DON-Werte unter der Nachweisgrenze aus. Es ergab sich ein „rechnerischer“ Mittelwert von 11 µg/kg, der deutlich unter der Nachweisgrenze von 40 µg/kg lag. Somit ist die Ernte 2014 erneut geringer belastet als die Vorjahre und markiert den Tiefststand der Toxinkontamination seit Beginn der Aufzeichnungen im Jahr 1990 (Abbildung 30).

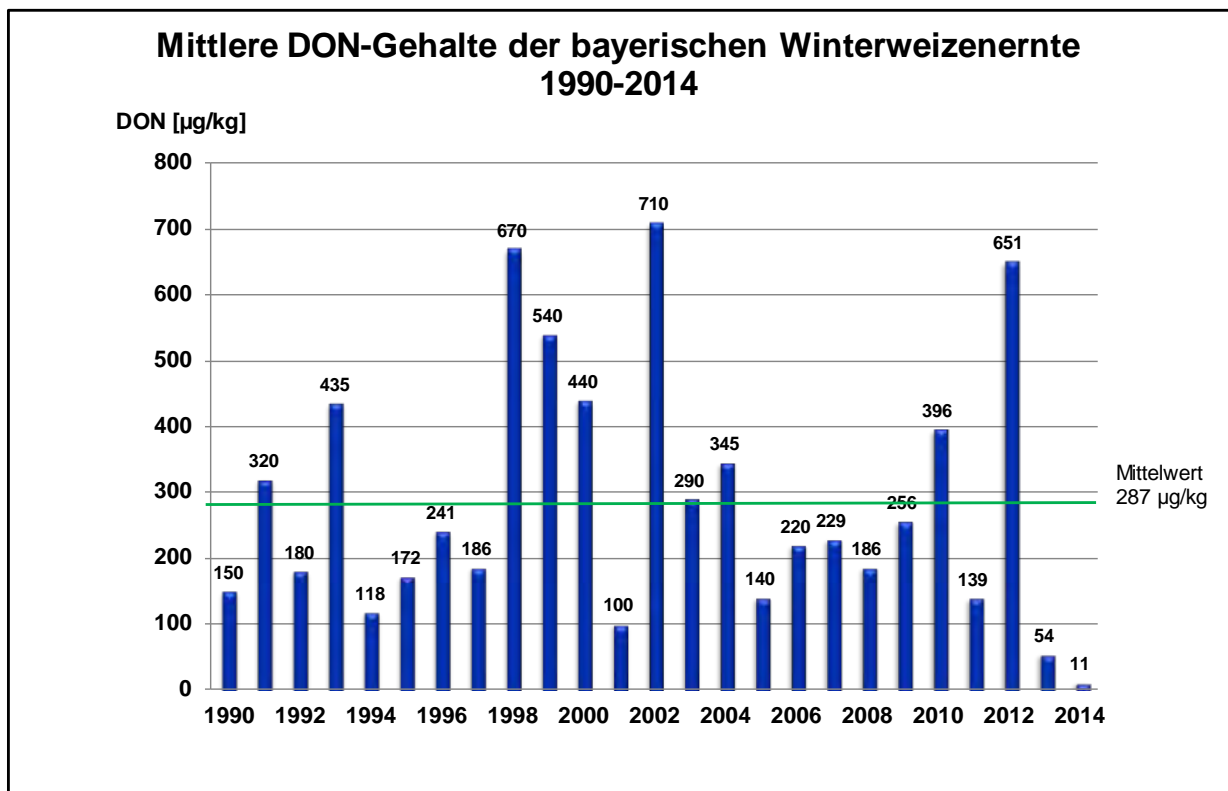


Abb. 30: Graphische Darstellung der mittleren DON-Gehalte (in FS) der bayerischen Winterweizenernten von 1990 bis 2014

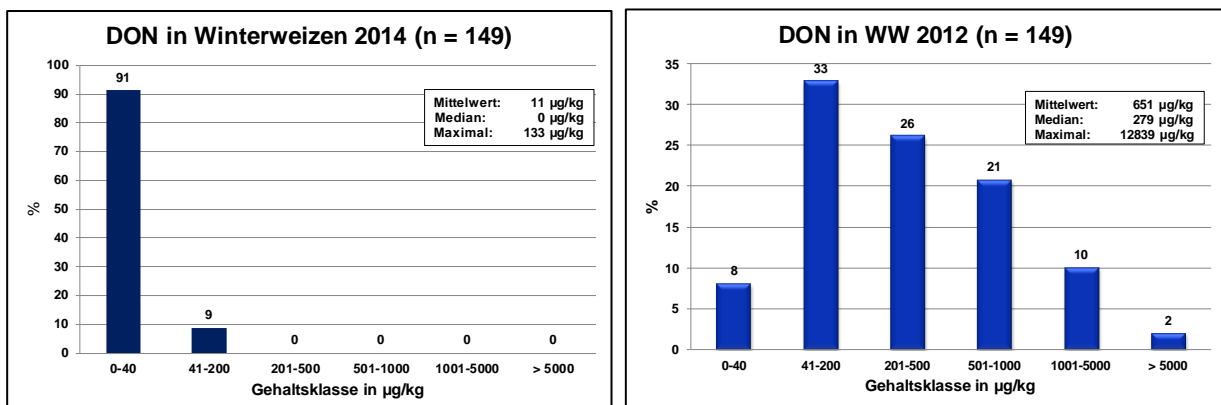


Abb. 31: Vergleich der Häufigkeitsklassen von DON-Gehalten bei Winterweizen der Ernte 2014 und 2012

Die Verteilung über die Häufigkeitsklassen zeigt, dass über 90 % der untersuchten Weizenproben der Ernte 2014 unterhalb der Nachweisgrenze lagen, während im bedeutenden Fusarienjahr 2012 nur 8 % der Proben kein DON enthielten. Im Jahr 2014 konnte DON lediglich in 13 Proben nachgewiesen werden, wobei alle gemessenen Konzentrationen im unkritischen Bereich unter 200 µg/kg lagen (siehe Abbildung 31).

Winterroggen

Die DON-Belastung des Winterroggens 2014 ist vergleichbar mit der des Winterweizens (Tabelle 12). Nahezu alle Proben waren, mit wenigen Ausnahmen, toxischfrei. Der arithmetische Mittelwert bezogen auf Frischsubstanz (FS) lag mit 17 µg/kg weit unter der Nachweisgrenze der Untersuchungsmethode, ebenso der Median mit einem berechneten Wert von 14 µg/kg. Analog zum Weizen lagen 91 % der untersuchten Proben unter der Nachweisgrenze und lediglich 7 Proben wiesen detektierbare DON-Mengen auf. Der höchste Wert mit 198 µg/kg lag im Bereich des für Babynahrung festgesetzten Grenzwerts von 200 µg/kg.

Tab. 12: Ergebnisse des DON-Monitorings von Winterroggen im Vergleich 2006 bis 2014

Erntejahr	Probenzahl	DON-Werte in µg/kg				
		Mittel	Median	25 % Quartil	75 % Quartil	Maximum
<b>2014</b>	78	17	14	0	24	198
<b>2013</b>	77	155	49	18	156	1909
<b>2012</b>	79	140	50	23	108	2695
<b>2011</b>	56	67	25	15	66	489
<b>2010</b>	60	150	55	18	195	1201
<b>2009</b>	60	94	53	29	103	523
<b>2008</b>	60	33	19	9	43	187
<b>2007</b>	60	43	22	14	41	833
<b>2006</b>	59	70	30	10	60	810

Das Fehlen von Deoxynivalenol in Ernteproben aus 2014 dürfte wie im Jahr zuvor hauptsächlich auf die trockene Witterungssituation zum Zeitpunkt der Getreideblüte Anfang Juni zurückzuführen sein, die dafür sorgte, dass keine Sporen von Fusarien für eine Infektion zur Verfügung standen. Es ist davon auszugehen, dass die weiteren Risikofaktoren wie Wahl der Vorfrucht, Bodenbearbeitung, Sorte und auch die Anwendung von Pflanzenschutzmitteln sich gegenüber 2012 unwesentlich verändert haben, um als Erklärung für die günstige Situation in 2014 dienen zu können.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: G. Clasen  
 Projektdauer: Daueraufgabe

### 3.1.4 Kontrolle des Atrazin-Anwendungsverbotes 2014

#### Zielsetzung

Atrazin ist ein Herbizid aus der Gruppe der Chlortriazine und wurde seit den sechziger Jahren insbesondere im Maisanbau in hohen Dosierungen verwendet. Durch die verbreitete langjährige Nutzung, den langsamen Abbau im Boden und den Nachweis von Atrazin und seinen Abbauprodukten in Oberflächen- und Grundwasser wurde die Anwendung 1991 in Deutschland verboten. Die Kontrolle des Atrazin-Anwendungsverbotes im Vollzug der Pflanzenschutzmittel-Anwendungsverordnung erfolgte 2014 in Zusammenarbeit mit IPS (Abbildung 32).



Abb. 32: Getrocknete und vermahlene Bodenproben zur Atrazin-Analytik

#### Methode

Von den luftgetrockneten und gemahlene Proben wurden 10 g in Schraubdeckelgläser eingewogen, mit Aceton (50 ml) versetzt und 1 Stunde auf dem Horizontalschüttler extrahiert (Abbildung 33, a). Es folgte ein weiterer Extraktionsschritt im Ultraschallbad für 15 Minuten. Die Proben wurden über Faltenfilter filtriert (Abbildung 33, b) und jeweils ein Aliquot (30 ml) am Rotationsverdampfer unter vermindertem Druck bis zur Trockne vom Lösungsmittel befreit. Der Rückstand wurde im Laufmittel (Acetonitril/Wasser, 1/9, v/v, 3 ml) unter Ultraschalleinwirkung gelöst und durch einen Nylonfilter (0,25 µm) ins HPLC-Probenfläschchen überführt.

Die Analyse des Extraktes erfolgte mit Hochdruckflüssigchromatographie (HPLC) an einer Umkehrphasensäule Kromasil C18, 5 µm, 250 x 4,6 mm mit Vorsäule, durch einen linearen Gradientenlauf von 20 % auf 80 % Acetonitril mit 0,1 % Trifluoressigsäure und einer Flussrate von 1 ml/min. Das Injektionsvolumen beträgt 100 µl.

#### Ergebnis

Im Gegensatz zu den letzten Jahren wurde auf ein ELISA-Screening verzichtet, da die Nachweisgrenze des ELISA mit 50 µg/kg anzusetzen ist, was bei dem zu überprüfenden Erwartungswert von 100 µg/kg als zu wenig empfindlich erschien. Stattdessen wurden alle Proben mit einer kombinierten Schüttel- und Ultraschallextraktion nach einer abgewandelten Literaturvorschrift<sup>1</sup> behandelt und mittels HPLC-UV gemessen.

<sup>1</sup> Journal of Chromatography A, 823, 1998, 3-9

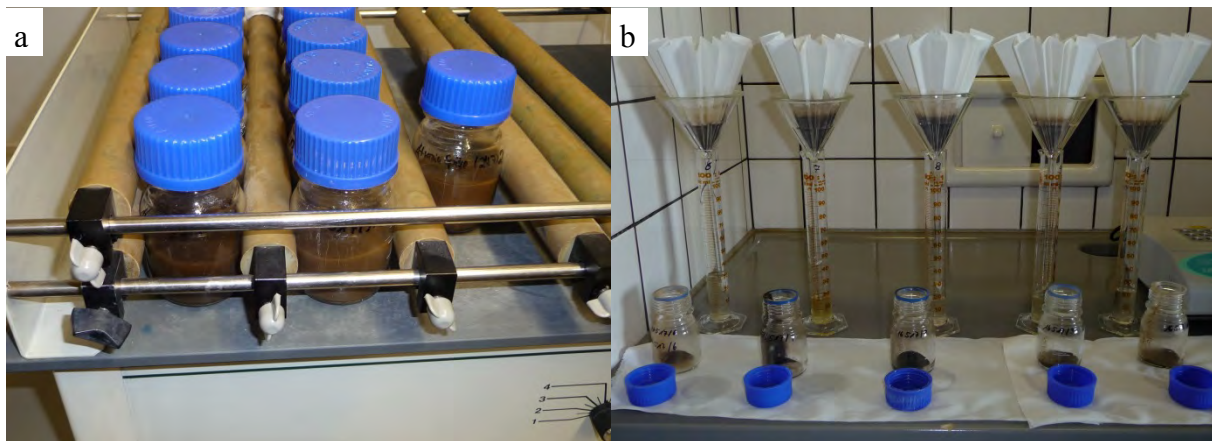


Abb. 33: Extraktion der Bodenproben auf dem Horizontalschüttler in Schraubdeckelgefäßen (a) und Filtration des Extrakts über Faltenfilter (b)

Als Kontrolle diente eine mit Atrazin dotierte Referenzprobe, die messtächlich mitgemessen wurde. Die Vergleichspräzision der Kontrollprobe ergab bei einem Wert von  $44 \mu\text{g}/\text{kg}$  eine relativ geringe Standardabweichung von  $2,9 \%$  ( $n = 10$ ). Die Nachweisgrenze der Methode wurde an zwei Messreihen von je 10 Blindproben bestimmt und lag bei  $1,5 \mu\text{g}/\text{kg}$  bzw.  $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ . Die Wiederfindung wurde durch eine unmittelbar vor der Analyse durchgeführte Atrazin-Dotierung (entsprechend einem Gehalt von  $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ ) von aktuellen Proben des Berichtsjahres 2014 ermittelt und ergab eine durchschnittliche Wiederfindungsrate von  $78 \%$  ( $n = 5$ ). Die Validierung ergab damit, dass die Methode geeignet war, den in Fachkreisen akzeptierten Erwartungswert von  $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ , ab dem von einer Applikation von Atrazin auszugehen ist, sicher zu erfassen.

Im Berichtsjahr 2014 wurden insgesamt 108 Bodenproben untersucht, von denen 99 Proben aus Maisanbauflächen stammten, wovon 69 Proben aus 5 ausgewählten Verdichtungsgebieten gezogen und 30 Proben nach Zufall ausgewählt wurden. Weiter wurden 8 Betriebe mit Christbaumkulturen nach dem Zufallsprinzip überprüft, sowie ein Schlag mit Miscanthus-Anbau aus einem Verdichtungsprogramm.

Das Ergebnis der Laboruntersuchungen ergab, dass in keiner der Proben Atrazin nachgewiesen werden konnte, so dass sich weitergehende Untersuchungen mit empfindlicheren LC-MS-Methoden erübrigten. Die Beanstandungsquote lag somit bei Null %.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
Projektbearbeitung: S. Hadler, G. Clasen  
Kooperation: Dr. J. Huber, IPS 1b  
Projektdauer: Daueraufgabe

### 3.1.5 Überwachung des Ausbringungsverbots von Neonikotinoiden an Mais und Raps 2014

#### Einleitung

Neonikotinoide sind systemisch wirkende Insektizide, die von der Pflanze aufgenommen und in der Pflanze verteilt werden und so den Schutz des natürlichen Nikotins aus Tabakpflanzen gegen Fressfeinde nachahmen. Sie wirken als Botenstoffe am nikotinischen Acetylcholinrezeptor, können aber nicht abgebaut werden, so dass die Insekten daher an Reizüberflutung verenden. Für Warmblüter sind Neonikotinoide weniger toxisch.

Das massenhafte Bienensterben im Frühjahr 2008 in Baden-Württemberg wurde auf Maissaatgut zurückgeführt, dass mit Wirkstoffen aus der Gruppe der Neonikotinoide gebeizt wurde. Die Abdrift von wirkstoffhaltigem Abrieb und deren Ablagerung auf Blütenpflanzen sind neben anderen Faktoren für die Schäden an den Bienenvölkern verantwortlich zu machen. Als Maßnahme erfolgte 2009 die Aussetzung der Zulassung Neonikotinoid-haltiger Saatgutbeizen.

#### Ziel

Eine Überwachung des Ausbringungsverbotes von gebeiztem Saatgut, die die Wirkstoffe Clothianidin, Imidacloprid und Thiamethoxam enthalten könnten, erfolgte auch 2014 wieder in Zusammenarbeit mit IPS.



Abb. 34: Extraktion von gebeizten Rapskörnern mittels Magnetrührer

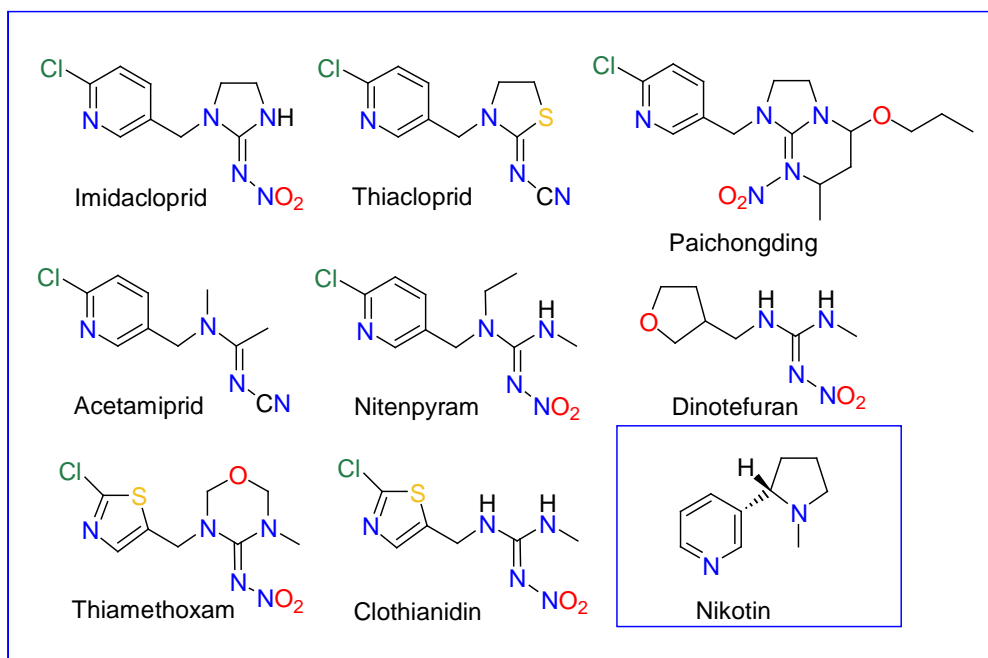


Abb. 35: Strukturformeln von Neonikotinoiden und Nikotin



## Method

Gebeizte Maiskörner wurden mit Aceton mittels eines Magnetrührers gerührt und anschließend im Ultraschallbad extrahiert. Rapskörner wurden mit Methanol in gleicherweise extrahiert (Abbildung 34). Der Extrakt wurde über Faltenfilter filtriert und ein Aliquot über 0,25 µm Spritzenvorsatzfilter in das Probenröhrchen für die Hochdruckflüssigchromatographie (HPLC) überführt. Die Proben wurden mit einem linearen Gradienten an Umkehrphase getrennt. Die Neonikotinoide wurden bei einer Wellenlänge von 270 nm detektiert, wobei die Quantifizierung über externe Kalibriergeraden der drei Referenzsubstanzen erfolgte. Die Nachweisgrenzen der HPLC-Methode wurden für Mais mit 1,2 mg/kg für Thiamethoxam, 0,6 mg/kg für Clothianidin und 0,5 mg/kg für Imidacloprid bestimmt. Bei Rapsamen lagen die Nachweisgrenzen bei 1,2 mg/kg für Thiamethoxam und jeweils 0,8 mg/kg für Clothianidin und Imidacloprid (Abbildung 35).

## Ergebnis

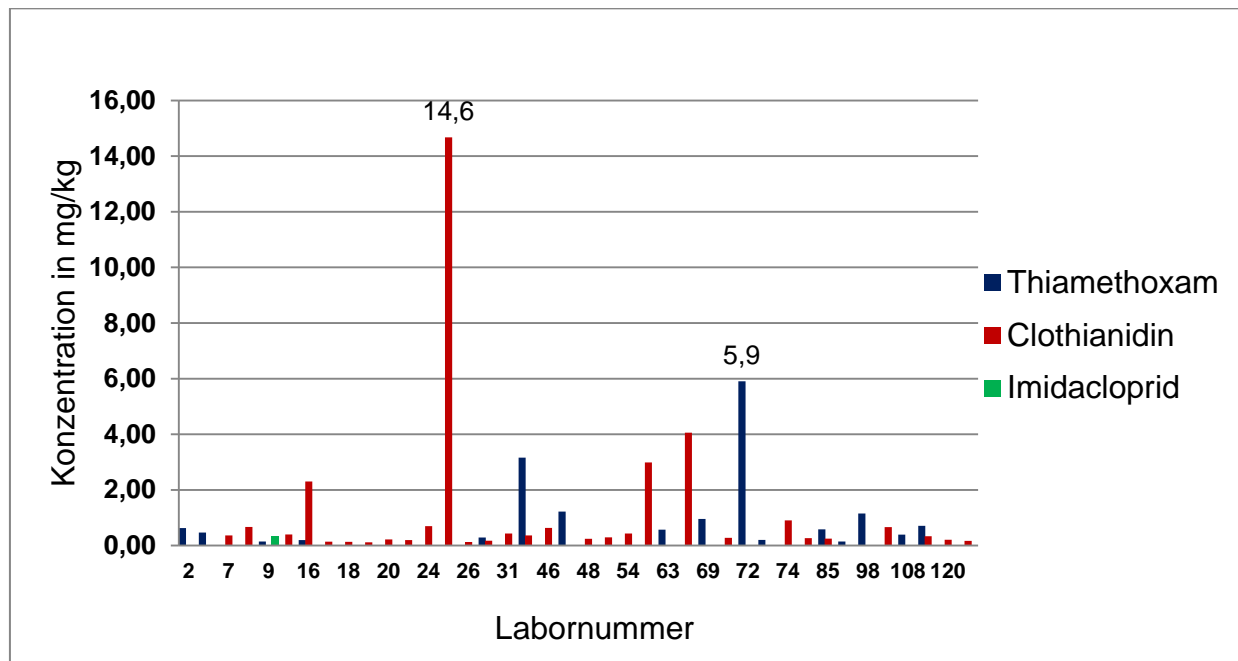


Abb. 36: Grafische Darstellung der Ergebnisse der Neonikotinoid-Bestimmung an Maiskörnerproben mittels HPLC und UV-Detektion

## Mais

Im Jahr 2014 wurden 148 Maisproben untersucht. Aus früheren Untersuchungen regulär gebeizter Maisproben ergaben sich Wirkstoffkonzentrationen von ca. 2000 mg für Thiamethoxam, ca. 1500 mg für Imidacloprid und ca. 5000 mg für Clothianidin pro Kilogramm Mais für regulär gebeiztes Saatgut<sup>2</sup>. Als Untergrenze einer aktiven Beizung wird eine Aufwandmenge von 10 % einer regulär gebeizten Probe betrachtet<sup>3</sup>. Somit sollten bei Verdachtsfällen die Entscheidungsgrenzwerte im Bereich von 200 mg/kg, 150 mg/kg und 500 mg/kg für Thiamethoxam, Imidacloprid und Clothianidin anzusiedeln sein. Die Kontrollwerte von 2010 wurden sei-

<sup>2</sup> LfL Jahresbericht 2010, 91-93

<sup>3</sup> J. Verbr. Lebensm. 2011, 6, 223-231

nerzeit auch in einem externen Labor untersucht und die an der LfL gemessenen Werte konnten durch die unabhängige Bestimmung mittels LC-MS bestätigt werden.

Aufgrund der Empfindlichkeit der Messung konnten zwar Neonikotinoide in einer Reihe von Proben in Spuren nachgewiesen werden (Abbildung 36). Der Höchstwert von 14 mg/kg wurde in einer Maissaatgutprobe für Clothianidin gemessen. Damit liegt der Messwert bei ca. 0,3 % der für eine regulär gebeizte Saatgutprobe erwarteten Wirkstoffkonzentration. Eine weitere Probe enthielt Thiamethoxam in der Höhe von 6 mg/kg, was ebenfalls 0,3 % der normalen Aufwandmenge entspricht. In beiden Fällen war davon auszugehen, dass es sich aufgrund der geringen Konzentrationen um Verschleppungen handelt.

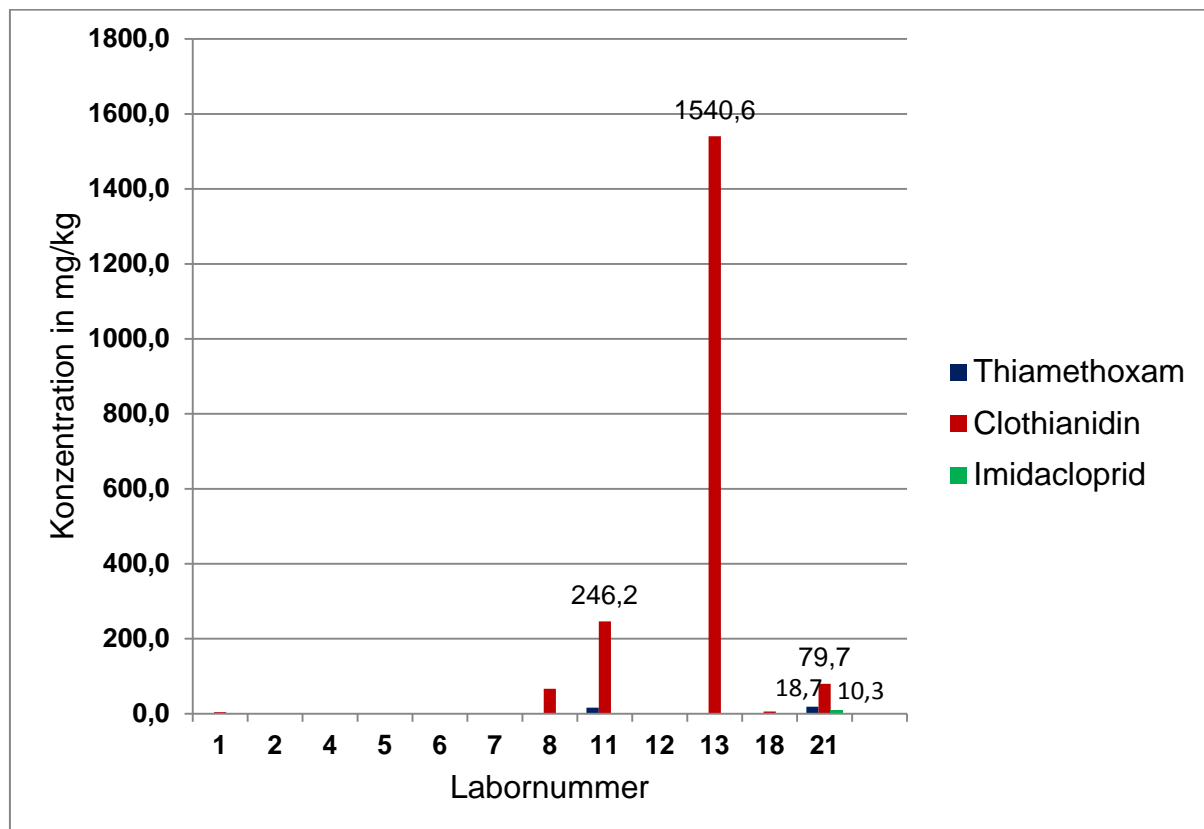


Abb. 37: Grafische Darstellung der Ergebnisse der Neonikotinoide-Bestimmung an Rapskörnern mittels HPLC und UV-Detektion

## Raps

Rapssamen wurden 2014 erstmals im Hinblick auf die Nachweisbarkeit von Neonikotinoiden getestet. Es wurden 21 Proben untersucht. Die regulären Aufwandmengen beim Raps konnten für Clothianidin zu 9900 mg/kg und für Thiamethoxam zu 4400 mg/kg von zwei älteren, regulär gebeizten Mustern bestimmt werden. Somit ergibt sich beim Raps eine Aufwandmenge von 440 mg/kg für Thiamethoxam und 990 mg/kg für Clothianidin als 10 %-Limit, ab der von einer aktiven Beizung im Anwendungsbereich gesprochen werden kann.

Bei den untersuchten Rapsproben fielen drei Proben auf. Die Probe Nummer 11 mit 246 mg/kg Clothianidin (Abbildung 37), was einer Aufwandmenge von ca. 2,5 % einer regulär gebeizten Probe entsprechen würde. Die Probe enthielt vereinzelt etwas dunkler gefärbte Körner, die mit einer Pinzette aus der Probe ausgelesen und erneut extrahiert wurden. In den dunkelblauen

Körnern konnte Clothianidin in Spuren von 1,3 mg/kg nachgewiesen werden, was aber nahe der Nachweisgrenze liegt. Bei der Probe Nummer 11 konnte sich also der Verdacht, dass die dunklen Körner mit Clothianidin gebeizt sind und zugemischt wurden, nicht erhärten. Ob eine geringe Menge an ebenfalls blau gebeizten Körnern untergemischt wurde, oder es sich bei dem Fall um eine Verschleppung handelt, kann von Seiten der Analytik nicht beantwortet werden.

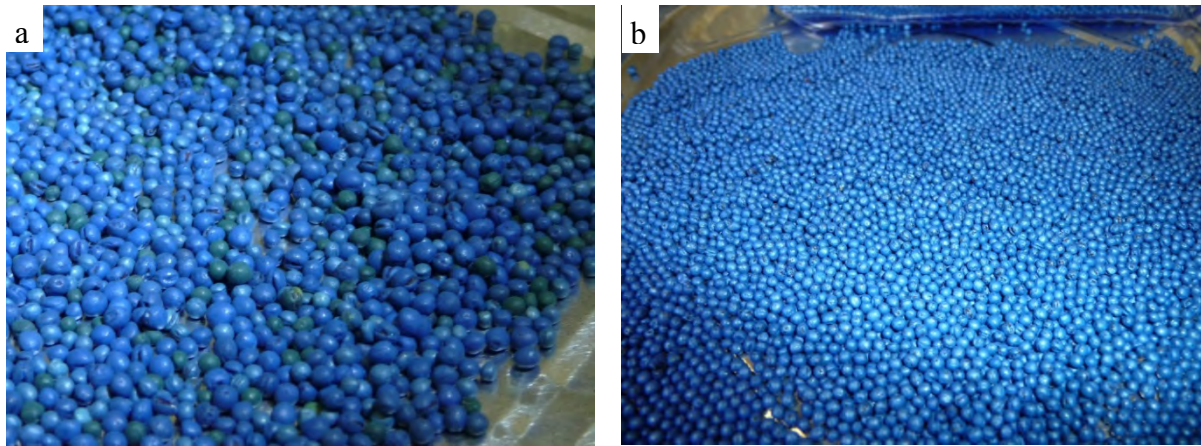


Abb. 38: Probenmaterial zur Neonicotinoid-Bestimmung. Probe Nr. 13 (a) mit auffällig grün gebeizten Rapssamen und Probe Nr. 21 (b) mit durchwegs homogen gefärbten Rapssamen

Im Fall der Probe Nummer 13 lag der Sachverhalt anders. Die Probe enthielt eine deutliche Menge an grün gebeizten Körnern zwischen den blau gefärbten Samen (Abbildung 38). Bei dieser Probe wurden die blauen und grünen Körner ebenfalls getrennt untersucht. Dabei konnte für die grünen Samen ein Gehalt von 10.200 mg/kg Clothianidin gemessen werden, ein Gehalt der eindeutig die übliche Aufwandmenge darstellt. Die blauen Körner wiesen einen Gehalt von 1.100 mg/kg Clothianidin auf, was möglicherweise auf den Abrieb durch die grünen Körner zurückzuführen sein könnte, da die blauen Körner aus der Mischung mit einer Pinzette selektiert und vor der Extraktion nicht noch separat gereinigt bzw. gewaschen wurden. Das Ergebnis zeigt, dass die grünen Rapssamen mit einer regulären Aufwandmenge gebeizt und zugemischt wurden. Im Mittel ergibt sich dann einen Wert von 1.540 mg/kg Clothianidin.

Ebenfalls auffällig war Probe Nummer 21, in der alle drei verbotenen Neonicotinoide gemessen werden konnten. Die analysierten Konzentrationen entsprechen jedoch bei Thiomethoxam mit 19 mg/kg etwa 0,4 % der regulären Aufwandmenge und bei Clothianidin mit 80 mg/kg ungefähr 0,8 % der regulären Aufwandmenge. Vergleichswerte einer mit Imidacloprid gebeizten Saatgutprobe standen nicht zur Verfügung, jedoch ist der Wert für Imidacloprid mit 10 mg/kg in vergleichbarer Größenordnung wie bei den beiden anderen Wirkstoffen, so dass bei dieser Probe die Neonicotinoide etwa durch eine Kontamination in der Abfüllanlage oder einer sonstigen Kreuzkontamination während des Beizprozesses in die Probe gelangt sein könnten.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
Projektbearbeitung: S. Hadler, G. Clasen  
Kooperation: Dr. J. Huber, IPS 1b  
Projektdauer: 2014

### 3.1.6 Toxinreduktion bei Fusariumbefall in Weizen: Feldversuch

#### Einleitung

Pilze der Gattung *Fusarium* treten bei vielen Pflanzen als Pathogene auf. So sind von 100 ökonomisch bedeutsamen Pflanzen 80 mit einer von Fusarien ausgelösten Krankheit assoziiert<sup>4</sup>. Der Pilz *Fusarium graminearum* steht auf Platz vier der zehn wissenschaftlich und ökonomisch wichtigsten Pflanzenkrankheiten weltweit<sup>5</sup>. *F. graminearum* und verwandte Arten können Weizen und andere Getreide bei ungünstigen Witterungsbedingungen zum Zeitpunkt der Blüte infizieren und in den Ähren wachsen, was beim Weizen zum Schadbild der Ährenfusariose oder partiellen Taubährigkeit führt (Abbildung 39).

Neben der Ertragsminderung kann es zu einer Kontamination des Ernteguts mit pilzlichen Sekundärmetaboliten kommen, von denen einige ein stark toxisches Potential besitzen. Das Trichothecenderivat Deoxynivalenol (DON) ist für den Pilz als Pathogenitätsfaktor von entscheidender Bedeutung. So zeigte sich, dass genetisch veränderte

Stämme, die kein DON synthetisieren, Getreide zwar befallen können, die Ausbreitung des Pilzes in der Ähre ist jedoch reduziert<sup>6</sup>. Verbindungen, die die DON-Bildung inhibieren sind daher von großem Interesse, da sie die Ausbreitung von pathogenen *Fusarium*-Arten eindämmen und somit zu einer reduzierten Toxinbelastung im Getreide führen könnten.

Der Infektionsverlauf ist ein hochkomplexer Prozess, bei dem die Pflanze durch Bildung einer ganzen Reihe von Abwehrmolekülen und Enzymen versucht, den Pilz in Schach zu halten. So wurden in Gerste durch Metabolitenabgleich zwischen resistenten und anfälligen Sorten nach Inokulation mit *F. graminearum* Sporen mehr als 1400 resistenzbezogene Metaboliten gefunden, von denen lediglich 115 mit massenspektroskopischen Methoden identifiziert werden konnten<sup>7</sup>. Zu den resistenzrelevanten Inhaltsstoffen zählen auch Zimtsäuren, wie Ferulasäure und p-Cumarsäure, die vorwiegend an Polysaccharide verestert sind und durch Dimerisierung zur Stabilisierung der Zellmembran beitragen<sup>8,9</sup>.

Eine literaturbekannte Substanz, die die 3-Acetyl-DON-Produktion, die biogenetische Vorstufe von DON in Labortests bei *Fusarium culmorum* stark inhibiert, ist Magnolol. Magnolol wirkt fungizid bei einer Konzentration von 0,1 mM im in-vitro-Test<sup>10</sup>. Magnolol und Honokiol sind biologisch aktive Hauptbestandteile der Rinde von Magnolien und werden auch in der Traditionellen chinesischen Medizin bei Hautproblemen eingesetzt<sup>11</sup>. Ihre chemischen Strukturen ha-



Abb. 39: Ährenfusariose an Weizenpflanzen

<sup>4</sup> The Fusarium Laboratory Manual, Blackwell, Ames, Iowa, 2006

<sup>5</sup> Mol. Plant Pathol. 13, 2012, 414-430

<sup>6</sup> MPMI 8, 1995, 593-601

<sup>7</sup> Plant Mol. Biol. 77, 2011, 355-370

<sup>8</sup> Eur. J. Plant Pathol. 127, 2010, 275-286

<sup>9</sup> Phytopathology 93, 2003, 712-719

<sup>10</sup> J. Agric. Food Chem. 62 (22), 2014, 4969-4978

<sup>11</sup> Molecules 15, 2010, 6452-6465

ben erkennbare Ähnlichkeiten mit den oben genannten dimeren Zimtsäuren, die als Resistenzsubstanzen in Getreide eine Rolle spielen. Hier fehlt jedoch die Säurefunktionalität, so dass die beiden Verbindungen mit großer Wahrscheinlichkeit andere Wirkungsweisen als die Zimtsäuren aufweisen (Abbildung 40).

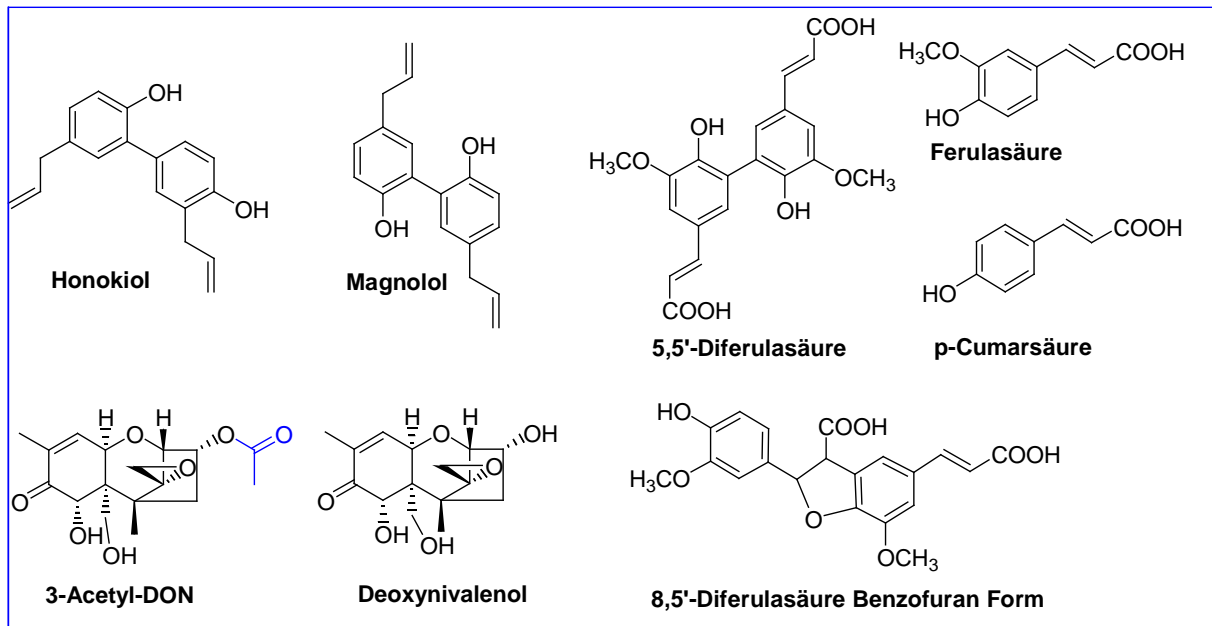


Abb. 40: Strukturformeln der Hauptinhaltsstoffe der Magnolienrinde sowie des Fusarientoxins Deoxynivalenol und seiner biogenetischen Vorstufe 3-Acetyl-DON sowie relevante pflanzliche Zimtsäurederivate.

**Ziel**

In einem Anbauversuch mit Winterweizen in einer Versuchsparzelle der LfL wurde mittels natürlicher Inokulation eine Fusariuminfektion ausgelöst. Durch die Applikation von Magnolol während Weizenblüte sollte der Einfluss auf den DON-Gehalt untersucht werden bzw. inwieweit dadurch eine Reduktion des DON-Gehalts erreichbar ist.

**Methode**

Magnolol wurde analog den ersten Testversuchen im Jahr 2011<sup>12</sup> zunächst in wenig Dimethylsulfoxid gelöst, mit Benetzung- und Antischaummittel aus dem Agrarhandel aufgenommen und in Wasser formuliert (Abbildung 41). Die Spritzung erfolgte am



Abb. 41: Blühender Magnolienstrauch (links oben), Magnolienrinde (rechts oben), aus der Rinde isoliertes Magnolol (rechts unten) und seine Formulierung in Wasser zur Applikation an Weizenpflanzen (links unten)

<sup>12</sup> LfL, AQU Jahresbericht 2011, 45-47

06.06.2014 zum Stadium "Mitte Blüte" (BBCH 65) in einer Konzentration von 3 mM, was der dreißigfachen Konzentration der minimalen Hemmkonzentration im Labortest entspricht. Die Messung der DON-Konzentration in den Weizenkörnern erfolgte nach der Ernte mittels HPLC mit Nachsäulenderivatisierung und Fluoreszenzdetektion. Die angestrebte natürliche Infektion der Weizenpflanzen erfolgte über ausgestreute Maisstoppeln ( $1/m^2$ ).

### Ergebnis

Drei Wochen nach dem Spritztermin zeigten sich nur einige wenige befallene Ähren, ein erster Hinweis, dass kein großer Fusarienbefall eingetreten war. Für eine intensive Infektion ist eine feuchte Witterung vorteilhaft, damit sich genügend Fusariensporen auf den eingestreuten Maisstoppeln entwickeln und ausbreiten können. Die Wetterlage zum Zeitpunkt der Ausbringung und der darauffolgenden Woche zeichnete sich jedoch durch hohe Temperaturen und fehlende Niederschläge aus, so dass die zur Infektion nötigen Sporen fehlten.

Tab. 13: Analytierte DON-Konzentrationen in der Magnolol-behandelten Parzelle MAG-545 im Vergleich zu den unbehandelten Kontrollparzellen

Behandlung	MW DON [ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ]	n
MAG-545	72 $\pm$ 30	2
Kontrolle 2-1 - 2-4	190 $\pm$ 135	4

Die Ergebnisse der Messung der DON-Konzentration lagen sowohl für die Kontrollproben als auch für die Versuchsparzelle mit der Bezeichnung MAG 545 auf sehr niedrigem Niveau (Tabelle 13). Es ergab sich zwar eine deutliche Reduzierung von 190 auf 72  $\mu\text{g}/\text{kg}$  gegenüber den vergleichbaren Kontrollparzellen 2-1 bis 2-4, jedoch ist die Wirkung statistisch nicht signifikant, so dass ein messbarer Effekt mangels fehlender *Fusarium*-Infektion nicht erkennbar ist. Dies steht im Einklang mit den sehr niedrigen DON-Messwerten, die 2014 in Bayern gefunden wurden. Das Jahr 2014 zeichnete sich mit der geringsten Belastung an DON bei Winterweizen seit Beginn der Messungen 1989<sup>13</sup> aus.

Magnolol wird im kommenden Jahr erneut getestet werden, in der Erwartung, dass die Wetter-situation eine für eine *Fusarium*-Infektion günstigere Konstellation bietet.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: G. Clasen, Dr. J. Rieder  
 Kooperation: Weigand, A. Bechtel, IPS 3a  
 Projektdauer: 2014

<sup>13</sup> Siehe auch Bericht: Deoxynivalenol-Monitoring von bayerischem Wintergetreide der Ernte 2014, in dieser Ausgabe

### 3.1.7 Entwicklung einer Schnellmethode zur Bestimmung von Astragalosid IV in *Astragalus mongholicus*

#### Einleitung

Im Rahmen der Züchtung ausgewählter chinesischer Heilpflanzen für den heimischen Anbau wird die Pflanze *Astragalus mongholicus* am Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung der LfL angebaut. Die Wurzeln der Pflanze (Abbildung 42) werden in der traditionellen chinesischen Medizin seit langem zur allgemeinen Stärkung der Abwehrkräfte gegen Krankheiten eingesetzt. Hauptinhaltsstoffe sind neben Polysacchariden und Isoflavonoiden unter anderem Saponine vom Cycloartan-Typ, die sogenannten Astragaloside (AS), die vielfältig biologisch aktiv sind. Sie weisen herzstärkende, entzündungshemmende, antidiabetische, antivirale, Telomerase aktivierende und eine ganze Reihe weiterer Wirksamkeiten auf. Bislang sind mehr als 140 dieser Astragaloside identifiziert<sup>14</sup>. Als Qualitätsparameter ist ein Gehalt von 0,04 % Astragalosid IV im Europäischen Arzneibuch vorgeschrieben, was einer Konzentration von 400 mg/kg entspricht. In der Wurzel liegt das Astragalosid IV in der Regel nicht in freier Form vor, sondern als komplexes Gemisch aus Essigsäure- und Malonsäureestern<sup>15</sup> (Abbildung 43).



Abb. 42: Getrocknete und gehäckselte Wurzeln von *Astragalus mongholicus* aus dem Züchtungsprogramm der LfL

Die Bestimmung des Gesamtgehaltes an Astragalosid IV ist also nicht nur von der Effizienz des angewandten Extraktionsvorganges abhängig, sondern wird auch dadurch beeinträchtigt wie effizient eine Hydrolyse der Ester von Astragalosid IV im Analysenablauf gelingt. Dabei weisen die unterschiedlich substituierten Astragalosidderivate verschiedene Stabilitäten auf. Eine relativ instabile Verbindung stellt Malonylastragalosid I dar, das nach vorläufigen Untersuchungen neben Astragalosid I die zweite genuine Hauptverbindung in der Wurzel ist<sup>16</sup>. Die freie Carbonsäuregruppe des Malonylastragalosid I könnte durch Autokatalyse zur geringen Stabilität beitragen, da zahlreiche Versuche zur Isolierung von Malonylastragalosid I an unterschiedlichen chromatographischen Trennphasen regelmäßig damit endeten, dass nur das Hydrolyseprodukt Astragalosid IV detektierbar war (Abbildung 34), obwohl ausschließlich unter neutralen Bedingungen gearbeitet wurde.

<sup>14</sup> *Molecules* **2014**, *19*, 18850-18880

<sup>15</sup> *J. Sep. Sci.*, 2010, **33**, 570-81.

<sup>16</sup> LfL, AQU Jahresbericht 2013, 49-51

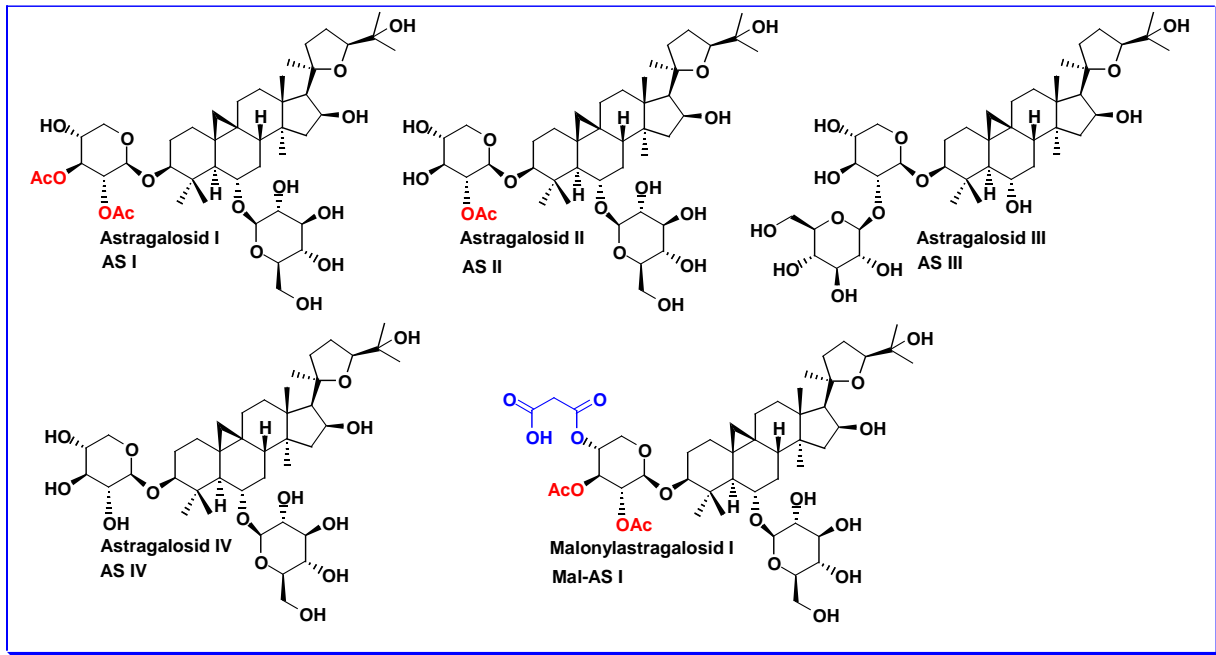


Abb. 43: Strukturformeln wichtiger Astragaloside und deren Ester

## Ziel

Die Probenvorbereitung zur Bestimmung von Astragalosid IV nach den Vorschriften des Europäischen Arzneibuches erfordert ein zeitaufwändiges Prozedere, das für den Routineeinsatz zur Untersuchung einer größeren Anzahl von Proben wenig geeignet erschien. Daher sollte versucht werden eine Schnellmethode zu entwickeln, die es erlaubt, die hohen Probenzahlen aus den Züchtungsversuchen des Instituts für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung (IPZ) effizient und ressourcenorientiert abzuarbeiten.

## Methoden

Probenvorbereitung nach Europäischem Arzneibuch<sup>17</sup> Ph. Eur. 7.0:

Von der gemahlene Probe wurden 4 g mit Methanol (80 ml) in der Soxhlet-Apparatur extrahiert (Abbildung 44) und der Extrakt am Rotationsverdampfer zur Trockene abgedampft. Der Rückstand wurde in Wasser gelöst (10 ml) und viermal mit wassergesättigtem Butanol (40 ml) ausgeschüttelt. Die vereinigten Butanolphasen wurden zweimal mit 25% wässriger Ammoniaklösung (40 ml) gewaschen. Die Ammoniakphasen wurden verworfen und die Butanolphase wurde zur Trockene am Rotationsverdampfer eingengt. Der Rückstand wurde in Wasser (5 ml) aufgenommen und über eine Festphasensäule (Bond Elut, C18, 1 g, 6 ml, Varian) gereinigt. Die Säulen wurden mit



Abb. 44: Soxhlet-Apparatur zur Extraktion von Inhaltsstoffen

<sup>17</sup> European Pharmacopoeia 7.0, 01/2011, 1060-61



Methanol und Wasser konditioniert (je 5 ml), die Probe aufgegeben und mit Wasser und 25% -iger wässriger Ethanol-Lösung gewaschen (je 20 ml). Astragalosid IV wurde mit 70%-iger wässriger Ethanol-Lösung (25 ml) von der Säule gespült und am Rotationsverdampfer zur Trockne eingengt. Der Rückstand wurde in Methanol gelöst (5 ml).

#### Ultraschall-Schnell-Extraktion (USE):

Die Extraktion und Hydrolyse der gemahlene Probe (150 mg) erfolgte in Reaktionsgefäßen (2 ml) mittels Ultraschall (je 20 Minuten) in vierfacher Wiederholung (Abbildung 45). Als Extraktions- und zugleich Hydrolysemittel wurde eine Ammoniaklösung in Methanol gewählt (25 % wässrige Ammoniaklösung/Methanol 1 + 4 (v/v)), in Anlehnung an die Vorschrift nach Ph. Eur. 7.0. Zwischen den Extraktionen wurden die Extraktionsgefäße zentrifugiert und der Überstand mit Pasteurpipetten in Reagenzgläser überführt. Vor der erneuten Extraktion wurde das Pellet am Vortex-Mixer gelöst. Die gesammelten Extrakte wurden im Wasserbad (40 °C) mit Druckluft abgeblasen und der Rückstand in Methanol (2,0 ml) aufgenommen.



*Abb. 45: Gemahlene Astragalus-Wurzelprobe vor der Extraktion*

#### Hydroxid-Hydrolyse-Ultraschall-Schnell-Extraktion (HyUSE): 2 ml Endvolumen

Die gemahlene Probe (150 mg) wurde in Reaktionsgefäßen (2 ml) mit 1 M wässriger Natriumhydroxid-Lösung hydrolysiert (0,8 ml, 70 °C, 30 Minuten). Nach dem Abkühlen wurde mit 1 M Salzsäure in Methanol (0,8 ml) neutralisiert und der Inhalt mit einem Spatel und dem Vortex-Mixer gut durchmischt. Anschließend wurde im Ultraschallbad extrahiert (15 Minuten), zentrifugiert und das Lösungsmittel in ein Reagenzglas überführt. Es folgten 3 weitere Extraktionen im Ultraschallbad mit Methanol (je 1,4 ml, 15 Minuten), die in analoger Weise durchgeführt wurden. Die vereinigten Extrakte wurden im Wasserbad (40 °C) mit Druckluft abgeblasen und der Rückstand in Methanol (2,0 ml) aufgenommen.

#### Hydroxid-Hydrolyse-Ultraschall-Schnell-Extraktion (HyUSE): 10 ml Endvolumen

Die gemahlene Probe (500 mg) wurde in Reaktionsgefäßen (15 ml) mit 1 M wässriger Natriumhydroxid-Lösung hydrolysiert (5 ml, 70 °C, 30 Minuten). Nach dem Abkühlen wurde mit 1 M Salzsäure in Methanol (5 ml) neutralisiert, die Mischung mit einem Spatel gut durchmischt und mit dem Vortex-Mixer homogenisiert. Anschließend wurde im Ultraschallbad extrahiert (15 Minuten), zentrifugiert und das Lösungsmittel in ein Reagenzglas überführt. Es folgten 3 weitere Extraktionen im Ultraschallbad mit Methanol (je 5 ml, 15 Minuten), die in analoger Weise durchgeführt wurden. Die vereinigten Extrakte wurden auf ein Volumen < 10 ml abgeblasen und in einen Messkolben überführt, in dem mit Methanol auf 10 ml aufgefüllt wurde.

Die fertigen Messlösungen wurden vor der Analytik über 0,2 µm Teflonfilter filtriert und mittels HPLC an Umkehrphase über einen linearen Gradienten von 20 % auf 60 % Acetonitril (0,1% Trifluoressigsäure, Einspritzvolumen: 50 µl) getrennt und die einzelnen Komponenten mit dem Lichtstreuverdampfungsdetektor (ELSD) gemessen. Die Identifizierung einzelner

Substanzen erfolgte über Retentionszeitvergleich, die Quantifizierung einzelner Peaks erfolgte durch eine externe Kalibriergerade käuflicher Standards. Referenzsubstanzen AS I - AS IV stammten von PhytoLab, Vestenbergsgreuth. Handelsmuster von Radix astragali, die als Referenzproben dienten, wurden von der Asam Apotheke in München bezogen.

### Ergebnis

Die Bestimmung von Astragalosid IV als Qualitätsparameter in der Wurzel von *Astragalus mongholicus* setzt sich zusammen aus der Extraktion der Astragaloside und der Hydrolyse von Essig- und Malonsäureestern der vielfältig substituierten Astragaloside. In ersten orientierenden Vorversuchen wurden die beiden Methoden Ph. Eur. und USE verglichen. Dabei zeigte sich, dass die Extraktion mittels Ultraschallbad ca. 10 % weniger an Gehalt an Astragalosid IV ergab als die Methode nach dem Europäischen Arzneibuch (Tabelle 14).

Die Abweichung war auf eine nicht vollständige Hydrolyse der noch vorhandenen acylierten Derivate zurückzuführen, die im HPLC-Chromatogramm nachweisbar waren. Durch eine Erhöhung der Extraktionsschritte von drei auf vier sollte diese Differenz weiter reduziert werden.

Tab. 14: Übersicht zu mittleren Analysenwerten, Standardabweichungen (mg/kg) und Bearbeitungszeiten unterschiedlicher Methoden für die AS IV-Gehaltsbestimmung (MW: Mittelwert, STABW: Standardabweichung)

Method	Ph. Eur. 7.0	USE
Wiederholung	n = 2	n = 3
AS IV (Probe ASAM-2)	563 ± 68	508 ± 127
AS IV (Probe 101)	885 ± 175	756 ± 23
AS IV (Probe 203+242)	2.518 ± 278	2.360 ± 176
Aufreinigungszeit	6 Tage	3 Stunden

Die Vorversuche zeigten darüber hinaus, dass mit der Ultraschallextraktionsmethode evidente Zeit- und Materialeinsparungen möglich waren. So konnte die Zeit zur Vorbereitung der messfertigen Lösung für drei Proben von 6 Tagen auf 3 Stunden reduziert werden. Der große Zeitaufwand für die Extraktion nach Ph. Eur. macht sich auch im Preis für die Analytik von Astragalosid IV bemerkbar. Angebote für Laboruntersuchungen externer Labore von drei Proben entsprechend dem Pharmakopöe-Verfahren zum Methodenvergleich mit der USE beliefen sich auf ca. 2.000 €.

Die USE-Methode wurde erstmals an Proben der Ernte des Jahres 2012 überprüft. Die AS IV-Gehalte aller 140 untersuchten Proben lagen über den geforderten 400 mg/kg mit einer Spannweite von 528 -1.512 mg/kg für den Versuchsstandort Puch und 413 -1.182 mg/kg für den Standort Baumannshof. Eine messtäglich analysierte Referenzprobe ASAM-4 ergab einen Mittelwert von 672 mg/kg (n = 46), bei einer Standardabweichung von 83 mg/kg und einer relativen Standardabweichung von 12 %, was als noch nicht zufriedenstellend angesehen wurde. Die Hydrolyse verlief offenbar nicht vollständig, da noch Spuren (Peaks) von AS I und Malonyl-AS I im Chromatogramm zu sehen waren (Abbildung 46).

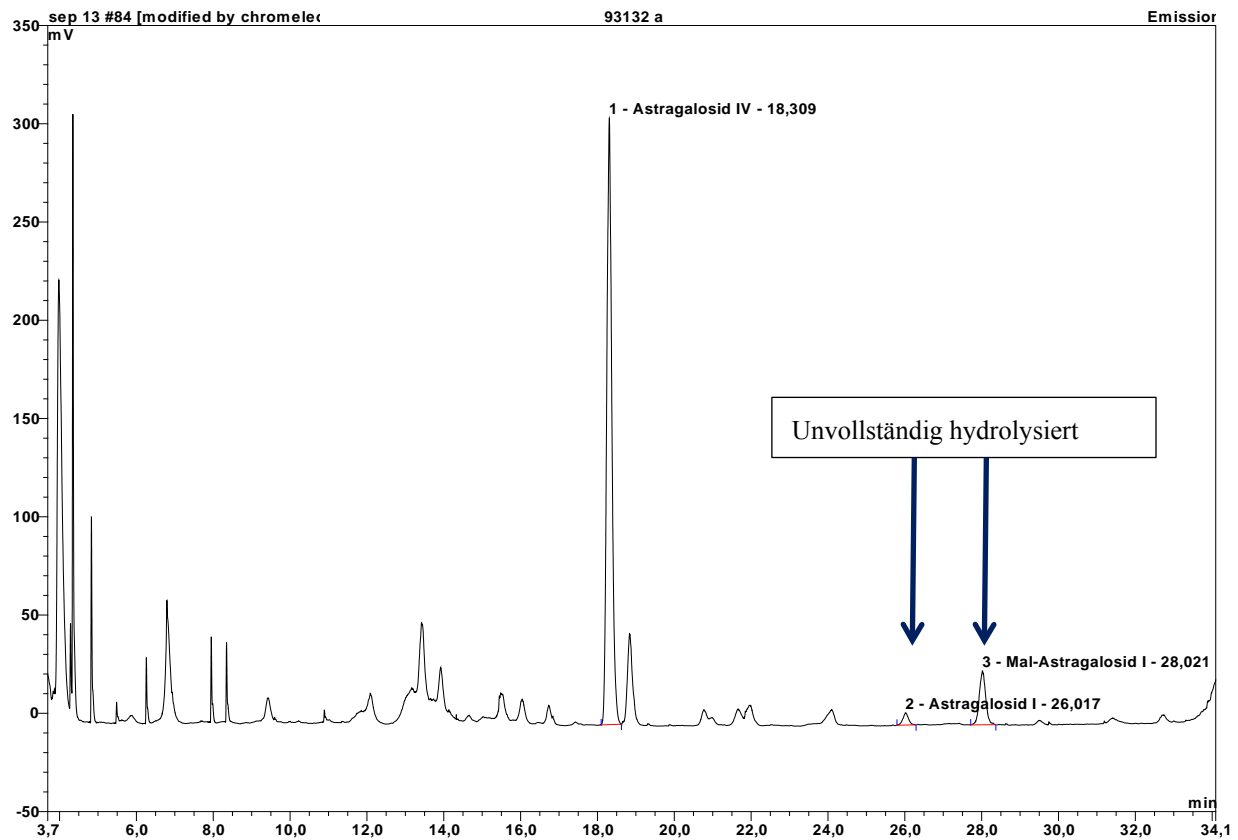


Abb. 46: HPLC-Chomatogramm einer Astragalus-Probe. Die Probenvorbehandlung erfolgte mit der USE-Methode. Peaks zeigen die unvollständig hydrolysierten AS I und Mal-AS I.

Im Hinblick auf eine weitere Methodenoptimierung wurde die Hydrolyse mit der schwachen Base Ammoniak durch die starke Base Natriumhydroxid ersetzt (Methode HyUSE). Zusätzlich wurde die Hydrolyse bei erhöhter Temperatur (60 °C) durchgeführt, um einen besseren Umsatz zu erreichen. Um eine ca. 50%-ige methanolische Extraktionslösung zu erhalten, deren Lösungsvermögen sich gut für die Extraktion von Astragalosid IV eignet, erfolgte nach der Hydrolyse ein Neutralisationsschritt mit Chlorwasserstoff in Methanol. Im Anschluss an den Hydrolyseschritt wurde durch eine Mehrfachextraktion mit reinem Methanol das Astragalosid IV quantitativ erfasst. Die Extraktion mittels Ultraschall wurde beibehalten.

Mit der optimierten Methode HyUSE (2 ml Endvolumen) wurde erneut die Referenzprobe ASAM-4 gemessen. Es konnte ein deutlich höherer Astragalosidgehalt von 1.027 mg/kg ( $n = 17$ ) mit einer relativen Standardabweichung von 15 % gemessen werden. Dies zeigte, dass sich doch eine deutliche Ausbeuteverbesserung gegenüber den 672 mg/kg ( $n = 46$ ) mit der USE-Methode durch die forcierten Hydrolyse Bedingungen erzielen ließen, auch wenn die Streuung noch zu wünschen übrig ließ. Durch den Einsatz von Natriumhydroxid und der moderaten Temperaturerhöhung konnte eine vollständige Abspaltung der Säuren erreicht werden (Abbildung 46). Die Peaks von AS I und Mal-AS I die bei der USE-Methode noch zu sehen waren, sind vollständig verschwunden (Abbildung 47).

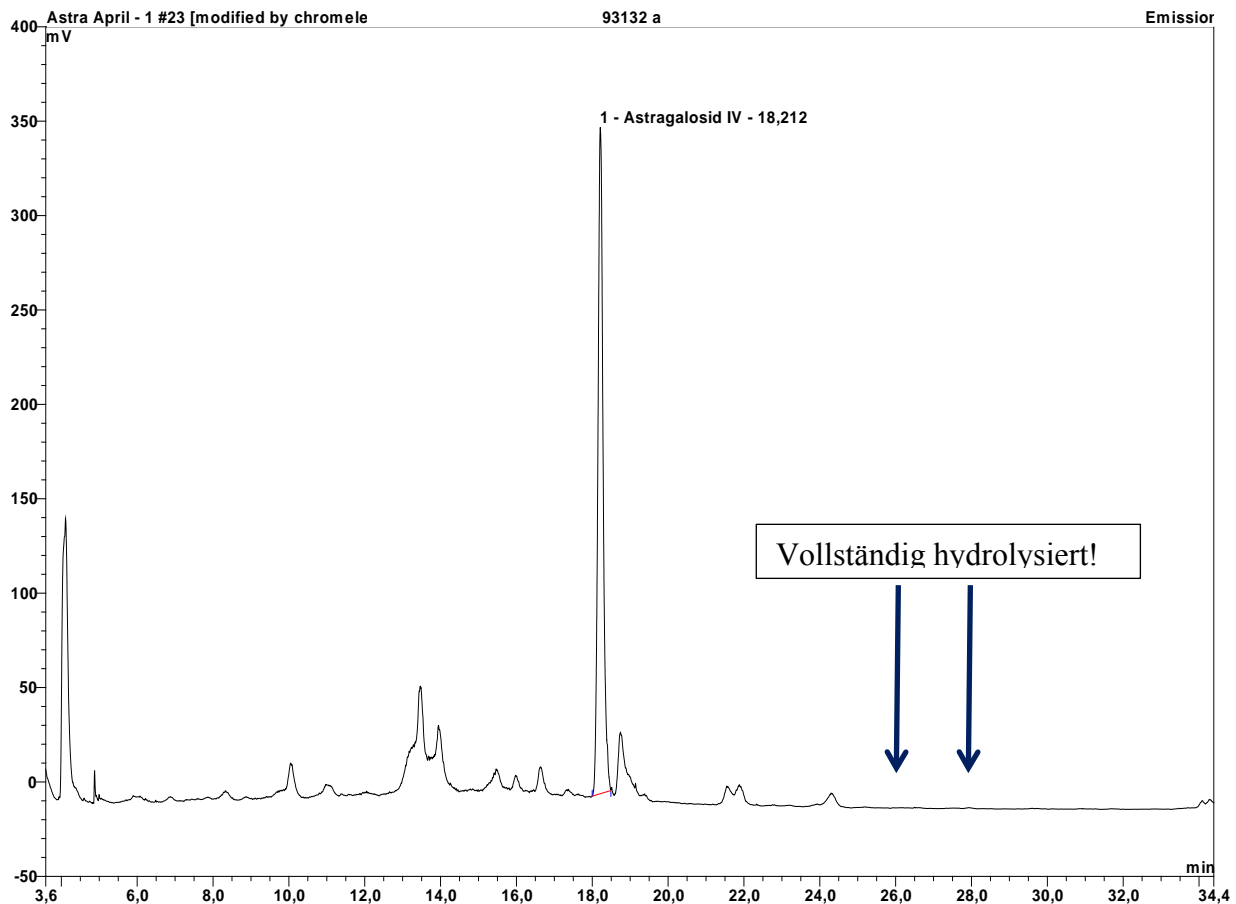


Abb. 47: HPLC-Chromatogramm einer mit HyUSE extrahierten Astragalus-Probe. Astragalosid-Ester sind vollständig hydrolysiert

Eine Bestimmung der Wiederfindung ergab 96 % ( $n = 10$ ) bei einem Gehalt von 850 mg/kg bei einer relativen Standardabweichung von 4 %, was zeigt, dass mit der HyUSE-Methode valide Ergebnisse erzielt werden.

Die Steigerung der Ausbeute an AS IV wurde auch an Proben der Ernte 2012 beobachtet, die nachträglich mit HyUSE (2 ml Endvolumen) analysiert wurden. Bei den Proben des Versuchs 284 am Standort Baumannshof wurden um bis zu 100 % höhere AS IV-Gehalte gemessen als mit der USE Methode (Abbildung 48, Parzelle 3/(1-3)).

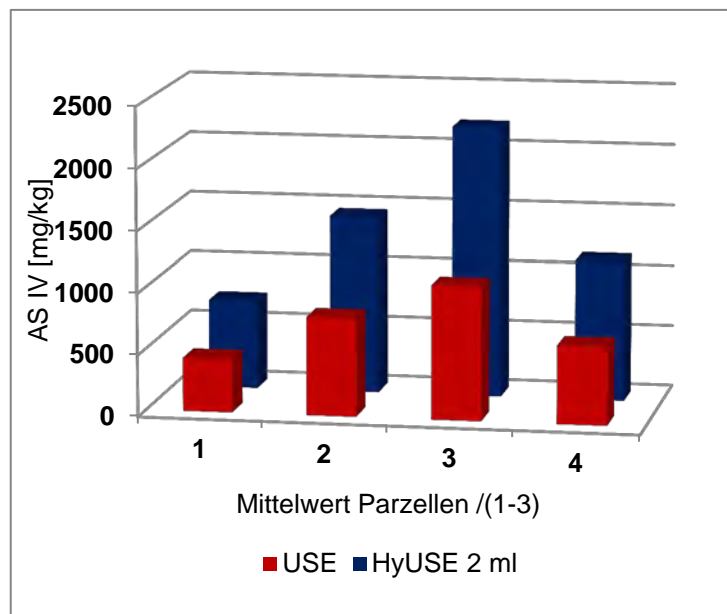


Abb. 48: Steigerung der messbaren AS IV-Gehalte durch die HyUSE- gegenüber der USE-Methode (Proben: Versuch 284, Baumannshof)

Mit dem Ziel eine geringere Varianz zu erreichen, wurde die Einwaage auf 500 mg erhöht und das Endvolumen auf 10 ml eingestellt. Dies ergab eine weitere Steigerung der Ausbeute um ca. 20 % auf über 1.200 mg/kg mit einer relativen Standardabweichung von um die 5 %, unabhängig vom Operator, der die Analysen ausführte (Tabelle 15). Dies wurde als akzeptabler Wert angesehen.

Tab. 15: AS IV-Gehalte der Referenzprobe ASAM-4 in Abhängigkeit von Einwaage, Extraktionsvolumen und bearbeitendem Labormitarbeiter (MW: Mittelwert, STABW: Standardabweichung, RSD: relative Standardabweichung)

<b>Methode</b>	<b>Operator</b>	<b>Anzahl n</b>	<b>AS IV MW [mg/kg]</b>	<b>STADW [mg/kg]</b>	<b>RSD %</b>
HyUSE 2 ml	1	17	1.027	152	15
HyUSE 10 ml	2	10	1.212	57	5
HyUSE 10 ml	1	10	1.255	46	4

Der Probendurchsatz in der Vorbereitung mit HyUSE bewegte sich bei 12 Proben in sechs Stunden. Die angestrebte zeit- und lösungsmittelsparende Schnellextraktion war damit soweit optimiert, dass aus analytischer Sicht zufriedenstellende Ergebnisse erzielt werden. Die HyUSE-Methode wird für die Bestimmung von Astragalosid IV-Gehalten in der Ernte 2014 Verwendung finden und durch zusätzliche Validierungen abgesichert.

Wesentlich höhere Gehalte an Astragalosid IV werden aus Japan berichtet. Steriles Pulver von Radix astragali wurde dabei enzymatisch an einer immobilisierten Kultur eines endophytischen Pilzes deacyliert, wobei Astragaloid IV-Mengen von 7.660 mg/kg gefunden wurden. Das scheint aber eher auf den Chemotyp der Pflanze zurückzuführen zu sein, als auf den Einfluss der enzymatischen Hydrolyse. Da die Summe der einzelnen Astragaloside AS I, AS II und AS III in der japanischen Arbeit 7.120 mg/kg ergibt, steigert die enzymatische Hydrolyse den Gehalt hier um allenfalls ca. 7,5 %<sup>18</sup>.

Für die Züchtungsarbeiten an der LfL ist die optimierte Methode in dieser Phase bereits einsetzbar, da die Gehalte an Astragalosid IV deutlich über dem Mindestgehalt des Ph. Eur. 7.0 in Höhe von 0,04% liegen, „Flops“ mit dieser Methode erkannt werden können und das Zuchtziel keine Steigerung der Gehalte beinhaltet.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: S. Hadler, G. Clasen  
 Kooperation: Dr. H. Heuberger, IPZ 3d  
 Projektdauer: 2011-2014

<sup>18</sup> Process Biochem., 2014, 49, 807-812

### 3.1.8 *Valeriana sisymbriifolia*: Eine interessante Baldrianart?

#### Einleitung

*Valeriana sisymbriifolia* ist eine von sieben Baldrianarten des Nord- und Zentraliran und wird dort seit mehr als tausend Jahren als krampflösendes und beruhigendes Therapeutikum eingesetzt. Die Inhaltsstoffe, die dafür verantwortlich gemacht werden, sind im Wesentlichen Valepotriate und Terpenoide<sup>19</sup>. Im ätherischen Öl der Wurzeln von *Valeriana sisymbriifolia* wurden beispielsweise die Hauptkomponenten Bornylacetat und Valerenal mit Anteilen von je ca. 13 % gefunden, eine Zusammensetzung, die der von *Valeriana officinalis* gleicht<sup>20</sup> (Abbildung 49).

Darüber hinaus gibt es Berichte, dass die Substanz Precocene II in großen Mengen (ca. 35 %) im ätherischen Öl der Wurzeln von *Valeriana sisymbriifolia* zu finden ist<sup>21</sup>. Precocene sind als insektizid wirksame Substanzen bekannt, die die Juvenilhormonbildung stören und Insekten sich zu früh verpuppen<sup>22</sup>. Eine weitere interessante Eigenschaft von Precocene II ist seine Fähigkeit, die Produktion von 3-Acetyldeoxy-nivalenol in Flüssig- und Festkulturen von *Fusarium graminearum* zu inhibieren<sup>23</sup>. 3-Acetyldeoxy-nivalenol ist eine biogenetische Vorstufe von Deoxynivalenol (DON), dem wichtigsten Toxin getreidepathogener Fusariumarten, das unter Umständen zu Problemen in der Nahrungs- und Futtermittelkette führen kann. Der Höchstgehalt an Deoxynivalenol in Getreide und Getreideprodukten ist durch eine EU-Verordnung<sup>24</sup> geregelt.

Für unverarbeitetes Getreide beträgt der Höchstwert 1.250 µg DON pro Kilogramm. Eine Substanz, die die Biosynthese von Deoxynivalenol hemmt, ist damit auch aus Sicht einer möglichen Anwendung zur Toxinreduktion von großem Interesse. Precocene II bietet sich damit für erneute Feldversuche an, um eine mögliche Reduktion der DON-Menge im Anbau zu prüfen. Die dafür benötigten Mengen belaufen sich auf ca. 2-5 g Precocene II. Erste orientierende Versuche mit anderen Verbindungen, die DON-Bildung durch ausgewählte Inhibitoren in Feldversuchen zu reduzieren, verliefen bislang jedoch erfolglos<sup>25</sup>.

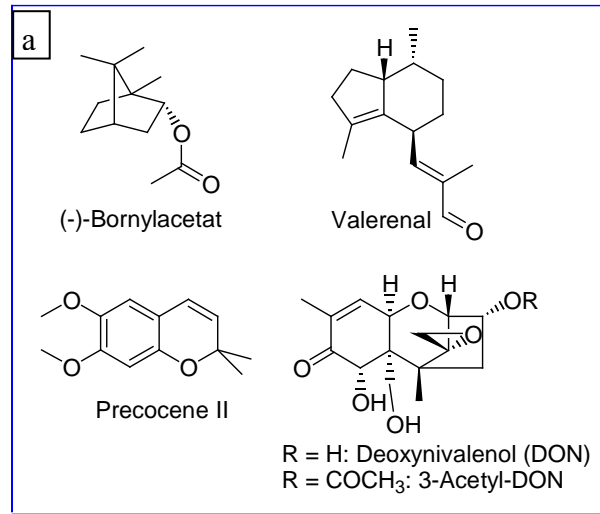


Abb.49: Chemische Strukturen der im Beitrag genannten Verbindungen (a) und Samen von *Valeriana sisymbriifolia* (b)

<sup>19</sup> DARU, Vol. 10, No. 2, 2002, 63-65

<sup>20</sup> LfL, AQU Jahresbericht 2012, 39-41

<sup>21</sup> Nat. Prod. Res., Vol. 24, No. 19, 2010, 1834-1842

<sup>22</sup> Römp-Lexikon Naturstoffe, Thieme 1997, Stuttgart, New York

<sup>23</sup> J. Agric. Food Chem. 2009, 57, 846-851

<sup>24</sup> EU Verordnung 1881/2006

<sup>25</sup> LfL, AQU Jahresbericht 2011, 45-48

## Ziel

Pflanzen von *Valeriana sisymbriifolia* wurden angebaut und vermehrt, um eine größere Menge an Wurzelmaterial zu gewinnen. Ziel war es aus den Wurzeln das ätherische Öl zu destillieren und auf Precocene II hin zu untersuchen. Im Fall, dass die Pflanzen Precocene II produzieren, sollte eine größere Anzahl von Pflanzen angebaut werden, um aus den Wurzeln Precocene II im Grammmaßstab zu isolieren.

## Methode

Die Samen von zwei regional unterschiedlichen Herkünften aus dem Iran wurden 2013 von einem Kollegen aus Teheran zur Verfügung gestellt (Abbildung 49b). Aus den Samen wurden im Gewächshaus Pflanzen angezchtet und ein Teil der Pflanzen auch ins Freiland gepflanzt.

## Ergebnis

Die Samen keimten sehr gut aus und es konnten mehrere Pflanzen angezchtet werden. Die Pflanze selbst ist kleinwüchsig und filigran gebaut (Abbildung 50). Dies fällt insbesondere im direkten Vergleich zu *Valeriana officinalis* Pflanzen auf (Hintergrund Abbildung 51). Die an den Versuchsstandorten Puch und Baumannshof kultivierten Pflanzen entwickelten sich kaum weiter, in Puch überlebte eine der beiden Herkünfte den Winter 2014/15 nicht. Die Kultur in Töpfen im Gewächshaus verlief ebenfalls nicht sehr vielversprechend. Auch hier wachsen die Pflanzen nur sehr langsam, obwohl bei einigen durchaus sehr gute Wurzelballen ausgebildet wurden. Von welchen Herkünften und an welchen Standorten die Pflanzen den Winter überstehen und im zweiten Jahr wieder austreiben werden, wird sich im Frühjahr 2015 zeigen. Die Kultivierung der Pflanze gestaltet sich schwierig und geeignetere Wachstumsbedingungen konnten bislang noch nicht gefunden werden.



Abb. 50: Im Gewächshaus vorgezchtete Pflanze von *Valeriana sisymbriifolia*



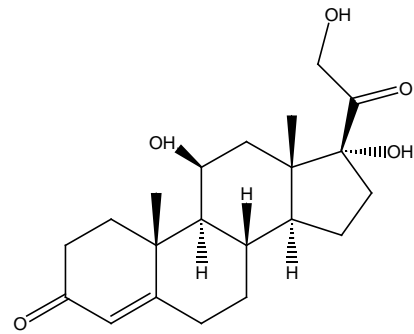
Abb. 51: *Valeriana sisymbriifolia* Pflanzen (2 Reihen im Vordergrund) im September 2014 vor *Valeriana officinalis* Pflanzen im Hintergrund

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: Dr. J. Rieder  
 Kooperation: M. Penzkofer, Dr. H. Heuberger, IPZ 3d  
 Projektdauer: 2013-2015

### 3.1.9 Bestimmung des Stresshormons Cortisol in Fischwasser

#### Einleitung

Hydrocortison (Cortisol) gehört zur Gruppe der Steroidhormone und wird in der Nebennierenrinde gebildet (Abbildung 52). Bei körperlichem und psychischem Stress wird es als Hormon in die Blutbahn freigesetzt, um in Zielorganen die Synthese energiereicher Kohlenhydrate zu veranlassen. Daneben wirkt es auch entzündungshemmend und immunsuppressiv<sup>26</sup>. Es wurde festgestellt, dass freies Cortisol nach Injektion in Regenbogenforellen über die Kiemen ins Wasser abgegeben wird<sup>27</sup>. Die Menge an gebildetem Stresshormon im Fischkörper ließ sich in Korrelation setzen zu der Menge an Cortisol in Wasser und ist somit als Indikator für das Stressniveau von Fischen geeignet. In Studien wurde gezeigt, dass bei Regenbogenforellen, die mit einem Netz gefangen wurden, kurzzeitig aus dem Wasser gehievt und wieder ins Wasser zurückgesetzt wurden, Cortisolkonzentrationen von bis zu 100 ng/l Wasser messbar waren. In der Ruhephase beträgt die Konzentration an Cortisol < 1 ng/l<sup>28</sup>.



Hydrocortison (Cortisol)

Abb.52 : Strukturformel von Hydrocortison (Cortisol)

#### Ziel

Die im Wasser vorhandene Cortisolmenge kann als Indikator für das Stressniveau von Fische angesehen werden. Im Hinblick auf angemessene Haltungsbedingungen eröffnen sich über diesen Analysenparameter Möglichkeiten, die physiologische Aktivität von Fischen zu bewerten. In der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) wurde dazu eine Methode zur Bestimmung von Cortisol in Fischwasser etabliert, deren Nachweisgrenze geeignet ist, die Stressbelastung von Fischen in Wasserproben des Instituts für Fischerei (IFI), Starnberg, adäquat zu analysieren.

#### Methode

Die zu untersuchenden Wasserproben (100 ml) wurden über Festphasensäulen aus Polystyrol-divinylbenzol Absorberharz (HR-X, 3 ml, 200 mg, Macherey und Nagel GmbH, Düren) gepumpt und das absorbierte Cortisol, nach Waschen mit Wasser (5 ml) und Trocknen mit einem Druckluftstrom (3 min) mit Ethylacetat eluiert. Das Eluat wurde im Luftstrom getrocknet und der Rückstand in Wasser (1 ml) gelöst (Ultraschallbad). Die Konzentration an Cortisol wurde mit einem ELISA-Kit aus der medizinischen Diagnostik zur Quantifizierung von Cortisol in Speichel bestimmt (DES6611 Cortisol free in saliva, Demeditec Diagnostic GmbH, Kiel). Eine Referenzverbindung von Cortisol zur Herstellung von Standardlösungen wurde von Sigma-Aldrich, Schnelldorf bezogen.

#### Ergebnis

Das für die Analytik verwendete handelsübliche ELISA-Testkit hat einen Messbereich von 0,1 - 30 ng/ml. Um im Kalibrierbereich des Testkits zu messen, war es notwendig, die

<sup>26</sup> Römpf-Lexikon Naturstoffe, Stuttgart, NewYork: Thieme 1997, 151-52

<sup>27</sup> Gen. Comp. Endocrinol. 1996, 101, 180-194

<sup>28</sup> J. Fish Biol. 2004, 65, 1233-52



Cortisolmenge aus 100 ml Testwasser mit einer Ruhekonzentration von etwa 1 ng/l quantitativ zu extrahieren und in 1 ml aufzunehmen. Die Extraktion erfolgte über Festphasensäulen, die das Hormon absorbieren. Dieser zeitaufwändige Prozess wurde mit einem Gilson-GX-271/274 ASPEC-Roboter (Automated Solid Phase Extraction System) durchgeführt, der entsprechend den erforderlichen Volumina angepasst wurde (Abbildung 53).

Vorversuche mit Standardlösungen in drei unterschiedlichen Konzentrationsbereichen erbrachten sehr gute Wiederfindungsraten von 141, 122 und 105 % für 1 ng/l, 10 ng/l und 25 ng/l. Eine Testreihe von Proben mit unterschiedlich beanspruchten Fischpopulationen wurde analysiert, um die in der Literatur beschriebenen Cortisolkonzentrationen zu prüfen. Bei sechs ausgewählten Wasserproben konnten dabei drei Bewertungsbereiche von ungestört, leicht bis mittel gestresst und höher gestresst unterschieden werden. Die Cortisolkonzentrationen in zwei Proben lagen unter der Nachweisgrenze. Zwei Proben wiesen geringe Gehalte von 2,9 und 4,1 ng/l auf. Eine Probe lag im mittleren Konzentrationsbereich mit 12,6 ng/l. Der höchste Analysenwert befand sich mit 41,6 ng/l noch deutlich unter den publizierten Höchstgehalten von bis zu 100 ng/l.

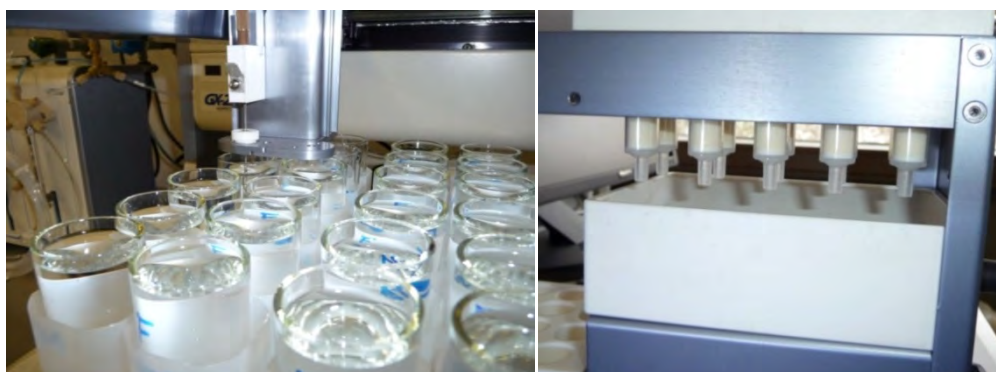


Abb. 53: Wasserproben im Festphasen-Extraktions-System Gilson GX-271/274 (links) und Polystyrol-divinylbenzol-Absorbersäulchen (rechts)

Tab. 16: Analytierte Cortisolgehalte in ausgewählten Wasserproben aus Fischteichen (MW = Mittelwert)

	MW (n = 2)
	ng/l
A00	<1,0
AL0	<1,0
A0	2,9
A15	4,1
A1	12,6
A3	41,6

Die Analyse von 144 Proben ergab, dass davon 65 % unter der Nachweisgrenze von 1 ng/l lagen und die restlichen Proben Cortisolkonzentrationen zwischen 1 – 3 ng/l aufwiesen. Die bestimmbar Cortisolmengen (Tabelle 16) befanden sich damit überwiegend außerhalb eines analytisch aussagekräftigen Konzentrationsbereichs. Für die Versuchsanstellung bietet sich gegebenenfalls an, die Versuche so anzupassen, dass die Testbedingungen normierbar und vergleichbar sind, z.B. durch die Erhöhung der eingesetzten Fisch-Individuen. Insgesamt erwies sich die Methode als geeignet, um unterschiedliche Niveaus stressbedingter Belastungen im Fischwasser zu detektieren.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: I. Schanze  
 Kooperation: Dr. Kay Lübke, Institut für Fischerei (IFI), Starnberg  
 Projektdauer: 2014

### 3.1.10 Schnelle Quantifizierung von lebensfähigen EHEC/EPEC mittels qPCR

#### Zielsetzung

Die DNA-basierte, molekularbiologische Methode der quantitativen real-time PCR (qPCR) ermöglicht hoch spezifische, sensitive und äußerst schnelle Analysen. Beim Vorliegen abgetöteter Mikroorganismen besteht allerdings die Gefahr, dass bei der qPCR der Anteil lebensfähiger Organismen als zu hoch geschätzt wird.

Einige rechtliche Verordnungen fordern Angaben zu lebensfähigen oder die Abwesenheit bestimmter Krankheitserreger in biologischem Material wie organischen Düngemitteln oder behandeltem Bioabfall. In solchen Fällen ist es wichtig, mit molekularbiologischen Methoden nur die DNA von lebenden, vermehrungsfähigen Keimen zu erfassen (Abbildung 54).

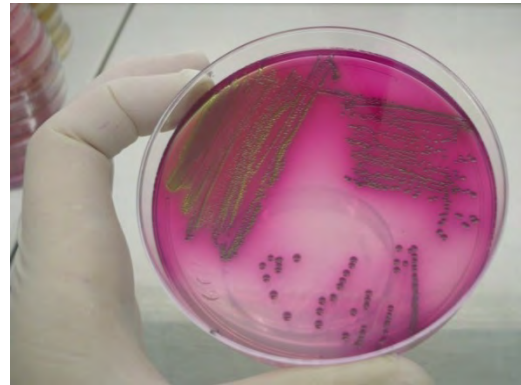


Abb. 54: Verdünnungsausstrich einer EPEC-Kultur auf Endo-Agar

Im Rahmen des vom Bayerischen Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten geförderten Projektes „Entwicklung eines Schnellscreenings auf Pathogene in landwirtschaftlich relevanten Substraten“ (K/11/08) wurde eine Methode entwickelt, die es ermöglicht, schnell zwischen qPCR-Signalen der DNA lebensfähiger und nicht lebensfähiger enterohämorrhagischer/enteropathogener *Escherichia coli* Bakterien (EHEC/EPEC) zu unterscheiden und nur den Anteil lebensfähiger Keime zu quantifizieren.

#### Methode

In ein Biogas-Gärgemisch wurde eine definierte Konzentration an EPEC-Bakterien des Stammes LGL 38122 aus einer exponentiell wachsenden Kultur eingestellt. Das Gemisch wurde in Keimträger gefüllt und den Bedingungen eines Labor-Biogasfermenters ausgesetzt. Nach definierten Expositionszeiten wurden EHEC/EPEC in den Keimträgerinhalten in Anlehnung an die Methode L07.18 § 64 LFGB kultivierungsbasiert angereichert. Diese Methode besteht u.a. aus einer Voranreicherung in modifiziertem Tryptose Soja Bouillon (mTSB) mit Antibiotika-Supplement (Novobiocin; „mTSB+N“) und einer nachfolgenden Überimpfung in mTSB als Hauptanreicherungsschritt. Nach Inkubation wird diese Kultur auf Endo-Agar ausgestrichen. Die Kultivierung wurde in Log-Verdünnungsreihen und in Triplikaten durchgeführt, um eine Quantifizierung über die MPN-Statistik zu gewährleisten. Die qPCR Analysen erfolgten vor und nach der Voranreicherung, nach der Hauptanreicherung und von Zellsuspensionen der Kolonien auf Endo-Agar in sterilem Wasser. Der Nachweis des EPEC-Stammes LGL 38122 erfolgte mit einem qPCR-System für das Gen Enterohämolysin (*Ehly*), welches im Projekt über bioinformatische Routinen entwickelt und evaluiert wurde. In der qPCR wird die Probe mit einem  $C_q$ -Wert charakterisiert. Dieser Wert stellt den Zyklus dar, bei dem die gemessene Fluoreszenz im Verlauf der PCR-Analyse einen Schwellenwert (Threshold, Abbildung 55) überschreitet.

#### Ergebnisse

Die Exposition gegenüber den Bedingungen in Labor-Biogasanlagen bewirkte eine Reduktion der lebensfähigen EPEC-Bakterien in unterschiedlichem Ausmaß. Dadurch standen drei verschiedene Ausgangssituationen für die Analysen zur Verfügung: Untersu-

chungsmaterial mit der DNA (I) von ausschließlich lebensfähigen, (II) von lebensfähigen und nicht lebensfähigen und (III) von ausschließlich nicht lebensfähigen Zellen.

Verdünnungen der Voranreicherungskulturen ohne lebensfähige Zellen (III) ergaben in der qPCR entweder kein Signal ( $C_q > 40$ ), wenn die DNA durch die Verdünnung oder durch mikrobiellen Abbau im Fermenter eliminiert wurde, oder ein Signal, das durch die Anwesenheit von DNA inaktivierter Zellen hervorgerufen wurde. Durch die Anwendung der neuen Methodik konnten solche qPCR-Signale von Signalen lebensfähiger Zellen (I oder II) unterschieden werden, indem die  $C_q$ -Werte nach Inkubation ( $C_q[\text{mTSB+N}]$ ) mit den  $C_q$ -Werten der analogen Verdünnung vor Inkubation ( $C_q[\text{BI}]$ ) verglichen wurden. Wenn  $C_q[\text{mTSB+N}] \geq C_q[\text{BI}]$  zutraf, stammte die nachgewiesene DNA von toten EPEC-Zellen. Wenn  $C_q[\text{mTSB+N}] < C_q[\text{BI}]$  zutraf, hatten sich lebensfähige EPEC-Zellen vermehrt und eine Zunahme der im Ansatz vorhandenen DNA verursacht (Abbildung 55).

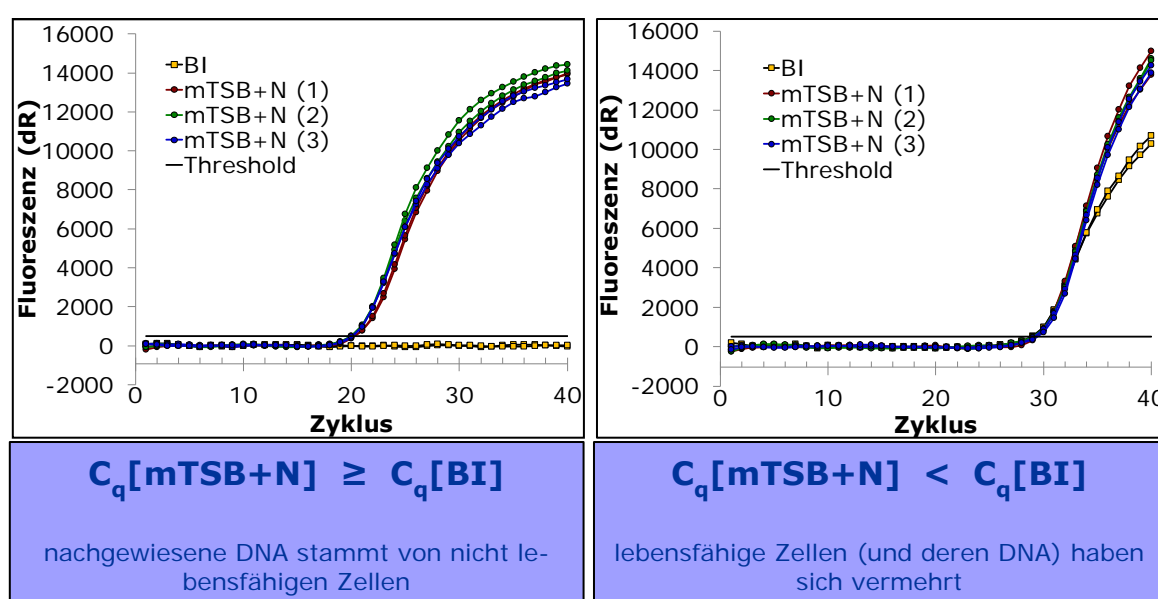


Abb. 55: Vergleich der Ehly-qPCR-Signale aus Voranreicherungskulturen von EPEC-Bakterien vor (BI) und nach der Inkubation (mTSB+N)

Ein ähnlicher Ansatz wurde zum Vergleich der qPCR-Signale vor und nach der Inkubation der Hauptanreicherung erfolgreich angewendet. Dabei wurde der Verdünnungsschritt bei der Inokulation der Hauptanreicherungskultur berücksichtigt. Die Ergebnisse wurden mittels qPCR-Analyse der Zellsuspensionen überprüft, die auf Endo-Agar gewachsen waren.

Die neuentwickelte Methode ermöglicht es damit, zwischen qPCR-Signalen der DNA lebensfähiger und nicht lebensfähiger EHEC/EPEC-Zellen zu unterscheiden und mittels MPN-Statistik ausschließlich den Anteil lebensfähiger Zellen zu quantifizieren. Die Quantifizierung dauerte weniger als 24 h, wodurch die Analysedauer um 1,5 d im Vergleich zur Referenzmethode gekürzt werden konnte.

Projektleitung: Dr. M. Lebuhn  
 Projektbearbeitung: B. Fröschle, I. Kinker  
 Finanzierung: Bayer. Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft u. Forsten  
 Projektdauer: 01.10.2011-30.06.2015

### 3.1.11 Anaerobe Pilze in landwirtschaftlichen Biogasanlagen?

#### Zielsetzung

Anaerobe Pilze (AP) sind im Pansen von Wiederkäuern Primärbesiedler pflanzlicher Rohfaser. Taxonomisch werden alle bekannten anaeroben Pilze im Phylum der *Neocallimastigomycota* zusammengefasst, das in sieben Gattungen unterteilt ist: *Neocallimastix*, *Orpinomyces*, *Anaeromyces*, *Piromyces*, *Caecomyces*, *Cyllamyces* und *Buwchfawromyces*. Mittlerweile wurden sie auch bei anderen Tieren wie z.B. Reptilien, Termiten und Mäusen nachgewiesen. Es ist davon auszugehen, dass eine Vielzahl an AP noch unbekannt ist.

Eine Besonderheit stellen ihre Ausbreitungsformen dar, die sogenannten Zoosporen (Abbildung 56). Sie ermöglichen den AP eine gezielte aber auch flexible Ausbreitung. Sie nehmen phenolische Verbindungen in der pflanzlichen Biomasse chemotaktisch wahr und können sich mit ihren Flagellen gezielt in deren Richtung bewegen. Dort heften sie sich an das pflanzliche Material an und werfen ihre Flagellen ab. Während der Keimung bilden sie Anheftungsstrukturen aus, die in pflanzliche Zellen eindringen und sie mechanisch aufbrechen können. In Abbildung 57 ist die Anheftungsstruktur des Isolats CaDo 16a zu sehen, ein filamentöses, verzweigtes Rhizoid.

Die AP kombinieren diese mechanische Zerkleinerung mit enzymatischem Abbau, um auch stärker lignifizierte Biomasse anzugreifen. Um die freiwerdenden Makromoleküle (u.a. Cellulose, Hemicellulose) zu nutzen und auch für andere Mikroorganismen z.B. im Biogasprozess zugänglich und verwertbar zu machen, verfügen AP über unterschiedliche cellulolytische und hemicellulolytische Enzyme, die in Cellosomen (extrazelluläre Multienzymkomplexe) gebündelt sind und so ideal synergistisch wirken können. Für den Biogasprozess besonders interessant wäre eine bessere Verwertung von rohfaserreichen Reststoffen wie z.B. Landschaftspflegegut oder Stroh. Solche Substrate werden bisher wenig genutzt, weil sie schlechte Gasausbeuten bringen, sehr lange Verweilzeiten bräuchten und mechanische Prozessstörungen auslösen können.

Ziel des Verbundvorhabens „Verbesserung der Effizienz von Biogasanlagen durch anaerobe Pansenpilze“ war es zu prüfen, ob ein Einsatz anaerober Pilze es ermöglicht, den Aufschluss schwer abbaubarer lignocellulosereicher Biomasse (LCB) im Biogasprozess zu verbessern. Im Bereich Mikro- und Molekularbiologie (LfL, AQU1c) sollten spezifische Nachweissysteme für AP und ihre Abbauaktivität entwickelt werden. Mit deren Hilfe sollte auch ermittelt werden, welche Rolle AP aktuell in landwirtschaftlichen Biogasanlagen spielen.

#### Methode

Zur Quantifizierung von AP aus Umweltproben wurde das rDNA-Gen der kleinen ribosomalen Untereinheit (18S rDNA bzw. *rrs*) ausgewählt. Es ist innerhalb der verschiedenen AP-Arten stark konserviert und eignet sich gut zur Quantifizierung der Pilze. Die vorhan-



Abb. 56: Lichtmikroskopische Aufnahme der polyflagellierten Zoosporen des Isolats CaDo 16a; Z=Zoospore; PF=Polyflagella

dene Biomasse wurde mittels quantitativer Real-Time PCR (qPCR) aus einer Verdünnungsreihe eines *Neocallimastix* sp. Zellmasse-Standards bestimmt. In der qPCR wird die Anzahl der in einer Probe vorhandenen Genkopien ermittelt. Mit der Annahme, dass sich die Genkopienzahl in den verschiedenen AP nicht drastisch unterscheidet, kann die AP-Biomasse aus der ermittelten Anzahl der Genkopien zumindest grob abgeschätzt werden.

Zur molekulargenetischen Quantifizierung der Aktivität anaerober Pilze gibt es bisher keine anerkannten Messsysteme. Um diese Lücke zu schließen, wurde in der vorliegenden Studie ein solches entwickelt. Das System hat das Gen einer in AP weit verbreiteten Endoglucanase aus der Glycosylhydrolase Familie fünf (GH5) als Ziel. Das daraus resultierende Enzym ist für die Spaltung von Cellulose an amorphen nicht kristallinen Stellen zuständig. Sind anaerobe Pilze aktiv beteiligt, pflanzliches Material zu zersetzen, benötigen sie dieses Enzym. Die Produktion des Enzyms erfordert die Bildung von Boten-RNA (mRNA). Diese mRNA wird im Labor extrahiert und über reverse Transkription in cDNA umgeschrieben. Mittels qPCR kann die cDNA dann quantifiziert und damit die transkriptionelle cellulolytische Aktivität anaerober Pilze bestimmt werden.

Zur Bestimmung der Phylogenie anaerober Pilze wurde das RNA-Gen der großen ribosomalen Untereinheit genutzt (28S rDNA bzw. *rrl*). Bisher wurde dazu vorzugsweise die ITS 1 Region (internal transcribed spacer) verwendet. Die hohe Variation innerhalb dieses Genabschnitts ist einerseits gut für eine hohe phylogenetische Auflösung, andererseits ist eine genaue Einordnung häufig schwierig, da auch hohe Variationen innerhalb einzelner AP Spezies auftreten können. Das LSU Gen bietet den Vorteil, dass es innerhalb der AP konservierter ist aber noch eine gute Trennung der einzelnen Gattungen und den ersten Analysen zufolge auch von AP-Spezies (Arten) ermöglicht.

## Ergebnisse

Über das Vorkommen von AP in Biogasanlagen war bisher nichts bekannt. Mit den entwickelten qPCR-Systemen konnte AP-Biomasse in sieben von zwölf Pilot-Biogasanlagen (PB) nachgewiesen werden. Sie lag im Bereich 0,8 bis 4,3  $\mu\text{g/ml}$ .

In Gär gemischen von zwei Pilotbetrieben wurden  $4,18 \cdot 10^4$  bzw.  $1,9 \cdot 10^4$  mRNA-Transkripte des AP-Endoglucanase Gens GH5 pro ml Frischmasse gemessen, was darauf schließen lässt, dass die AP auch cellulolytisch aktiv waren.



Beim Versuch, aus zwei Anlagen AP anzureichern, konnte aus Pilotbetrieb 21 ein anaerober Pilz isoliert werden (Abbildung 57). CaDo 16a konnte über Analysen seiner LSU Sequenz der monozentrischen Gattung *Piromyces* zugeordnet werden. Es verbreitet sich über polyflagellierte Zoosporen (Abbildung 56). Molekulargenetisch am ähnlichsten ist die Sequenz JX848540 aus einer Pilzanreicherungskultur, die aber nicht näher klassifiziert ist. Dem phylogenetischen Stammbaum zufolge (Abbildung 58) ist CaDo 16a aber einer neuen *Piromyces*-Klade zuzuordnen. CaDo 16a ist der erste anaerobe Pilz, der aus einer Biogasanlage isoliert werden konnte. Dieses Ergebnis bekräftigt die Annahme,

Abb. 57: Lichtmikroskopische Aufnahme des Isolats CaDo 16a aus einer Biogasanlage

dass sich aktive lebensfähige anaerobe Pilze in Biogasanlagen befinden können. Ob sie sich jedoch dauerhaft in einer Biogasanlage ansiedeln oder immer wieder über tierische Einsatzstoffe in die Anlage transportiert werden, bleibt zu prüfen.

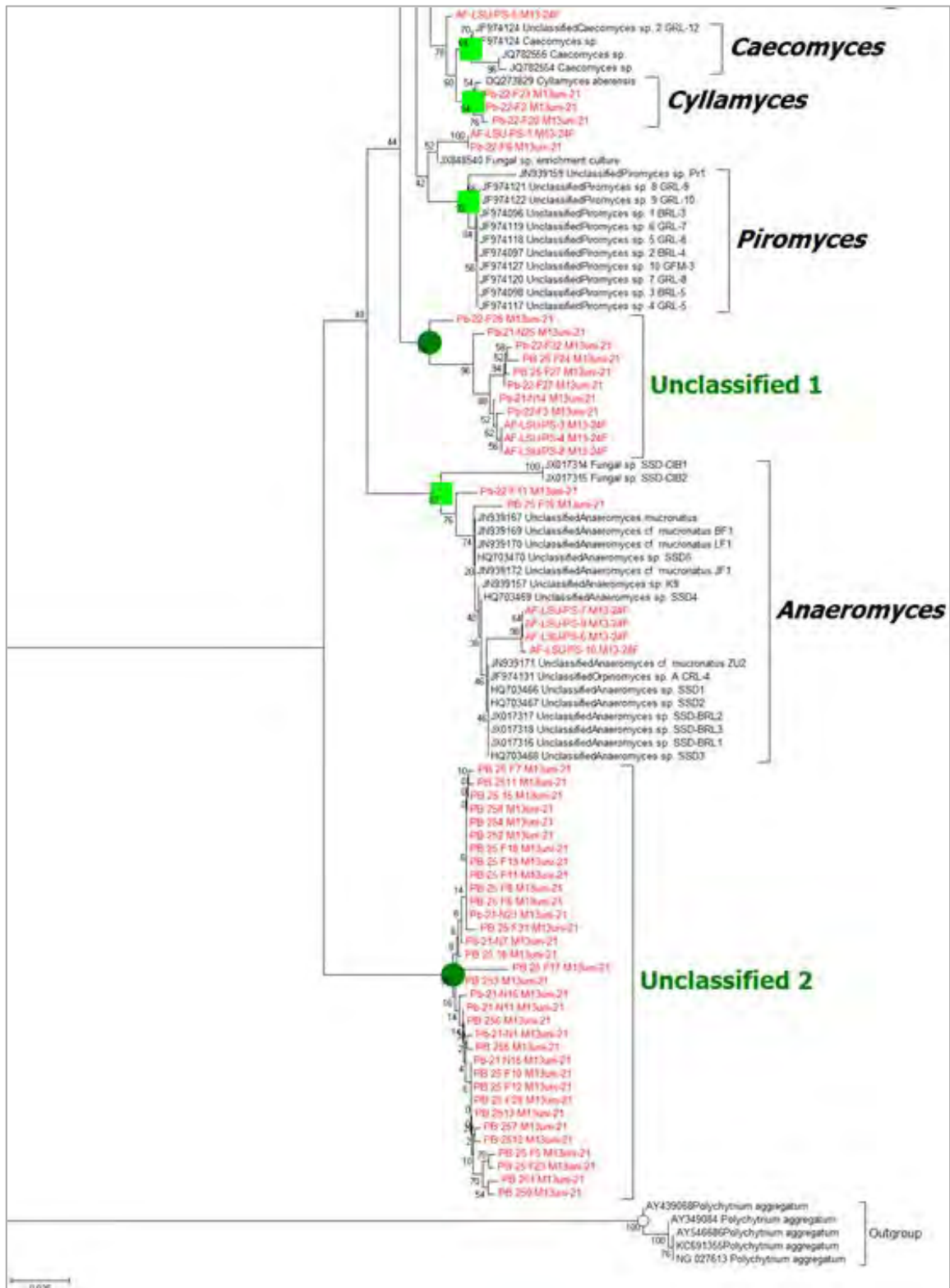


Abb. 58: Ausschnitt aus einem phylogenetischen Stammbaum basierend auf dem LSU-Gen anaerober Pilze. Klonsequenzen aus Biogasanlagen sind rot markiert.

Zusätzlich zu den quantitativen Analysen wurde mit dem PCR System AF LSU bestimmt, welche verschiedenen AP in den landwirtschaftlichen Anlagen vertreten waren. Zum Vergleich wurde die Diversität in einer Pansensaftprobe vom Rind erfasst (Abbildungen 58 und 59). In den untersuchten Anlagen wurden unterschiedliche Pilzpopulationen gefunden. Es konnten Vertreter der Gattungen *Cyllumyces*, *Anaeromyces*, *Orpinomyces* und *Neocallimastix* nachge-

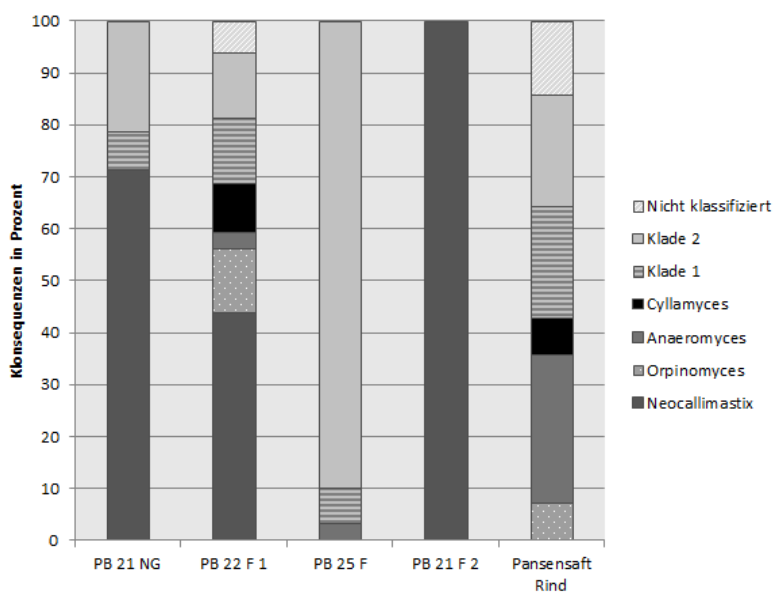


Abb. 59: Zusammensetzung der AP-Population in Fermentern (F) und einem Nachgärer (NG) bayerischer Pilot-Biogasanlagen (PB) sowie einer Rinder-Pansensaftprobe

wiesen werden. Sie sind im Ausschnitt des erstellten Stammbaums (Abbildung 58) vertreten. Zusätzlich konnten zwei neue Kladen

(Unclassified 1 und Unclassified 2) definiert werden, die keiner bisher bekannten Gattung zugeordnet werden konnten, sich aber von allen anderen Sequenzen klar abgrenzten. Einige Sequenzen waren ebenfalls nicht zuordenbar, bildeten aber keine klaren Cluster. In Abbildung 58 wurden sie daher vorerst als nicht klassifiziert aufgeführt. In PB 21 war die Gattung *Neocallimastix* dominant und in PB 25 die bisher unbekannte AP-Klade 2. Im Fermenter der PB 22 war die AP-Diversität am größten und kam der Pansensaftprobe am nächsten. Mit 79 % Rindermist und -gülle lag in PB 22 aber auch der größte Eintrag an tierischem Material vor, was ihr vielfältiges Vorkommen dort erklären könnte.

Die Ergebnisse zeigen, dass anaerobe Pilze bereits Bestandteil der Biozönose in landwirtschaftlichen Biogasanlagen sein können, vor allem, wenn sie mit tierischen Einsatzstoffen betrieben werden. Ob AP in Biogasanlagen dauerhaft lebensfähig und aktiv sein können, ist zu prüfen.

- Projektleitung: Dr. M. Lebuhn
- Projektbearbeitung: V. Dollhofer, E. Madge-Pimentel
- Finanzierung: Bayer, Staatsministerien für Ernährung, Landwirtschaft u. Forsten sowie für Wirtschaft und Medien, Energie und Technologie
- Projektdauer: 01.07.2012-31.12.2014
- Kooperation: Institut für Landtechnik und Tierhaltung (ILT), Technische Universität München, Lehrstuhl für Tierhygiene, Hochschule Weihenstephan Triesdorf, Fakultät Land- und Ernährungswirtschaft

### 3.1.12 Weiterentwicklung eines schnellen NIRS-Messverfahrens für DON belastetes Getreide

#### Einleitung

Durch die stetig wachsende Weltbevölkerung entsteht eine steigende Nachfrage nach Getreide für die Produktion von Futter- und Lebensmitteln. Dabei können schon auf dem Feld, aber auch bei der Lagerung, insbesondere wenn in Drittweltländern nicht genügend Lagerfläche bereitgestellt werden kann, erhebliche Mengen an mit Pilzen kontaminiertem Getreide anfallen. Weinmann & Frauz, schätzen in einer Studie aus dem Jahr 2007, dass in Deutschland pro Jahr ca. 3,8 Millionen Tonnen Getreide durch Pilzbefall kontaminiert sein können, wenn ungünstige klimatische Bedingungen zur Getreideblüte auftreten (Abbildung 60). Dabei kommen häufig Pilze der Gattung *Fusarium* vor, welche unter anderem das Mykotoxin Deoxynivalenol (DON) bilden können. Wenn die Konzentration dieses Toxins dabei den in der EU festgelegten Grenzwert von 1.250 µg/kg überschreitet, sind diese Chargen nicht mehr für den Verzehr durch den Menschen geeignet (EU-Verordnung Nr. 1881, 2006).



*Abb. 60: Getreide unterliegt Witterungs-, Lager- und Umwelteinflüssen und kann mit Mikroorganismen kontaminiert sein*

Um diese Kontaminationen zuverlässig zu erfassen, werden geeignete Analyseverfahren benötigt. Mit ELISA- oder HPLC-Verfahren existieren etablierte Methoden zur Bestimmung des DON-Gehalts in der Routine-Diagnostik. Diese Verfahren sind allerdings teuer und nur im Labor durchführbar, und die Proben müssen aufwändig vermahlen werden. Neben den gängigen Laboranalysenverfahren existieren so genannte Schnelltests. Diese beschränken sich in ihrer Aussagekraft darauf, ob der DON-Gehalt über bzw. unter einem bestimmten Wert liegt und liefern nur eingeschränkt verlässliche Analysenwerte.

#### Ziele

Ein Ziel war daher die Entwicklung und Validierung eines neuen DON-Messverfahrens durch Single-Kernel-Nah-Infrarot (SKNIR). Die spektroskopischen Schnellverfahren, insbesondere Nahinfrarot-Spektroskopie (NIRS), haben in den letzten Jahren in vielen Bereichen der Industrie und in der Verarbeitung von landwirtschaftlichen Rohstoffen Einzug gehalten. Diese können bei ausreichender Genauigkeit in vielen Bereichen zur qualitativen und quantitativen Analyse und Beurteilung von Feststoffen, Flüssigkeiten und Gasen eingesetzt werden. So werden z.B. optische Sortierer schon lange in der Getreideverarbeitung eingesetzt, um schadhafte Körner, Reiskörner mit Verfärbungen und „Mutterkorn“ aus Roggenpartien zu entfernen. Die neuesten Techniken verwenden Diodenarrays, um einen höheren Durchsatz zu verarbeiten. Es gab auch schon Versuche in der Getreideverarbeitung mit Nahinfrarottechnologie zur Entfernung von Fremdsamen und zur Prüfung des Wassergehalts von Getreidepartien oder der Fettbestimmung in Sesamsamen. Jedoch haben diese Techniken bisher noch keine Verbreitung gefunden, da diese zu teuer und zu ungenau waren. Dabei steht und fällt jede NIR-Anwendung mit der Qualität der Kalibrati-



on und dem Aufwand, erst einmal hunderte von zugehörigen „nasschemischen Analysen“ zu jedem Spektrum zu analysieren.

Es lag daher nahe, aufbauend auf die Erfahrungen im Bereich der Rohstoffanalytik (AQU2), an der Landesanstalt für Landwirtschaft eine Kalibration für die Getreidequalitätsbeurteilung mit Nahinfrarot-Messgeräten weiterzuentwickeln. Ziel war es, eine schnelle Messmethode für möglicherweise mit DON belastete, einzelne Körner zu entwickeln, mit deren Hilfe eine spätere Selektion und Sortierung von Getreidepartien ermöglicht werden kann.

### **Stand der Technik**

Die Nahinfrarotspektroskopie beruht auf der Absorption von Energie elektromagnetischer Strahlung durch kovalente Bindungen in Molekülen. Im nahinfraroten Bereich absorbieren insbesondere Bindungen, an denen Wasserstoff-Atome beteiligt sind – wie z.B. O-H oder C-H – spezifisch die Strahlungsenergie bestimmter Wellenlängen. Durch die Absorption verändert sich das gemessene Spektrum, das von dem Korn reflektiert wird, was dazu verwendet werden kann, um auf den DON-Gehalt rückzuschließen.

Es ist allerdings darauf hinzuweisen, dass der DON-Gehalt nur indirekt bestimmt wird. Für eine direkte Bestimmung sind die Konzentrationen im Korn für eine Detektion zu niedrig. Es werden daher nur die Auswirkungen, die der Pilzbefall auf die Kornzusammensetzung hat, gemessen. Laut Oechsner (2006) gehen während des Pilzbefalls ca. 8-10 % der Stärke und bis zu 17 % der Zuckerfraktion verloren. Dadurch kann man rückzuschließen, dass je stärker sich die Kornzusammensetzung (und dadurch das Spektrum) verändert, desto höher ist der Grad des Pilzbefalles, was gleichzeitig bedeutet, dass mehr DON produziert wurde. Dieser Zusammenhang wird zunutze gemacht, um den DON-Gehalt in Körner zu bestimmen.

Um einen repräsentativen DON-Gehalt einer Probe zu erhalten, reicht es allerdings nicht aus, Spektren von der Oberfläche zu erstellen. Die Belastung beschränkt sich oft auf nur einen Bruchteil der Körner einer Probe, in welchen dafür sehr hohe Konzentrationen vorliegen. Angenommen es wird nur die Oberfläche bestrahlt, so besteht die Möglichkeit dass genau die belasteten Körner sich im Lichtschatten befinden und nicht erfasst werden können. Somit ist es notwendig die Körner einzeln zu untersuchen um eine repräsentative Aussage zu erhalten.

Dabei war der erste Schritt die Erstellung einer Kalibrierung mithilfe von Referenzmaterialien. Für die Kalibrierungserstellung wurden 119 Proben verwendet. Der DON-Gehalt wurde mittels HPLC bestimmt. Diese Werte dienten als Referenz für die Kalibrierung.

### **Durchführung und Praktische Messung**

Das SKNIR (Single-Kernel-Nearinfrared) ist ein Prototyp der Firma Perten, welcher für die LfL konzipiert und hergestellt worden ist (Abbildung 61). Die Aufgabe besteht darin, von jedem einzelnen Korn ein Spektrum im Nahinfrarotbereich aufzuzeichnen. In unserem Fall wurde ein Wellenlängenbereich von 900-1650 nm verwendet.

Für jede Messung einer Probe werden 300 einzelne Körner benötigt. Dabei wird die gesamte Probe von etwa 300 g zuerst dreimal mithilfe eines Probenteilers durchmischt und mehrere Einzelproben entnommen. Dann werden die Einzelproben vereinigt und nochmal vermischt. Dadurch ist gewährleistet, dass die belasteten Körner statistisch gesehen

gleichmäßig in der Sammelprobe verteilt sind. Anschließend werden 300 Körner durch das Körnerzählgerät Contador der Firma Pfeuffer abgezählt. Diese 300 Körner werden daraufhin in den Teller des SKNIR gegeben. Sobald die Messung gestartet wird, saugt eine rotierende Scheibe mit kleinen Öffnungen am Rand die Körner einzeln mittels Unterdruck an und transportiert diese in den Messraum. Dort wird von jedem Korn aus 20 Einzelspektren ein Mittelwertspektrum aufgezeichnet und ein Bild aufgenommen. Die Messzelle dreht sich daraufhin um 180°, wodurch das bereits gemessene Korn ausgeworfen und die Messzelle für das nächste Korn wieder frei wird. Dieser Vorgang wiederholt sich solange bis alle 300 Körner gemessen wurden.

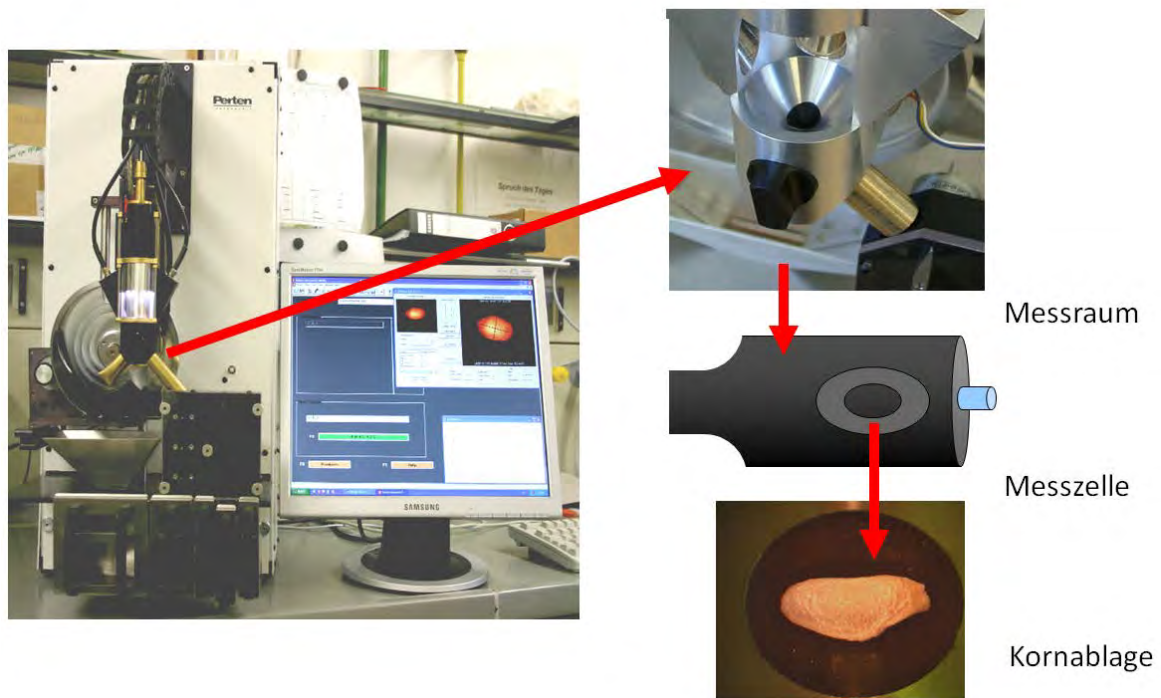


Abb.61: Aufbau des SKNIR-Messgerätes mit Messraum, Messzelle und Kornablage

## Ergebnisse

Als Probenmaterial dienen insgesamt 119 W eisenproben mit bekannter DON-Konzentration der Versuchsstandorte Frankendorf und Landsberg aus dem Jahr 2012. Von jeder dieser 119 Proben wurden je drei Messungen durchgeführt. Bei der ersten Kalibrierung wurden alle 300 Spektren der jeweiligen Proben vom Programm Ucal gemittelt. Diesen gemittelten Spektren wurden anschließend die entsprechenden Referenzwerte zugewiesen.

In der Abbildung 62 sind jeweils zwei Messungen von unbelasteten Körnern und zwei Messungen von DON-belasteten Körnern zu sehen. Die Nahinfrarot-Spektren der belasteten Körner sind deutlich flacher, haben ein niedrigeres Niveau und die Steigungen der Kurven sind flacher als bei den Spektren unbelasteter Körner.

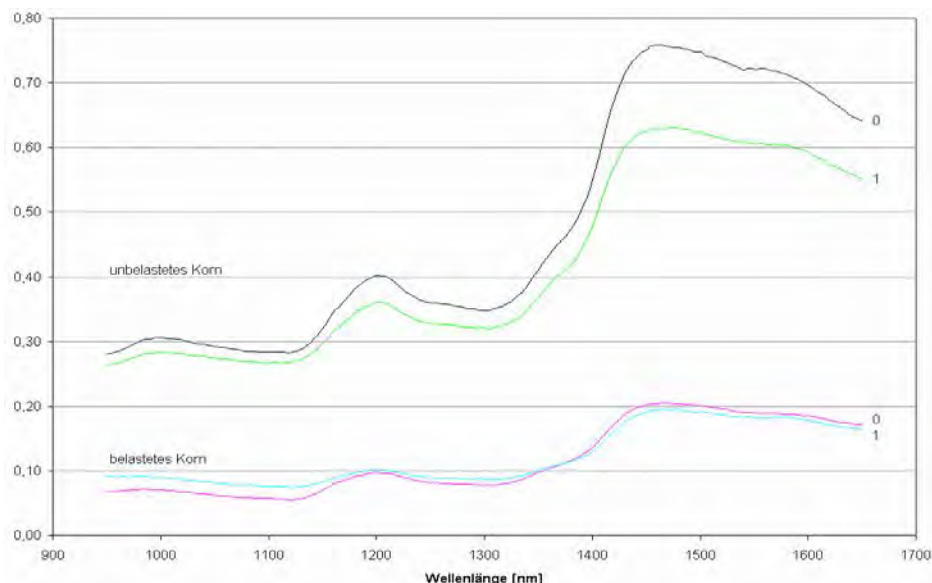


Abb. 62: NIR-Spektren je zweier mit DON-belasteten und unbelasteten Körnern

Untersuchungen haben gezeigt, dass Proben mit einem DON-Gehalt von über 5.000 ppb von den Referenzwerten abwichen. Die hohen Werte konnten nicht vom SKNIR-Detektor erfasst werden, da die Nahinfrarotstrahlen nur etwa 1 mm weit in das Korn eindringen können. Dadurch wird bei hochbelasteten Körnern, in welchen der Pilz auch in tieferen Schichten zu stofflichen Veränderungen geführt hat, ein niedrigerer theoretischer DON-Wert ermittelt als tatsächlich vorhanden ist. Aus diesem Grund wurden alle Proben mit einem Referenzwert von über 5000 ppb für die Kalibrierung nicht berücksichtigt und zudem Ausreißer eliminiert. Als Ausreißer wurden alle Werte bestimmt, welche sich außerhalb des 95 %- Vertrauensbereichs befanden. Es wurde daraufhin eine neue Kalibrierung erstellt, in welcher diese Werte zuvor entfernt wurden (Abbildung 63).

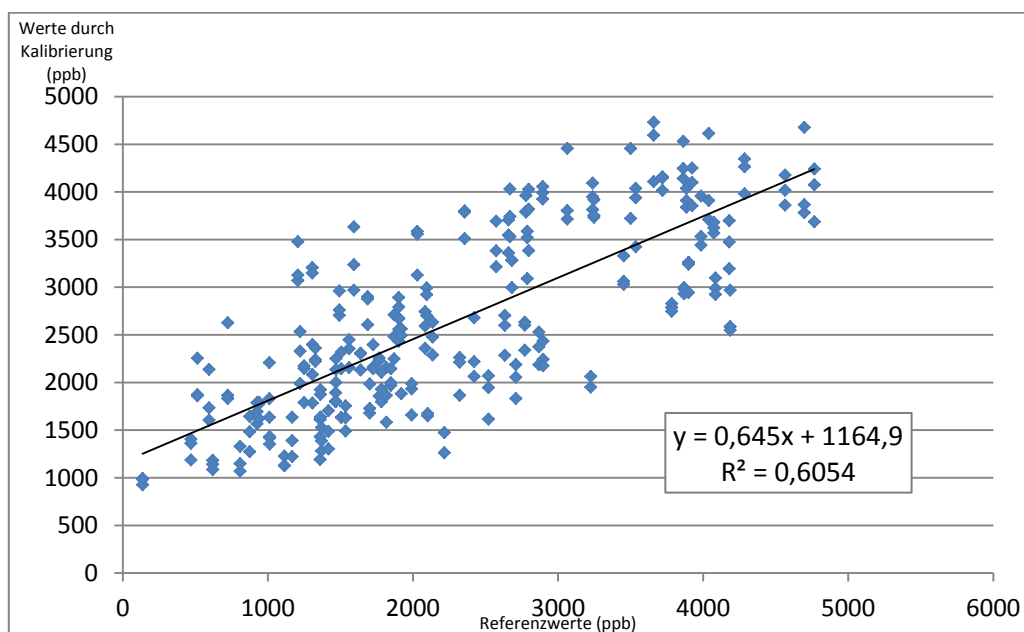


Abb. 63: Referenzwerte im Vergleich zu den durch Kalibrierung berechneten Werten ohne Ausreißer mit verbessertem Verfahren zur Berechnung

Das Bestimmtheitsmaß lag bei einem Wert von 0,6054. Das ist für eine Kategorisierung im Bereich von 10 wesentlichen Einstufungen der Proben aber mehr als ausreichend.

Solche Kategorisierungen könnten in unbelastet, wenig belastet, mittel belastet, belastet, stark belastet und über dem Grenzwert Lebensmittel belastet, über dem Grenzwert Futtermittel belastet usw. eingeteilt werden.

### Schlussfolgerung

Die SKNIR-Methode hat sich in dieser Arbeit als eine gute Möglichkeit gezeigt, den DON-Gehalt in belasteten Weizenproben vorhersagen zu können. Mittels der Dreifachmessung von 119 Proben konnte eine Kalibrierung entwickelt werden, welche nach einigen Anpassungen gute Ergebnisse liefert. Allerdings ist diese Methode nur bis zu einer gewissen Höchstkonzentration von DON möglich (hier 5000 ppb), da für die Kalibration keine höher kontaminierten Proben vorlagen. Liegen Werte über dieser Grenze, so ist die erstellte Kalibrierung unzuverlässig und die Werte variierten sehr stark, da die technischen Grenzen der Nahinfrarotspektroskopie erreicht werden und die Strahlen nicht tief genug in das Korn eindringen können, um die komplette Menge zu erfassen. In dem Geltungsbereich zeigt sich jedoch eine gute Korrelation zwischen den Referenz- und den berechneten Werten, so dass die Methode mit weiteren Messungen und einer Erweiterung der Kalibrierung noch genauere Ergebnisse liefern kann.

Eine Zukunftsvision für diese Methode wäre das maschinelle Aussortieren von belasteten Körnern. Eine vergleichbare technische Methode wird bereits für das Entfernen von Mutterkörnern verwendet.



Abb. 64: Farbausleser "Vision" der Firma HDT-Foodmachines

Mithilfe eines optischen Sensors können hier die schwarzen Körner erfasst und anschließend mit einer Ausblasdüse entfernt werden. Es existieren bereits heute Farbausleser (Abbildung 64) von hervorragender Sortiergenauigkeit auch bei hohen Durchsätzen von bis zu 14 t/h bzw. 12000 Bilder/sec (HDT-Foodmachines). Nach diesem Prinzip könnten ebenfalls Nahinfrarotspektren von den einzelnen Körnern erstellt werden und bei hoher Belastung eines Kornes, dieses entfernt werden. Dafür ist die in dieser Arbeit verwendete Kalibrierung ausreichend, da nur die wirklich stark belasteten Körner erfasst werden müssen,

und kein exakter Wert bestimmt werden muss. Dadurch könnte die DON-Belastung von Chargen beträchtlich verringert werden. Als Resultat zu der geringeren Belastung entstehen zusätzliche Nutzungsmöglichkeiten, da Grenzwerte unterschritten werden und ein damit verbundener höherer Ertrag resultiert. Könnte – kann?

### **Literatur und weitere Quellen**

Handbuch für Organisationsuntersuchungen und Personalbedarfsermittlung des Bundesministerium des Inneren 2013, S. 178

HDT-Foodmachines: Produktinformationen von „opto-elektronische Farbausleser“. Online verfügbar unter [http://www.hdt-foodmachines.at/hdt\\_content/Farbausleser\\_de.pdf](http://www.hdt-foodmachines.at/hdt_content/Farbausleser_de.pdf)

VERORDNUNG (EG) Nr. 1881/2006 (19.12.2006): Festsetzung der Höchstgehalte für bestimmte Kontaminanten in Lebensmitteln

Oechsner, H.; Drochner, W.; Schollenberger, M. (2008): Untersuchung zur Inaktivierung von Fusariensporen und zur Reduzierung von Deoxynivalenol in Weizen bei dessen Vergärung in landwirtschaftlichen Flüssig- und Trockenfermentierungsanlagen. Universität Hohenheim.

Weinmann, U.; Frauz, B. (2007): Möglichkeiten der Inaktivierung von Fusarium durch Fermentation in Biogasanlagen. Biogas-Tag. Biogas Regionalgruppe Schwaben im Fachverband Biogas e.V. Bad Waldsee, 02.01.2007

Projektleitung: G. Henkelmann  
Projektbearbeitung: T. Richter (Masterand der ZUM)  
Projektdauer: 2014  
Kooperation: Technische Universität München,  
Prof. Dr. L. Niessen, Prof. Dr. R. F. Vogel

### 3.1.13 Ringversuche bei Labordienstleistern – eine Erfolgsgeschichte im Bereich der Biogasproduktion

#### Einleitung

In der Laboranalytik für Biogasanlagen gibt es keine standardisierten Messmethoden, die einer transparenten Beurteilung der Laboregebnisse dienen. Mittels Ringuntersuchungen für Labore kann die Qualität der Analysenwerte verbessert werden. Dabei sind biogasprozess-relevante Parameter in unterschiedlichen Matrices (Einsatzstoffe, Fermenterinhalt, Gärreste) von den Ringversuchsteilnehmern zu messen. Die Ergebnisse zeigen teilweise sehr hohe Variationskoeffizienten bei Parametern, die für die Prozesskontrolle eine wichtige Rolle spielen (Abbildung 65). Diese Variationen sind unter anderem auf unterschiedliche Vorgehensweisen der Labordienstleister zurückzuführen. Bei Betrachtung der Methoden mit Hilfe eines Bewertungssystems können Aussagen getroffen werden über die Güte und Eignung der Analysemethoden für bestimmte Parameter.



Abb. 65: Aus Substrat entweichendes Biogas

#### Ziele

Der komplexe Prozess der Biogasproduktion wird erheblich beeinflusst von Anlagenparametern und weiteren Faktoren, wie z.B. Dosierung und Qualität der Einsatzstoffe (Substrate), Spurenelementen oder Inhibitoren, die die Gasproduktion limitieren und im schlimmsten Fall zu einem kompletten Zusammenbruch der gesamten Mikrobiologie im Fermenter führen. Daher sind insbesondere die Kenntnis der Vorgänge im Fermenter sowie die Beurteilung der im Prozess auftretenden chemischen, biologischen und physikalischen Parameter von entscheidender Bedeutung für die Wirtschaftlichkeit und Nachhaltigkeit von Biogasanlagen. Eine im Jahr 2008 von der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL) bayernweit durchgeführte Bedarfsanalyse hatte gezeigt, dass häufig nur geringe Erkenntnisse über die Qualität der im Biogasbereich notwendigen Analytik vorliegen. Dazu kommt, dass es für viele der zur Beurteilung des Fermentationsprozesses relevanten Messgrößen keine allgemein anerkannten Methoden oder DIN-Normen gibt. Somit werden häufig Laboruntersuchungen mit unterschiedlichen Methoden durchgeführt und Laborwerte sind daher nur bedingt vergleichbar, was deren Wert für Betreiber und Berater deutlich einschränkt.

Um diese unbefriedigende Situation und die Qualität der Laboranalytik nachhaltig zu verbessern, wurden im Rahmen des Projekts zur Weiterentwicklung und Umsetzung eines Qualitätsmanagement-Systems für die Biogasproduktion in Bayern in der Abteilung für Qualitätssicherung und Untersuchungswesen an der LfL bislang sieben Ringversuche durchgeführt, um die Analysenqualität und die Vergleichbarkeit der Laboruntersuchungen zu verbessern.

## Durchführung

An die Ringversuchsteilnehmer werden unterschiedliche Probenmatrizes verschickt. Insgesamt gibt es fünf Ringversuchsgruppen, die das breite Spektrum der Analytik von Labordienstleistern im Umfeld von Biogasanlagen abdecken (Tabelle 17).

Tab. 17: Übersicht über Ringversuchsgruppen, Probenmatrizes und Analysenparameter

Ringversuchsgruppe	Matrix	Parameter
1 Einsatzstoffe	Maissilage getrocknet	$C_{\text{gesamt}}$ , $S_{\text{gesamt}}$ , $N_{\text{gesamt}}$ , ADF, ADL, NDF, Rohasche, Rohfaser, Rohfett, Rohprotein, Zucker, Stärke
2 Fermenterinhalt	Fermenterinhalt flüssig	FOS, TAC, $NH_4\text{-N}$ , TM, oTM, pH, Essigsäure, Propionsäure, Essigsäureäquivalent
3 Mineralstoffe	Fermenterinhalt flüssig	Cd, Co, Cu, Na, Ni, Se, Zn
4 Carbonsäuren	Gärrest mit Carbonsäuren dotiert	Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure, iso-Buttersäure, Valeriansäure, iso-Valeriansäure, Capronsäure
5 Restgas	Gärrest flüssig	Restgasmenge nach 10 Versuchstagen Restgasmenge nach 20 Versuchstagen Restgasmenge bei Abbruch der Messreihe Methangehalt nach 10 Versuchstagen Methangehalt nach 20 Versuchstagen Methangehalt bei Abbruch der Messreihe

Je mehr biogasprozess-relevante Parameter und Ringversuchsgruppen ein Dienstleister in seinem Labor analysentechnisch abdecken kann, desto interessanter wird dieser als spezialisiertes „Biogas-Labor“ für den Anlagenbetreiber.

Seit dem Jahr 2010 wird jeweils im Anschluss an die LfL-Biogas-Ringversuche die Broschüre „Labordienstleister für Biogasanlagen“ erstellt, welche alle Laboratorien auflistet, die an den verschiedenen Ringversuchsgruppen nach vorher festgelegten Kriterien erfolgreich teilgenommen hatten. Die Liste ist auf der Internet-Homepage des Biogas Forum Bayern zum Download verfügbar.

## Ergebnisse der Ringversuche

Bei der Betrachtung der Ergebnisse aus den Ringversuchen ist zu berücksichtigen, dass sowohl die Probenvorbereitung als auch die Art der Analyse von Seiten des Ringversuchsveranstalters nicht vorgegeben war, sondern von den Laboratorien frei gewählt wurden.

In Tabelle 18 sind die relativen Vergleichsstandardabweichungen (Rel. Vgl. Stabw.) ausgewählter Parameter in den Ringversuchen 4 bis 6 dargestellt. Dabei wurde eine farbliche Kategorisierung und Bewertung der Messwerte-Streuung vorgenommen.

Anhand der farblichen Markierung ist die Entwicklung der Qualität eines Parameters beispielhaft von Ringversuch 4 bis Ringversuch 6 zu erkennen.

Tab. 18: Übersicht der relativen Vergleichsstandardabweichungen (Rel. Vgl. Stabw.) ausgewählter Parameter in den Ringversuchen (RV) 4 bis 6 mit Bewertung der Analysenleistung

Probe	Merkmal	Rel. Vgl.-Stabw. (%)		
		RV 4	RV 5	RV 6
Maissilage	ADL	31	27	27
Fermenterinhalt	pH-Wert	2	2	2
Fermenterinhalt	oTM	5	3	3
Fermenterinhalt	FOS	21	16	29
Fermenterinhalt	Essigsäure	18	45	61
Fermenterinhalt	Kobalt	21	17	17
Gärrest	Restgasmenge	45	24	23
Gärrest	Methangehalt	16	9	9

< 10 %	Akzeptabel
10 % - 30 %	Handlungsbedarf
> 30 %	Ungenügend

In den bisherigen Ringversuchen war stets eine sehr große Varianz der Analysen von Carbonsäuren aufgefallen. Vor allem Propion- und Essigsäure stellen wichtige Parameter zur Beurteilung der Fermenterbiologie dar und dienen daher als Einflussgröße für die Steuerung der Biogasanlage. Die Ursachen für die hohe Streuung der Säurenwerte sind bei den unterschiedlichen Vorgehensweisen der Laboratorien zu suchen. Es zeigt sich, dass die Analysen von Essigsäure sehr stark schwankend und für die Beurteilung einer Biogasanlage vollkommen unzureichend sind (Rel. Vgl. Stabw. von 18, 45, 61 %). Das kann darauf zurückgeführt werden, dass aus Kostengründen nicht die zuverlässige Gaschromatographie verwendet wird, sondern eine Titrationsmethode, die zwar günstig aber unzuverlässig ist. Hier ist weitere Aufklärungsarbeit zu leisten, um die Qualität der Analytik zu verbessern.

Andere Analysenparameter, wie z. B. der pH-Wert, sind stets zuverlässig und genau. Hier sind relative Vergleichs-Standardabweichungen von durchschnittlich 2 % die Regel und zeugen von hoher Qualität.

Andere Parameter wie die Bestimmung des Faserwerts (ADL) oder der Restgasmenge sind durch die stetigen Ringversuche von den Dienstleistern verbessert worden und liegen auf einem guten Niveau.



## Methodenvergleiche

Eine genauere Betrachtung der Labor-Angaben zu den Analysemethoden hat gezeigt, dass für die Analyse der Propionsäure-Gehalte in Fermenterinhalt von den am 5. Ringversuch teilnehmenden Laboratorien vier verschiedene Methoden eingesetzt wurden.

Mit dem Einsatz der Gas-Chromatographie (GC) erzielten 15 der 33 teilnehmenden Labore methodenspezifische Mittelwerte, die als „in Ordnung“ eingestuft werden können. Sie wichen maximal um +/- 5 % vom methodenspezifischen Soll-Mittelwert ab (Abbildung 66). Bei sieben Laboren kam die Ionen-Chromatographie (IC) zum Einsatz, welche niedrige Mittelwerte analysierten (> -10 % Abweichung). Drei Labore arbeiteten mit Hochleistungsflüssigkeits-Chromatographie (HPLC), wobei die Mittelwerte ebenfalls als „in Ordnung“ eingestuft wurden. Die Methodenangaben der restlichen acht Teilnehmer-Labore, die auch Propionsäure bestimmt hatten, wurden unter „Sonstige“ zusammengefasst, da sie aufgrund von fehlenden oder ungenauen Angaben (z.B. „Hausmethode“) keiner eigenen Kategorie zugeordnet werden konnten.

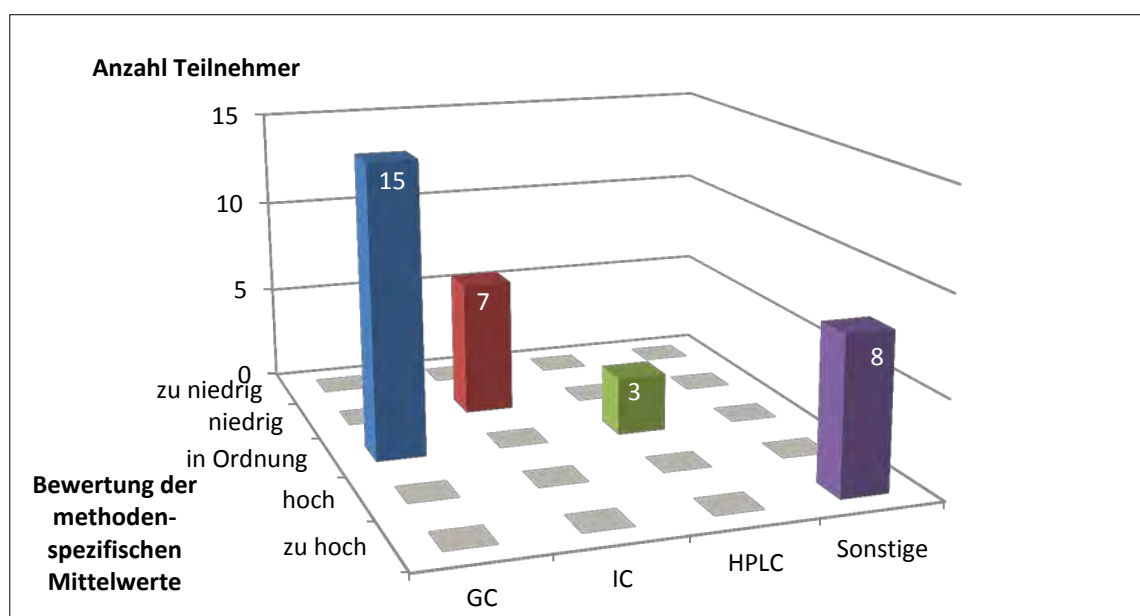


Abb. 66: Bewertung der methodenspezifischen Mittelwerte im Vergleich zum methodenübergreifenden Soll-Mittelwert des Parameters Propionsäure in einer Fermenterprobe (Ringversuch 5)

Der Mittelwert der Gruppe „Sonstige“ ergab im 5. Ringversuch eine Abweichung vom Vergleichsmittelwert von mehr als +10 % und damit eine Bewertung als „zu hoch“.

Im Vergleich aller bisher durchgeführten Ringversuche zeigte sich, dass meist die Gaschromatographie als die „Methode der Wahl“ anzusehen war. In den Ringversuchen 2 bis 5 ermittelten die Labore unter Einsatz der GC-Methode stets sehr gute Mittelwerte, die mit +/- 5 % Abweichung vom entsprechenden Vergleichsmittelwert als „in Ordnung“ eingestuft wurden (Abbildung 67), so dass eine Empfehlung für die Methodenwahl bei der Analyse von Carbonsäuren bei GC oder HPLC liegt.

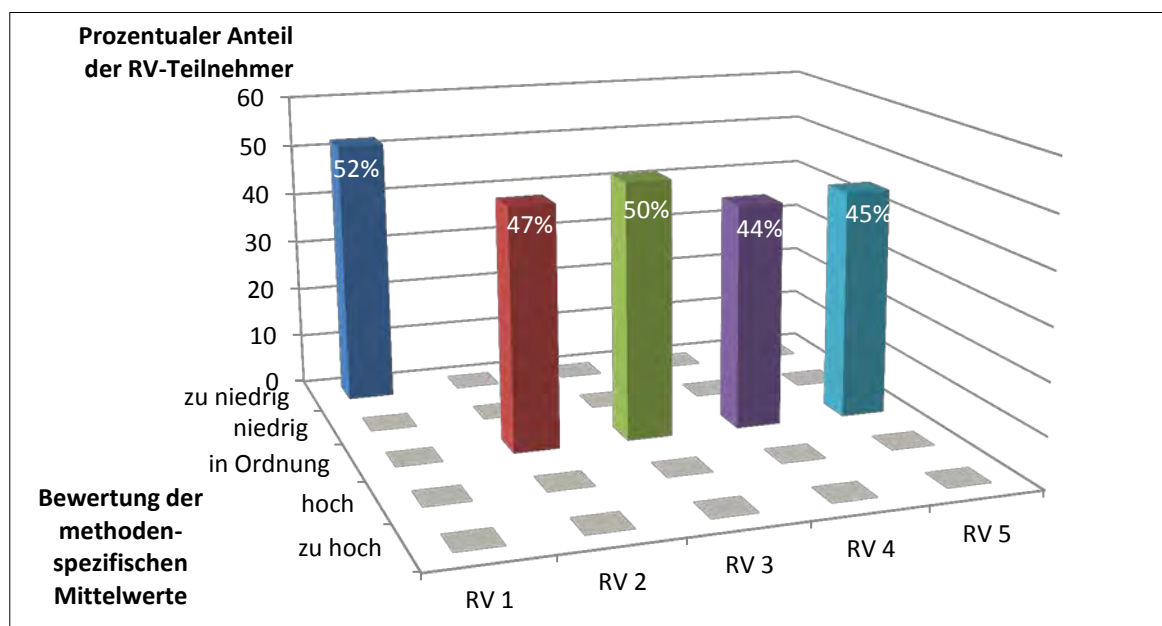


Abb. 67: Bewertung der Abweichung der mit der Methode Gas-Chromatographie (GC) ermittelten Mittelwerte vom methodenübergreifenden Soll-Mittelwert des Parameters Propionsäure in einer Fermenterprobe (Ringversuche 1 bis 5)

Ein ähnliches Resultat lieferten die Propionsäure-Untersuchungen, die mit „Hochleistungsflüssigkeitschromatographie“ (HPLC) durchgeführt wurden.

Auf diese Art der Methodenbewertung werden viele der für den Biogasprozess relevanten Analyseparameter wie z.B. Mineralstoffe oder Carbonsäuren beurteilt. Ziel ist es, einheitliche Methodenvorgaben zu erarbeiten und somit die Qualität und Vergleichbarkeit der Laboranalysen zu verbessern. Durch die Biogas-Ringversuche der LfL ist insgesamt das Niveau der Analysenqualität bayerischer Labordienstleister deutlich gestiegen. Davon profitieren vor allem die Betreiber von Biogasanlagen, die Landwirte und die Biogassubstratproduzenten. Gute Laborwerte von Einsatzstoffen und Fermenterhalten bedingen einen stabilen und zuverlässigen Betrieb einer Biogasanlage und machen Effizienzsteigerungen erst möglich. Somit können Biogasanlagen einen landwirtschaftlichen Beitrag zur Energiewende und im Energiemix der Zukunft eine zunehmende Bedeutung erlangen.

Projektleitung: G. Henkelmann  
 Projektbearbeitung: K. Fischer-Kaiser  
 Projektdauer: 2013-2016  
 Kooperation: Biogasforum Bayern

### 3.1.14 Analytik zur Qualitätsbestimmung von Futtermitteln

Eine der Kernaufgaben von AQU3 ist die Durchführung von versuchs- und projektbegleitenden Analysen für die Institute für Tierernährung und Futterwirtschaft (ITE), für das Institut für Tierzucht (ITZ), das Institut für Landtechnik und Tierhaltung (ILT) sowie für verschiedene Lehr- Versuchs- und Fachzentren.

Vermeehrt werden Proben für das Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung (IPZ) in Freising untersucht. Ein mehrjähriges Projekt zur Verbesserung des Grünlandaufwuchses durch das Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung e.V. (LKP) ist in Vorbereitung.

Die Futtermittelproben werden im Labordatensystem mit jeweiliger Versuchs- bzw. Projektnummer angemeldet. Im Berichtsjahr wurden über 50 Projekte und Versuche angelegt und aktiv genutzt.

In der Summe wurden im Berichtszeitraum 3.865 Proben auf 46.917 Einzelparameter analysiert, die sich auf 2.481 Versuchsproben auf 27.075 Parameter und 1.411 Projektproben auf 19.842 Parameter verteilten (Tabelle 19).

Dabei sind bei Versuchsproben (Daueraufgaben) die Untersuchungsanforderungen vorzugsweise parameterspezifisch, während bei Projektproben in Anlehnung an die Untersuchungen für das Landeskuratorium der Erzeugerringe für tierische Veredelung in Bayern e.V. (LKV) verschiedene Analysenparameter zu Untersuchungspaketen zusammengefasst sind (Tabelle 20).

Die Arbeiten für das Institut für Tierernährung und Futterwirtschaft beanspruchten die meiste Laborkapazität von AQU3. Die einzelnen Projekte und Daueraufgaben mit den Analysenauswertungen sind im Jahresbericht des Institutes für Tierernährung und Futterwirtschaft dargestellt. Die Daueraufgaben mit AQU3-Beteiligung lassen sich in die Schwerpunkte Futterqualität, Fütterungsversuche Schwein und Rind sowie Stoffwechselversuche Schwein untergliedern. Im Bereich der Projektarbeiten wurden vorwiegend Analysen im Rahmen des Projektes Tierwohl, für das Verbundprojekt optiKuh und für die Eiweißinitiative Bayern durchgeführt.

Das neue und längerfristig angelegte Verbundberatungsprojekt „Grünland Bayern“ – Evaluierung und Umsetzung von Optimierungsmöglichkeiten in der Grünland- und Futterbauwirtschaft durch gezielte Verbundberatung mit einer Laufzeit bis 2018 wurde sorgfältig geplant und die notwendigen Untersuchungen mit den zur Verfügung stehenden Ressourcen abgestimmt. Hier erfolgt eine Zusammenarbeit von AQU3 mit ITE, IAB, IPZ, dem LKP und dem LKV sowie verschiedenen Fachzentren der LfL.



Abb. 68: Automatisch arbeitende Faseranalysatoren der Fa. Gerhardt zur Bestimmung der Analysenparameter  $ADF_{om}$  und  $NDF_{om}$ .



Tabelle 20: Übersicht über Untersuchungspakete von Projektproben bei AQU3 für das Berichtsjahr 2014

Untersuchungspakete	Anzahl Proben	Anzahl Parameter
<b>Weender NIR</b>	1049	9441
(TM, Restfeuchte, Rohasche, Rohprotein Rohfaser, ADFom*, NDFom*, Stärke*, Zucker* Gasbildung*, Enzymlösliche organische Substanz* (ELOS)		
<b>Weender Chemie</b>	347	3123
(TM, Restfeuchte, Rohasche, Rohprotein Rohfaser, ADFom*, NDFom*, Stärke*, Zucker* Gasbildung*, Enzymlösliche organische Substanz* (ELOS)		
<b>Nur TS</b>	15	135
<b>Siliekennwerte</b>	167	835
(pH, Milch, Essig-, Propion- und Buttersäure		
<b>Ammoniak</b>	24	24
<b>Biogas</b>	68	68
<b>Nitrat</b>	133	133
<b>Mineralstoffe Block 1 (RFA)</b>	485	3864
Natrium, Kalium, Magnesium, Phosphor, Calcium, Kupfer, Zink		
<b>Mineralstoffe Block 2 (RFA)</b>	181	724
Schwefel, Chlorid, Mangan, Eisen		
<b>Selen (TGD Grub)</b>	4	4
<b>Aminosäuren 1</b>	1	1
Lysin		
<b>Aminosäuren 2</b>	167	668
Lysin, Methionin, Threonin, Tryptophan		
<b>Aminosäuren NIR</b>	137	822
<b>Trockenmasse, Rohprotein, Lysin, Methionin, Threonin, Tryptophan</b>		
<b>Summe</b>	1411	19842
* Matrixspezifisch je nach Energieformel		

### Aktuelle Entwicklungen in der Analytik bei AQU3

Die Faserfraktionen  $NDF_{om}$  (organische Neutraldetergenzfaser) und  $ADF_{om}$  (organische Säuredetergenzfaser) sowie ADL (Lignin) gehen in verschiedene Energieberechnungsformeln ein. Die Analytik ist sehr zeit- und personalaufwändig. Mittels herkömmlicher Extraktionsapparatur lassen sich täglich 12 Proben auf jeweils  $ADF_{om}$  und  $NDF_{om}$  analysieren. Für die Ligninbestimmung wird die ADF-Analytik wiederholt und an Stelle des Veraschungsschritts eine Behandlung mit konzentrierter Schwefelsäure durchgeführt. Diese geringe Kapazität erwies sich auf Grund der hohen Bedeutung der Parameter für wissenschaftliche Projekte hinderlich und es wurde nach alternativen Analysensystemen gesucht.

Auf Grund positiver Rückmeldungen verschiedener Einrichtungen, die in der Fachgruppe VI des VDLUFA kooperieren und den Faserautomaten der Fa. Gerhardt einsetzen, wurde in AQU3 im Testbetrieb der Fibretherm FT12 geprüft (Abbildung 68).

Bei den Geräten handelt es sich um Automaten zur Faserbestimmung. Sie arbeiten mit der Fibrebag-Technik, bei der das Probenmaterial in Nylonsäckchen mit definierter Porengröße eingewogen und über einen Spreizfinger (Abbildung 69, a) sichergestellt wird, dass die Proben im Aufschlussgefäß optimal benetzt und umspült werden (Abbildung 69, b, c). Die Fibrebags können mit dem Probenrest nach der Analyse getrocknet und verascht werden. Alternativ können sie im manuellen Betrieb mit Schwefelsäure behandelt werden, um die ADL-Fraktion, also Lignin zu bestimmen.

Die Faseranalysatoren steuern und überwachen alle Koch-, Wasch- und Filtrationsprozesse in einem geschlossenen Kreislauf. Alle Detergenzien werden automatisch über kalibrierte Pumpen zugeführt und dosiert. Die Automatisierung der Prozesse ermöglicht in Verbindung mit der Fibrebag-Technologie adäquat reproduzierbare Ergebnisse. Das Probenkarussell bietet Platz für 12 Einsätze, so dass 6 Proben ohne Beaufsichtigung auf die Parameter  $ADF_{om}$  bzw.  $NDF_{om}$  untersucht werden können. Bei entsprechender Ausstattung und Arbeitsorganisation ist eine Bearbeitung von bis zu 48 Proben pro Tag möglich.

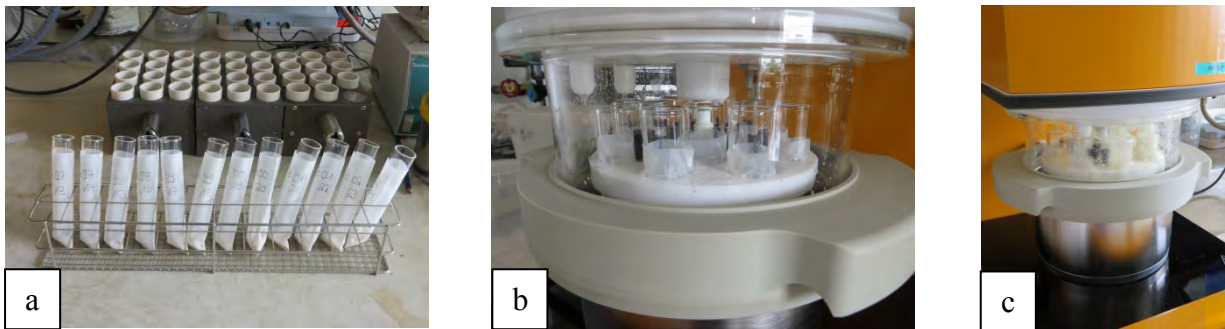


Abb. 69: Faseranalytik mittels Nylonbag-Technik. Dargestellt sind (a) die Nylonbags mit Spreizgestell und Keramikhülsen zur Veraschung (Hintergrund), (b) Nylonbags mit Probenmaterial im Extraktionsgefäß und (c) der Extraktionsvorgang für die NDF-Bestimmung

Für die Ergebnisse der  $NDF_{om}$ - und  $ADF_{om}$ -Analyse von Referenzmaterialien aus dem Probetrieb war eine gute Korrelation gegeben im Vergleich zur amtlichen Methode bzw. in Ringversuchsergebnissen.

Auf Grund der guten Erfahrungen konnten über Projektmittel des ITE zum Jahresende zwei Fibretherm-Analysatoren für  $ADF_{om}$  und  $NDF_{om}$  beschafft werden. Nach vollständiger Methodenanpassung stehen damit ausreichend Ressourcen für die Faseranalyse zur Verfügung.

### 3.1.15 webFuLab-Anwendung und Labordatensystem

In 2014 wurden erstmalig alle Proben im Labor aus dem Futtermittel- und Fleischbereich über das neue EDV-System abgewickelt. Das System besteht aus einer webFuLab-Anwendung, in der die Proben für die Laborbearbeitung angemeldet werden (Abbildung 70). Über dieses Internetportal kann auch der Probeneingang und der Untersuchungsverlauf an Hand von Zwischenergebnissen bzw. Statusberichten vom Auftraggeber beobachtet werden. Nach dem Vorliegen der Untersuchungsergebnisse stehen dem Probeneinsender verschiedene Möglichkeiten zur Verfügung, seine Ergebnisse mit Vergleichsdaten (Tabellenwert, Durchschnitt für Bayern und den Regierungsbezirk) zu bewerten (Abbildung 71).

Darüber hinaus sind auch Vergleiche mit Ergebnissen aus früher eingesandten Proben möglich, so dass sich im Laufe der Zeit eine Historie über alle Betriebsproben abrufen lässt.

#### Onlineanmeldung - Hauptmenü

Abb. 70: Onlineanmeldung für Auftraggeber von AQU3. Über das Internet-Portal erfolgt der Einstieg in das webFuLab-System zum Registrieren von Futterproben und Abrufen von Analysenergebnissen

Im Labor sind der Probeneingang sowie der komplette Bearbeitungsprozess einschließlich der Einwiegeschritte auf Barcodekennzeichnung mit Handscanner-Betrieb zum Identifizieren der Gefäß- und Labornummern umgestellt. Ergebnisse aus Analysenautomaten werden entweder direkt in den Laborserver übertragen oder über sogenannte Dateischnittstellen übermittelt. Diese Dateischnittstellen werden permanent von einem „watcher“ auf das Vorliegen neuer Daten kontrolliert. Im Fall, dass neue Ergebnisse vorliegen, werden die Dateien von einem „reader“ geöffnet, die Informationen aus der Datei ausgelesen und in den Laborserver zur entsprechenden Labornummer hinzugefügt.

Alle Ergebnisse aus den Doppelbestimmungen werden einer Prüfung auf Mittelfähigkeit unterzogen. Im Falle einer zu großen Abweichung der Einzelergebnisse legt das System automatisch zwei neue Bestimmungen an. Die Endergebnisse, die vom Laborserver zur webFuLab-Datenbank gesendet werden unterliegen einer Plausibilitätsprüfung. Hierzu

werden die mittleren Gehalte aus dem ZIFO-Programm herangezogen und aus der Streuung der Untersuchungsdaten Gehaltsgrenzen berechnet, die zur Prüfung der Plausibilität genutzt werden.

## Onlineanmeldung – Detailansicht Ergebnisse

	erf. 1	erf. 2	erf. 3	erf. 4	erf. 5
<b>Aufwuchs 2013 E</b>	Aufwuchs 2013 E 10cm 8kg 5x4 20cm	Aufwuchs 2013 E -cm 3,54kg 11,2m x 1,0m	Vgl. mit 2.Schnitt Tabelle	Regierungsbezirk	Tabellenwert
<b>Labor-Nr.</b>	L1300276	L1300285			
<b>Adressen</b>	276091751350002 Abt. Versuchsbetrie. LFI Poing	276097630000145 Spitalhof Kempten Kempten			
<b>Fut.Mit.Def.</b>	1015 - Wiesengras, 1.Schnitt	1015 - Wiesengras, 1.Schnitt	1025 - Wiesengras, 2.Schnitt	1015 - Wiesengras, 1.Schnitt	1015 - Wiesengras, 1.Schnitt
<b>Beschreibung/Herkunft</b>	33m suedl.v. Baeumen, ca. 5 mm Regen	20 % Fahlstellen Lücken durch Mäuse	Tabellenwert	Oberbayern	Tabellenwert
<b>Ernte</b>	17.04.2013	22.04.2013		07.05.2011 - 07.05.2013	
<b>Rohnährstoffe</b>					
<b>Trockenmasse</b>	g 1000.0	1000.0	1000.0	1000.0 (11)	1000.0
<b>Frischm.</b>	g 5224.66	7925.81	5555.56	7350.4 (11)	5555.56
<b>TM g/kgFN</b>	g 191.4	126.17	180.0	138.9 (11)	180.0
<b>Rohasche</b>	g 174.87	153.12	94.0	116.4 (11)	92.0
<b>Rohprotein</b>	g 272.25	327.35	172.0	276.2 (11)	175.0
<b>Rohfaser</b>	g 168.59	154.17	240.0	179.0 (11)	240.0
<b>Rohfett</b>	g 31.1	42.9	35.0	39.1 (11)	35.0
<b>Stärke</b>	g 0.0	0.0	0.0	0.0 (11)	0.0
<b>Zucker</b>	g 52.0	24.9	100.0	75.8 (11)	100.0
<b>NDF om</b>	g 432.1	473.3	490.0	455.7 (11)	490.0
<b>ADF om</b>	g 222.6	201.8	259.0	223.7 (11)	272.0
<b>Elos</b>	g 591.63	659.88	656.0	691.2 (11)	688.0
<b>GB HFT m</b>	ml 42.18	46.62	42.0	52.1 (11)	49.0
<b>Energie- und Proteinwerte</b>					
<b>UDP</b>	% 15.0	15.0	15.0	15.0 (11)	15.0
<b>nXP</b>	g 157.79	178.51	136.84	170.8 (11)	142.11
<b>RNB</b>	g 18.31	23.81	5.63	16.9 (11)	5.26
<b>NE Wiederkäuer</b>	MJ 10.61	11.73	10.11	11.7 (11)	10.55
<b>NEL</b>	MJ 6.48	7.24	6.02	7.2 (11)	6.34
<b>NE Schwein</b>	MJ 8.91		9.4	9.6 (11)	9.43

Abb. 71: Ergebnisdarstellung einschließlich verschiedener Vergleichswerte im webFulab-System

Die barcodegestützte Bearbeitung der Proben macht manuell geführte Listen überflüssig, so dass eine zügigere Bearbeitung möglich ist und zusätzliche Kapazitätsressourcen entstehen. Durch den Wegfall möglicher manueller Übertragungsfehler verbessert sich die Analysenqualität.

Am Beispiel der Mineralstoffbestimmung mittels Röntgenfluoreszenzanalytik (RFA) wird die Effektivitätssteigerung ersichtlich (Abbildung 72).

Bereits bei der Anmeldung von Proben wählt der Probeneinsender eines der möglichen Untersuchungspakete für Mineralstoffe aus. Beim Probeneingang wird die externe Etikettennummer auf der Probenverpackung per Handscanner eingescannt, die am Bildschirm erscheinende Probenbeschreibung kontrolliert und der Probe eine Labornummer zugeordnet. Dabei erkennt das System, dass eine Mineralstoffbestimmung mittels RFA angefordert wurde und schreibt diese Labornummer in eine Probendatei am Rechner des Röntgenfluoreszenz-Analysengerätes. Über die Futtermittel-ID, die jedem gängigen Futtermittel intern zugeordnet ist, erfolgt die jeweilige Zuweisung der RFA-Applikation zur Labornummer. Grundfutter werden beispielsweise mit der RFA-Applikation „Grundfutter08“ analysiert.



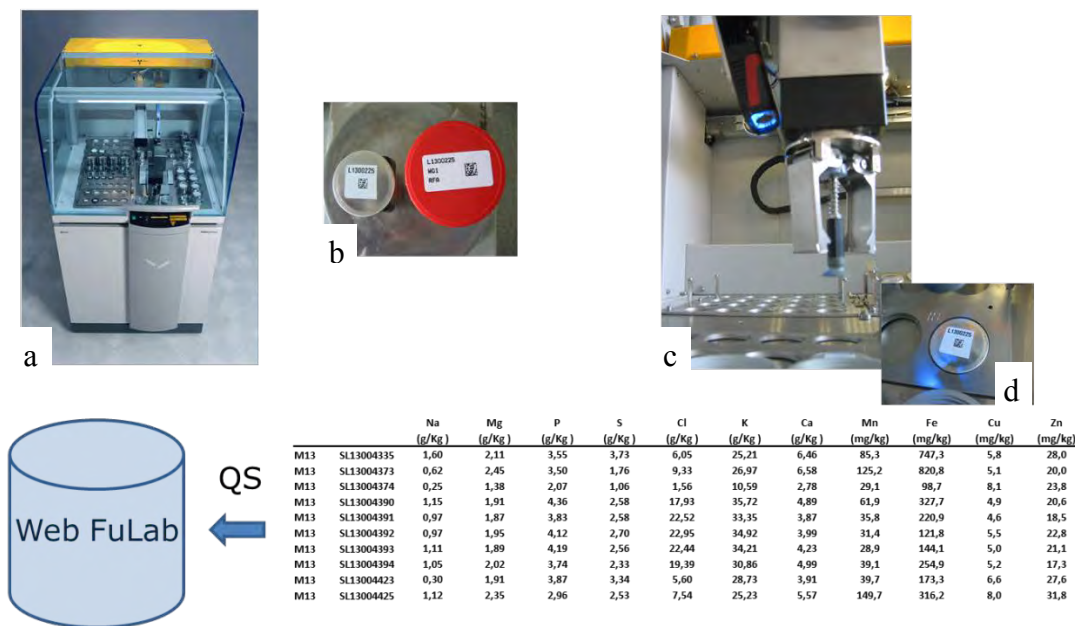


Abb. 72: Prozessschritte der barcodegestützten Mineralstoffbestimmung mittels Röntgen-Fluoreszenzanalytik (RFA). Beim Messvorgang erfolgt die Messwertzuordnung der Analysenprobe (roter Gefäßdeckel, b rechts) zur jeweiligen Teilprobe (Aluminium-Behältnis, b links, d) mittels Barcode. Nach der Plausibilitätsprüfung werden Analysenwerte ins webFuLab-System übertragen.

Für den eigentlichen Analysenvorgang wird die getrocknete und vermahlene Probe als Teilprobe der Analysenprobe in Form einer Tablette in ein Aluminium-Behältnis gepresst, das auf der Rückseite mit einem Punktecode-Etikett beklebt wird (Abbildung 72, b, d). Der am Probengeber des Analysengerätes angebrachte Barcodeleser (Abbildung 72, c) identifiziert die Probe (Abbildung 72, d), übernimmt die im Probenfile zugewiesene Messapplikation und beginnt mit der Analyse. Nach etwa 8 Minuten werden 11 Elementgehalte vom Natrium über Magnesium, Phosphor, Calcium, Kupfer, Zink, Mangan, Eisen, Schwefel und Chlorid unter der Labornummer gespeichert. Nach Abschluss einer Messserie werden die Ergebnisse als Datei über das laborinterne Netzwerk in den Laborserver transferiert, über die Futterart-ID wieder auf Plausibilität der Gehalte geprüft und anschließend entweder in die webFuLab-Datenbank weitergeleitet oder im Falle eines nicht plausiblen Gehaltes zur manuellen Kontrolle bzw. zur Nachuntersuchung gesendet.

Die Einführung des Labordatensystems hat sich positiv auf die Arbeitsorganisation und die Analysenqualität ausgewirkt. Verschiedene Laborprozesse wurden kritisch durchleuchtet und im Labor-Informations- und Managementsystem (LIMS) rationeller abgebildet. Das System findet bei den Labormitarbeiterinnen und Mitarbeitern eine sehr gute Akzeptanz. Nach anfänglicher Zurückhaltung werden mittlerweile mehr als 90 % der Proben extern angemeldet, wodurch Personalressourcen und Arbeitskapazitäten effizienter eingesetzt werden können.

Trotz gestiegener Probenzahlen, einer höheren Zahl an Analysenparametern und einer arbeitsintensiven WIN-7-Betriebssystem-Umstellung konnten die Anforderungen an das Labor ohne zusätzliches Personal bewältigt werden. Im Routinebereich lag die Bearbeitungszeit der Proben im Mittel bei 4 Arbeitstagen.

### 3.1.16 Kooperation mit dem LKV Futtermittellabor - Grundlagen für die Fütterungsberatung in Bayern

Die LKV-Futtermitteluntersuchung wird mittlerweile seit 25 Jahren angeboten. Während zu Beginn der Kooperation ausschließlich Grassilagen untersucht werden konnten, erstreckt sich das Untersuchungsangebot mittlerweile auf eine Vielzahl von Futtermitteln. Insbesondere Nebenprodukte aus den Brauereien, Molkereien und Müllereien werden immer zahlreicher zur Untersuchung eingeschickt.

Vorzugsweise werden für Analytik vieler gängiger Futterarten Nah-Infra-Rot-Spektroskopie-(NIRS)-Verfahren mit entsprechenden validierten Kalibrierungen angewendet (Abbildung 73).



Abb. 73: NIR-Messplatz. Spektrometer mit automatischer Probenzuführung

Einzel Futtermittel oder Mischungen von Futtermitteln, für die keine NIRS-Kalibrierungen vorliegen, werden referenzanalytisch mit klassischen nasschemischen Verfahren untersucht. Die verfügbaren Nährstoff-Untersuchungspakete enthalten sämtliche Parameter, die für die energetische Bewertung der Futtermittel notwendig sind. Bei Grobfuttermitteln können dies bis zu 12 Einzelparameter sein. Neben den Werten für Trockenmasse, Restfeuchte, Rohasche, Rohprotein, Rohfett und Rohfaser sind dies die Werte für aschefreie Neutral- und Säuredetergenz - Faserfraktionen, Ligninanteil, die Gasbildung nach dem Hohenheimer Futterwerttest (HFT) sowie die Enzymlösliche organische Substanz (ELOS).

Beide Verfahren sind sehr arbeits- und materialaufwändig. Beim HFT handelt es sich um eine in-vitro-Methode, bei der die Gasbildung beim Abbau von Nährstoffen in der Probe durch Mikroorganismen aus dem Pansensaft von Hammeln gemessen wird (Abbildung 74). Daraus lässt sich der Futterwert für das Tier ableiten. Zur Durchführung des HFT benötigt man fistulierte Hammel mit standardisierter Futterration, denen Pansensaft entnommen werden kann.

Der Pansensaft wird AQU3 freundlicherweise vom Institut für Tierernährung der TU München Weihenstephan zur Verfügung gestellt. Deutschlandweit gibt es nur 12 Standorte mit fistulierten Hammeln, so dass dieser Parameter nur bei einer beschränkten Anzahl von Futtermittellaboren in Deutschland analysiert werden kann.

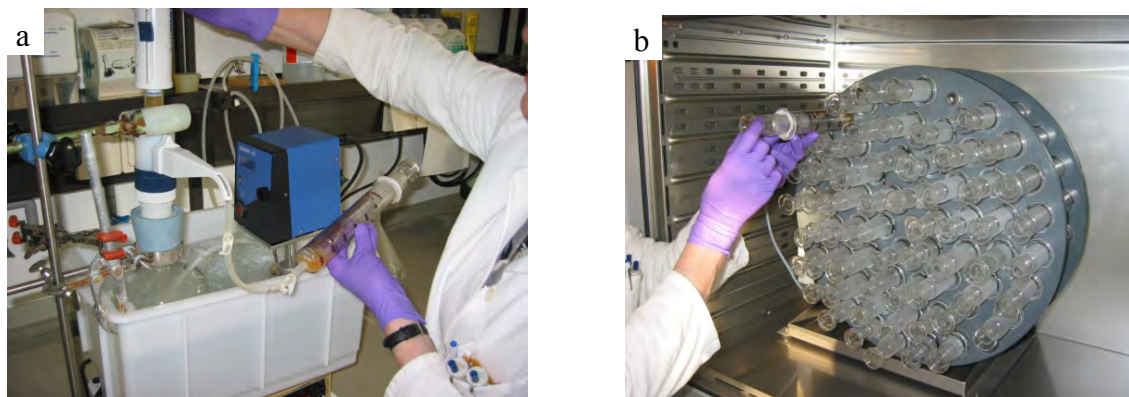


Abb. 74: Hohenheimer Futtertest (HFT). Dargestellt ist das Befüllen des Probenkolbens mit einer Futtermittelprobe und Pansensaft-Reaktionslösung (a) sowie die Anordnung der Probenkolben zur Inkubation im Brutschrank (b)

Sehr vergleichbar zum HFT und auf die Physiologie von Tieren abgestimmt ist die Bestimmung der Enzymlöslichen Organischen Substanz (ELOS). Hier wird die Futterprobe mit den Enzymen Cellulase und Pepsin inkubiert und die abbaubare Substanz im Futtermittel bestimmt. Die ELOS-Bestimmung benötigt mehrere Tage Bearbeitungs- und Inkubationszeit. Die in dieser Analytik eingesetzten Enzyme Cellulase und Pepsin sind kostenintensiv.

Je nach Produktionsausrichtung der Betriebe werden aus den Analysenwerten für Wiederkäuer die umsetzbare Energie Rind (MJ ME), die Netto-Energie-Laktation (MJ NEL) sowie die nutzbare Proteinfraction (nXP) und die ruminale N-Bilanz (RNB) und für Schweine die umsetzbare Energie Schwein (MJ ME) ausgewiesen. Diese Größen werden auf der Basis der analytisch nachweisbaren Rohnährstoffe berechnet.

Zur Bestimmung der Mineralstoffe und Spurenelemente in Futtermitteln wird bei AQU3 die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) eingesetzt (Abbildung 72). Bei diesem analytischen Verfahren werden die Inhaltsstoffe einer Probe mithilfe primärer Röntgenstrahlung dazu angeregt, ihrerseits Fluoreszenzröntgenstrahlung abzugeben. Aus dem Spektrum dieser emittierten Strahlung kann die Mineralstoffzusammensetzung der Probe abgeleitet werden. Für die Auftraggeber werden unterschiedliche Untersuchungspakete angeboten. Paket 1 enthält die Mengenelemente Natrium, Kalium, Kalzium, Magnesium, Phosphor und die Spurenelemente Kupfer und Zink. Das Paket 2 umfasst die Spurenelemente Eisen und Mangan sowie die Elemente Schwefel und Chlor.

Für Flüssig- und Mineralfuttermittel werden ausschließlich die Elemente des Paketes 1 angeboten.

Die Mineralstoffbestimmung in diesen Matrices erfolgt nach saurem Druckaufschluss der Proben und anschließender Messung der Elemente aus den jeweiligen Verdünnungen am Atomabsorptionsspektrometer (AAS, Abbildung 75) bzw. am Photometer.

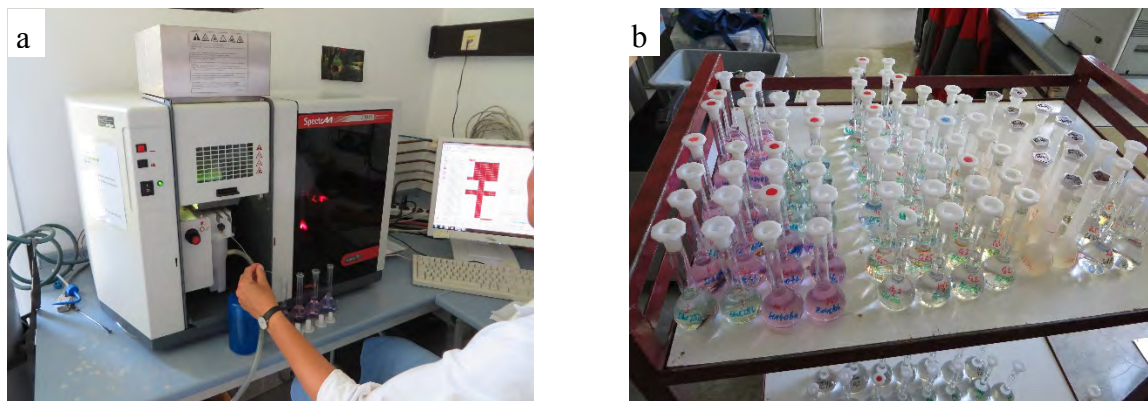


Abb. 75: Analyse der Mineralstoffe und Spurenelemente in Futtermitteln mittels Atomabsorptions-Spektrometrie (AAS): (a) Spektrometer, (b) Aufschlusslösungen von Futterproben und deren messfertige Verdünnungen

Insbesondere für schweinehaltende Betriebe spielt der Gehalt an Aminosäuren in der Ration eine wesentliche Rolle: hier werden von AQU3 verschiedene Untersuchungspakete von relevanten Aminosäuren angeboten. Die Probeneinsender können zwischen Lysin und den vier essentiellen Aminosäuren Lysin, Methionin, Threonin und Tryptophan wählen.

Für ausgewählte Futtermittel wie Gerste, Roggen, Weizen, Weizenkleie, Triticale sowie für Soja- und Rapsprodukte, Körnermais und Erbsen steht das AminoNIR-Verfahren der Fa. Evonik zur Verfügung. Über eine webbasierte Anwendung werden die NIR-Spektren des MPA-Spektrometers der Fa. Bruker zur Auswertung an den Server der Fa. Evonik gesendet (Abbildung 76). Die Ergebnisse über Aminosäuregehalte können als Excel-File von einer Web-Plattform abgerufen werden.

Parallel zur Aminosäureanalytik liegen auf dem Bruker NIRS-Gerät mittlerweile verschiedene NIRS-Kalibrierungen für Nährstoffe vor. Für ausgewählte Futtermittel wie Getreide, Mais und Sojaprodukte erhält man in einem Messdurchgang umfangreiche Analysenwerte von Rohnährstoffen bis hin zu Aminosäuren.

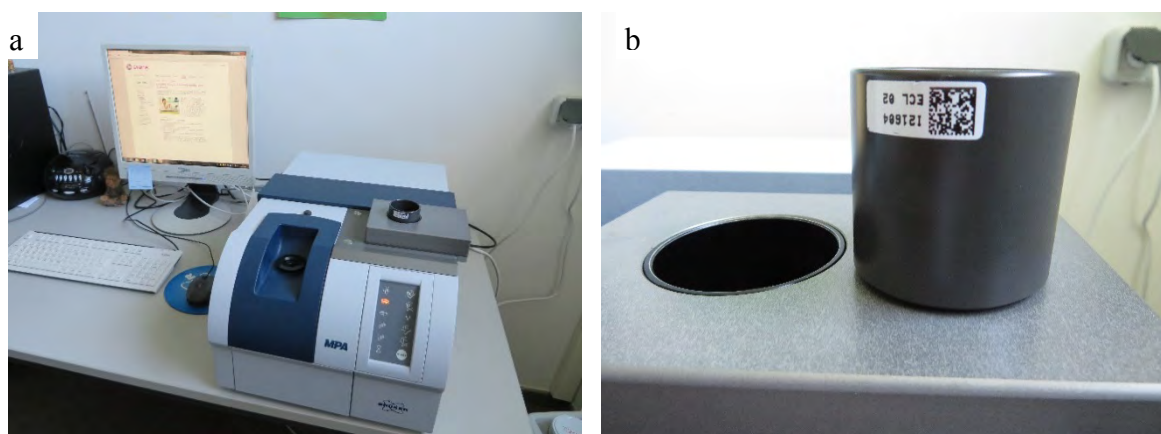


Abb. 76: Multi Purpose Analyzer (MPA) der Fa. Bruker (a) zur Bestimmung von Trockenmasse, Protein und verschiedenen Aminosäuren in ausgewählten Futtermitteln im Netzwerk der Fa. Evonik und Probengefäß neben dem Drehteller des Messmoduls (b)

In allen anderen Futtermitteln (Mischfutter, Mineralfutter etc.) werden die Aminosäuren nach amtlichen oder validierten hauseigenen Methoden untersucht. Dies gilt auch für die Parameter der Gärqualitätsuntersuchungen, welche die flüchtigen Fettsäuren, Ammoniak und den pH-Wert beinhalten.

Alle zur Verwendung kommenden Analysenverfahren sind seit Dezember 2012 nach DIN EN ISO/IEC 17025:2005 akkreditiert.

Die Proben- und Untersuchungszahlen im LKV-Futtermittellabor sind auch im Jahr 2014 gestiegen (Abb. 77). Es wurden 28.463 Proben zur Untersuchung eingesandt und ca. 350.000 Einzelparameter ermittelt und an Landwirte bzw. Berater zurückgemeldet. Dies entspricht einer Zunahme von ca. 15 % zum Vorjahr.

Seit Beginn der LKV-Untersuchungen wurden mehr als 382.000 Futterproben auf ca. 4,5 Millionen Parameter analysiert.

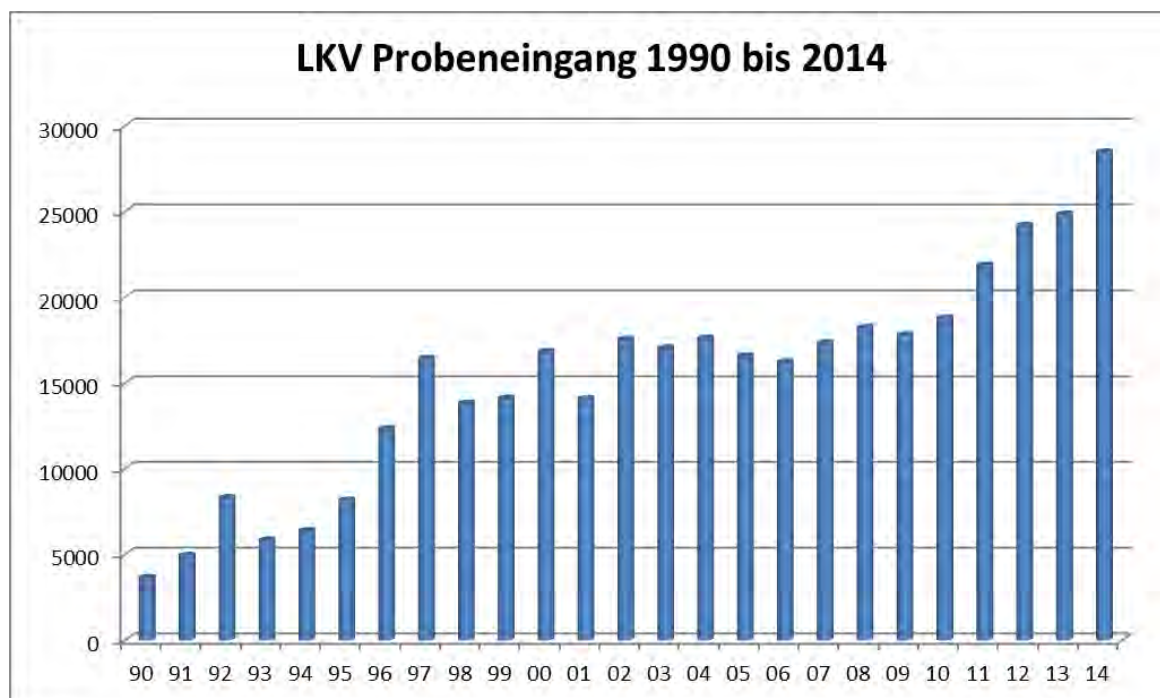


Abb. 77: Übersicht über die Zahl der untersuchten LKV-Futterproben für den Zeitraum 1990 bis 2014

Der Großteil der Proben erreichte das AQU3-Futtermittellabor in Grub mit dem bayernweiten Kurierdienst des LKV. Per Post zugeschickt bzw. persönlich angeliefert wurden 8.632 Proben.

Der Probeneingang war auch im Untersuchungsjahr 2014 stark saisonal geprägt (Abbildung 78). Während von Juni bis September ein nahezu konstantes Probenaufkommen zu beobachten war, nahmen die Probenzahlen im Oktober und November stark zu. Zur Bearbeitung der 10.730 Proben im Oktober und November mussten zusätzliche Aushilfskräfte zur Probenvorbereitung, Vermahlung und NIRS-Messung eingestellt werden.

Vorteilhaft und arbeitserleichternd war der Umstand, dass mittlerweile ca. 80 % der Proben extern im WebFulab-System vorregistriert wurden. Mit dem Eintreffen der angemeldeten Proben im Labor konnte umgehend mit der Bearbeitung begonnen werden.

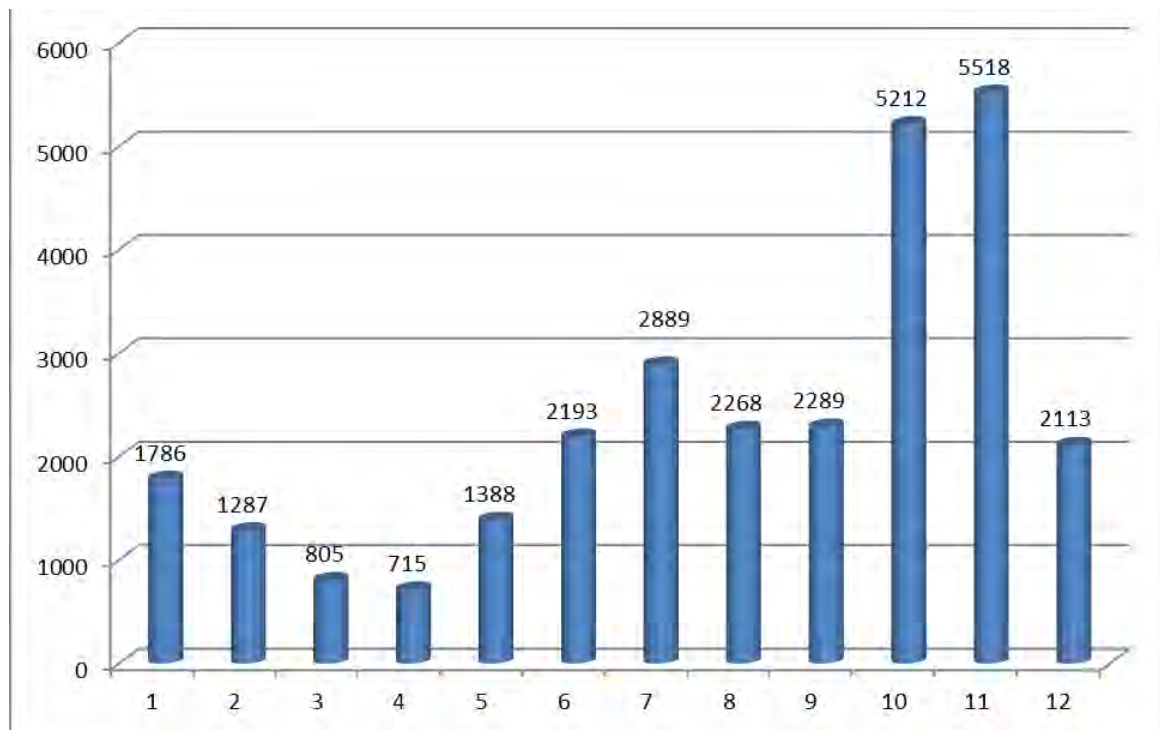


Abb. 78: Monatlichen Probeneingangszahlen im LKV-Labor für das Jahr 2014

Das LKV-Probenaufkommen der letzten Jahre erhöhte sich stetig. Die jährliche Steigerung der letzten drei Jahre lag jeweils bei knapp 15%. Ein Anteil von 6 % der Proben wurde nasschemisch analysiert. Den zahlenmäßig höchsten Untersuchungsanteil machen mit 12.937 Proben die Grassilagen aus, gefolgt von 5.855 Maissilagen. Die Verteilung auf die weiteren Probenarten ist aus der Tabelle 21 zu entnehmen.

Sehr arbeitsintensiv erwiesen sich die Analysen zum Säurebindungsvermögen bei Schweinefuttermitteln im Rahmen eines Monitorings durch das AELF Bayreuth und die Mineralstoff- und Spurenelementanalysen bei Mineralfuttermitteln für Ringausschreibungen.

Bei 2.566 Biogassubstratproben erfolgte lediglich eine Trockenmassebestimmung und bei 1.248 Substratproben wurde zusätzlich der rechnerisch ermittelte Methangasertrag auf der Basis der Rohnährstoffe ausgewiesen (Tabelle 22).

Tab. 21: Übersicht zu Probenarten und Probenzahlen im LKV-Labor für den Zeitraum 2010 bis 2014

Probenart	Probenzahl				
	2010	2011	2012	2013	2014
Grünfutter	1.952	2.024	2.335	2.179	2.473
Gärfutter	14.490	15.481	16.827	17.039	19.535
davon					
Grassilage	9.066	9962	10.402	11.156	12.937
Maissilage	4.639	5.519	5.602	5.510	5855
Heu	261	266	370	456	539
Cobs	253	272	264	267	405
Körnerfrüchte	741	777	1.130	1.256	1.427
Eiweißfuttermittel	170	238	335	316	379
Rinderfuttermittel	138	48	74	71	82
Allein- und Ergänzungsfuttermittel für Schweine	421	395	627	549	503
Gesamtmischrationen	102	105	162	190	196
Sonstige Futtermittel	326	1085	175	141	358
Biogassubstrate	690	1.176	1.895	2.382	2.566
<b>gesamt</b>	<b>19.544</b>	<b>21.867</b>	<b>24.194</b>	<b>24.846</b>	<b>28.463</b>

Im Bereich der Aminosäureanalytik wurden 302 Proben auf Lysin und 188 Proben auf die vier essentiellen Aminosäuren Lysin, Methionin, Threonin und Tryptophan untersucht. Die Analytik dieser Aminosäuren gestaltet sich sehr aufwändig, da drei unabhängige Probenvorbehandlungsschritte und drei chromatographische Trennungsgänge pro Probe notwendig sind.

Die Aminosäureanalytik mittels AminoNIR wurde 1.297-mal nachgefragt. Sie ist für ausgewählte Futterarten möglich und wird von der Fa. Evonik, Hanau, gepflegt. Die NIR-Spektren werden über ein Web-Portal an einen Auswerteserver der Fa. Evonik geschickt. Nach spektraler Prüfung und Auswertung der Spektren erfolgt die Ergebnisrückmeldung ebenfalls über eine Web-Anwendung in Form einer Exceldatei. Durchführbar ist diese Untersuchung für Getreide (Gerste, Weizen, Triticale), Mais, Soja- und Rapsprodukte sowie Ackerbohnen.

Bei den Mineralstoffuntersuchungen (Tabelle 23) bestand das größte Interesse am Block 1 mit den Mengenelementen einschließlich Kupfer und Zink (2804), gefolgt vom Block 2, der zusätzlich die Anionen Schwefel und Chlor sowie die Spurenelemente Mangan und Eisen beinhaltet (320). Die Zahl der Mineralstoffuntersuchungen erhöhte sich im Vergleich zum Vorjahr um 13 % auf 3.124. Die tendenziell steigende Nachfrage an Mineralstoff- und Spurenelementbestimmungen deutet darauf hin, dass die Futterrationen hinsichtlich der Elementzusammensetzung optimiert werden, was im Sinne einer tiergerechten Versorgung ist und zusätzlich ökonomische Vorteile bringt. Gemessen mit der Zahl der Weender-Analysen wurden jedoch lediglich 11% der Proben auf Mineral- und Spurenelemente untersucht. Dieser Anteil sollte noch erheblich gesteigert werden. Zur Selenbestimmung an das Labor des Tiergesundheitsdienstes (TGD) Grub wurden 125 Proben im Unterauftrag vergeben.

Tab. 22: Probenarten und Analysenparameter der LKV-Futtermitteluntersuchung für 2014

Produkt	Parameter												
	Weender gesamt	Weender NIR	Weender Chemie	Zucker	Stärke	ADFom	NDFom	Gas- bildung	Nur TS	Silier- kennwerte	Ammoniak	Biogas	Nitrat
<b>Grünfutter</b>													
Wiesen/Weidegras	1417	1273	144	12		18		21	467	4	1	71	43
Getreide grün	143	0	143	42					45			79	3
Grünmais	708	703	5		17		10		1331			130	14
Klee/Kleegrass	205	189	16			5			14	1	1	3	1
Luzerne/Luzernegrass	25		25										
Sonstige 1 - Grünfutter	15		15						1			1	
<b>Gärfuttermittel</b>													
Grassilagen	12318	12188	130	39		43		47	66	384	79	338	233
Klee-/Kleegrassilagen	445	422	23	3		10		9	5	20	4	54	80
Luzerne-/Luzernegrassilagen	174	155	19	2		9		3		13	3	20	2
Maissilagen	5855	5806	49		11		30		409	143	7	415	70
CCM, MKS, LKS	196	176	20		4				6	3		5	
Ganzpflanzensilagen	509	464	45		1				195	14		100	7
Sonstige Silagen	27		27							2	1	4	2
<b>Heu</b>													
Wiesengras - Heu	530	388	142	6		18	2	22	2			1	1
<b>Cobs</b>	405	360	45			3		6				3	1
<b>Stroh</b>	9		9									3	
<b>Getreide</b>													
<b>Getreidekörner</b>	1361	1255	106	29	64							1	
<b>Maiskörner</b>	66		66		4				22			1	
<b>Nebenprodukte</b>													
Rüben- Nebenprodukte	41		41		2							3	
Müllerei	18		18										
Molkerei	39		39										
Brauerei	47		47		1				2	1		2	2
Sonstige Nebenprodukte	21		21		5					1		1	
<b>Eiweißfuttermittel</b>													
Erbsen/Ackerbohnen	48		48										
Sojabohnen/Lupinen	76	64	12		1							1	
Extraktionsschrot	246	214	32	6	3								
Ölkuchen	9		9										
<b>Kraftfutter</b>													
Kraftfutter Rind	70		70	9	13								
Minfutter Rind	12		12										
Kraftfutter Schwein	448	384	64	34	33				1				
Minfutter Schwein	55		55										
Geflügel	4		4	2	2								
Pferde, Schafe	2		2										
sonstige Mischungen	21		21									2	
<b>TMR</b>	196	184	12	4						5	1	11	
<b>Gülle</b>	5		5								1		
<b>Sonstige</b>	4	3	1										
<b>gesamt</b>	25770	24228	1542	188	161	106	42	113	2566	591	98	1248	459



Tab. 23: Probenarten und Untersuchungspakete für Mineralstoff-, Spurenelement- und Aminosäureuntersuchungen 2014

Produkt	Mineralstoffe 1	Mineralstoffe 2	Selen	Aminosäuren 1	Aminosäuren 2	Aminosäuren NIR
<b>Grünfutter</b>						
Wiesen/Weidegras	167	68	12			
Getreide grün	8			2		
Grünmais	47	2				
Klee/Kleegrass	4					
Luzerne/Luzernegrass	1					
Sonstige 1 - Grünfutter	2					
<b>Gärfuttermittel</b>						
Grassilagen	1502	183	85	1	5	
Klee-/Kleegrassilagen	84	4	1		1	
Luzerne-/Luzernegrassilagen	57	1				
Maissilagen	423	27	10	2		
CCM, MKS, LKS	2			40	9	
Ganzpflanzensilagen	23	1		1		
Sonstige Silagen	1	1				
<b>Heu</b>						
Wiesengras - Heu	48	16	5		2	
<b>Cobs</b>	25	3		4	2	
<b>Stroh</b>						
<b>Getreide</b>						
<b>Getreidekörner</b>	22	1		7	3	1086
<b>Maiskörner</b>	6			1		34
<b>Nebenprodukte</b>						
Rüben- Nebenprodukte	2			1		1
Müllerei				2	1	
Molkerei	9			15	4	
Brauerei	5	1		3		
Sonstige Nebenprodukte	3			4	1	
<b>Eiweißfuttermittel</b>						
Erbsen/Ackerbohnen				5	2	12
Sojabohnen/Lupinen	2			1		11
Extraktionsschrot	4			7	1	153
Ölkuchen					1	
<b>Kraffutter</b>						
Kraffutter Rind	11	1			1	
Minfutter Rind	10	2				
Kraffutter Schwein	184	1	7	200	103	
Minfutter Schwein	51			3	49	
Geflügel	1				3	
Pferde, Schafe	1					
sonstige Mischungen	6			3		
<b>TMR</b>	88	8	5			
<b>Gülle</b>	3					
<b>Sonstige</b>	2	1				
<b>gesamt</b>	2804	320	125	302	188	1297

Zur Qualitätssicherung der Untersuchungsverfahren wird im Futtermittellabor ein hoher Aufwand betrieben.

Die NIRS-Kalibrierungen für Gras, Grassilagen und Maissilagen (ca. 80 % aller eingehenden Proben) werden jährlich in zwei umfassenden Ringversuchen geprüft, die 12 bis 14 Untersuchungsparameter abdecken. Darüber hinaus wird von der VDLUFA-Qualitätssicherung GmbH einmal jährlich die Standardisierung der NIRS-Geräte an Hand

eines definierten Probenkollektivs geprüft, um die Qualität der Ergebnisse aus dem NIRS-Netzwerk zu gewährleisten. Zusätzlich nimmt das Labor an NIRS-Ringuntersuchen des VDLUFA bei Gras- und Maissilagen erfolgreich teil.

Die Röntgenfluoreszenzspektrometrie (RFA) zur Mineralstoffbestimmung wird ebenfalls jährlich in zwei Laborvergleichsuntersuchungen geprüft. In der Regel werden Gras, Grascobs und Silageproben analysiert. Diese werden definiert vermahlen und am RFA-Gerät in vierfacher Wiederholung vermessen.

Sämtliche nasschemische Verfahren werden ebenfalls auch auf diese Weise in Laborvergleichsuntersuchungen überprüft. Zusätzlich zu den NIRS- und RFA-Parametern werden auch die Gehalte an Aminosäuren, flüchtigen Fettsäuren, Nitrat und weiteren Parametern abgefragt. Insgesamt können dies bis zu 45 Inhaltsstoffe sein.

Für die Auswertung relevante Kennwerte sind die Mittelwerte der Gehalte an Inhaltsstoffe, die laborinterne Wiederholbarkeit und die Vergleichbarkeit der Mittelwerte zwischen den teilnehmenden Laboren.

Die Erfolgsquote des AQU3-Labors bei den Teilnahmen an Ringversuchen liegt bei über 95 %.

Umfangreiche Auswertungen der LKV-Untersuchungen sind im Anhang des Jahresberichts 2014 des Instituts für Tierernährung enthalten (<http://www.lfl.bayern.de/ite/>). Neben den Rohnährstoff- und Energiegehalten verschiedener Grobfuttermittel sind Auswertungen zu Nitrat, Gärqualität und Aminosäuren dargestellt. Dies gilt auch für die Untersuchungsergebnisse von Proben aus schweinehaltenden Betrieben.

Die Auswertung enthält zudem eine Zusammenstellung zur Akzeptanz der Web-FuLab Anwendung. Über dieses Portal haben Probeneinsender seit 2013 die Möglichkeit ihre Proben und Untersuchungswünsche online anzumelden und Ergebnisse abzurufen. Die Betreuung dieser Anwendung erfolgt durch Frau Fuhrmann (ITE) und Frau Neumüller bzw. Frau Iovinella (beide AQU3).

Projektleitung: Dr. M. Schuster  
Projektbearbeitung: LKV-Mitarbeiter bei AQU3  
Projektdauer: Daueraufgabe

## 4 Veröffentlichungen und Fachinformationen

### 4.1 Veröffentlichungen

Aschenbach, B., Henkelmann, G.; Herz, M. (2014): Ertrag und Qualität der bayerischen Sommerbraugerste 2014 - Rekorderträge. Brauwelt, 04.12.2014 49/14, Brauwelt, Wochenzeitschrift für das Getränkewesen - 1532

Denschlag, C., Rieder J., Vogel R. F., Niessen J. (2014): Real-time loop-mediated isothermal amplification (LAMP) assay for group specific detection of important trichothecene producing Fusarium species in wheat. International Journal of Food Microbiology, 177, Hrsg.: Elsevier, 117 - 127

Dollhofer, V., Lebuhn, M., Henkelmann, G., Dorn-In, S., Bauer, J. (2014): Pretreatment with anaerobic fungi, a solution to improve digestion of recalcitrant substrates?, Conference proceedings for the international scientific conference Biogas Science 2014, Hrsg.: University of natural resources and Life Sciences Vienna, 44 - 45

Dollhofer, V., Lebuhn, M. (2014): Anaerobic fungi in production scale biogas plants. Proc. 2nd International Conference on Biogas Microbiology (ICBM), June 10-12 (2014), Uppsala, Sweden

Fröschle, B., Lebuhn, M. (2014): Clostridium botulinum – Vorkommen und Verhalten im Biogasprozess. Tagungsband des 5. Agrarwissenschaftlichen Symposiums - Agrarische Stoffkreisläufe: Nährstoffmanagement – Umweltschutz – Ressourceneffizienz. Hans Eisenmann-Zentrum, Zentralinstitut für Agrarwissenschaften der TUM, Freising, Hrsg.: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)

Fröschle, B., Messelhäusser, U., Höller, C., Lebuhn, M. (2014): Incidence of pathogenic clostridia and fate of Clostridium botulinum in biogas processes. 2nd International Conference on Biogas Microbiology (ICBM), June 10-12 (2014), Uppsala, Sweden

Fröschle, B., Lebuhn, M. (2014): Verhalten von EHEC und krankheitserregenden Clostridien in Biogasanlagen. LfL-Jahresbericht 2013, Hrsg.: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL), 91 - 92

Fröschle, B., Kinker, I., Lebuhn, M. (2014): Fast quantification of viable EHEC/EPEC in digestate involving qPCR methodology. Conference proceedings of the International Conference on Anaerobic Digestion, Biogas Science 2014, 26th -30th October 2014, Vienna, Austria

Henkelmann, G. (2014): Die LfL unterstützt die Freisinger Tafel. LfL-Information. LfL-intern, Das Mitarbeiter-Magazin, 1/2013, Hrsg.: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)

Henkelmann, G., Fischer-Kaiser, K. (2014): Qualität und Aussagekraft von Laborergebnissen im Bereich der Biogasproduktion. VDLUFA-Schriftenreihe / Kongressband 2011, Hrsg.: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL), 1 - 10

Ikenmeyer, K., Wilken, D., Knabel, M., Lebuhn, M. (2014): Konsequenzen rechtlicher Änderungen 2013 im Hinblick auf die Einsatzstoffe. Biogas Forum Bayern Nr. III – 10/2014, III – 10/2014, Hrsg.: Biogasforum Bayern

Körber, K., Song, D., Rheinheimer, J., Kaiser, F., Dickhaut, J., Narine, A., Culbertson, D., Thomson, S. und Rieder, J. (2014): Cycloclavine and derivatives there of for controlling invertebrate pests, WO2014096238 (A1) – 2014-06-26

Lebuhn, M. (2014): Mikrobiologie und Hygiene des Biogasprozesses – aktueller Kenntnisstand. renergie e.V. Biogas Infotage 10.1.2014

Lebuhn, M. (2014): Hygienische Unbedenklichkeit landwirtschaftlicher Biogasanlagen? Kongressband der 23. Jahrestagung und Fachmesse des Fachverbands Biogas e.V., Workshop 2, Hygienische Anforderungen an den Betrieb von Biogasanlagen, 14.01.-16.01.2014, Nürnberg, Hrsg.: Fachverband Biogas e.V.

Lebuhn, M., Munk, B., Effenberger, M. (2014): Agricultural biogas production in Germany - from practice to microbiology basics. Energy, Sustainability and Society, 4/10, Hrsg.: Springer Open

Lebuhn, M., Hanreich, A., Klocke, M., Schlüter, A., Bauer, C., Marín Pérez, C. (2014): Towards molecular biomarkers for biogas production from lignocellulose-rich substrates. Anaerobe, 29, 10 - 21

Lebuhn, M. (2014): Erkenntnisse aus 10 Jahren mikrobiologischer Untersuchung von Biogasfermentern. Schaumann BioEnergy Jubiläums-Symposium 75.10, 7.-8.10.2014, Bad Segeberg, Hrsg.: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL), 98 - 103

Messelhäußer, U., Fröschle, B., Lebuhn, M., Höller, C. (2014): Detection of Shigatoxin-producing Escherichia coli (STEC) and Enteropathogenic Escherichia coli (EPEC) in biogas plants in combination with germ carrier experiments. Proc. 2nd International Conference on Biogas Microbiology (ICBM), June 10-12 (2014), Uppsala, Sweden

Munk, B., Lebuhn, M. (2014): Process diagnosis using methanogenic Archaea in maize-fed, trace element depleted fermenters. Anaerobe, 29, 22 - 28

Munk, B., Lebuhn, M. (2014): Spurenelemente in der landwirtschaftlichen Biogasproduktion. Tagungsband des 5. Agrarwissenschaftlichen Symposiums - Agrarische Stoffkreisläufe: Nährstoff-management – Umweltschutz – Ressourceneffizienz. 25.09.2014. Hans Eisenmann-Zentrum, Zentralinstitut für Agrarwissenschaften der TUM, Freising, Hrsg.: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)

Munk, B., Gübitz, G.M., Lebuhn, M. (2014): Population shifts and activity changes of methanogenic Archaea in mesophilic grass silage fed fermenter. Proc. 2nd International Conference on Biogas Microbiology (ICBM), June 10-12 (2014), Uppsala, Sweden

Munk, B., Gübitz, G.M., Lebuhn, M. (2014): Methanogenic Archaea in practice biogas plants operated with grass silage – occurrence, activity and bioindicators. Conference proceedings of the International Conference on Anaerobic Digestion, Biogas Science 2014, 26th -30th October 2014, Vienna, Austria

Monschein, M., Ardjomand-Woelkart, K., Rieder, J., Wolf, I., Heydel, B., Kunert, O., Heuberger, H. und Bauer, R. (2014): Accelerated sample preparation and formation of astragaloside IV in Astragali Radix, *Pharmaceutical Biology*, 52 (4), 403-409

Rudolph, W., Fischer-Kaiser, K., Henkelmann, G. (2014): Wahre Werte? - Welche Aussagekraft haben eigentlich Analyseergebnisse aus dem Biogaslabor? *joule*, 5 / Sep./Okt. 2014, *Agrarenergie*, 36 - 38

Strauß, G., Koch, C. (2014): Maskierte Mykotoxine in fermentierten Pflanzenmaterialien: mikrobiologische, biochemische und analytische Aspekte, 2014, 126. V DLUFA-Kongressband, Hrsg.: Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten, Speyer

Strauß, G. (2014): Entstehung maskierter Mykotoxine in fermentierten Pflanzenmaterialien: mikrobiologische, biochemische und analytische Aspekte. *VDLUFA-Schriftenreihe*, 69/2014, Kongressband 2013 Berlin, Hrsg.: Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten, Speyer, 871 - 886

Weiß, S., Reinsberger, D., Lebuhn, M., Somitsch, W., Guebitz, G.M. (2014): Clinoptilolite-based bioaugmentation in anaerobic digestion. Proc. 2nd International Conference on Biogas Microbiology (ICBM), June 10-12 (2014), Uppsala, Sweden

Wilken, D., Knabel, M., Lebuhn, M., Keymer, U., Ikenmeyer, K. (2014): Hinweise zum Gülleeinsatz in Biogasanlagen, *Biogas Forum Bayern* Nr. V – 2/2009/2014

## 4.2 Veranstaltungen, Tagungen, Vorträge und Kooperationen

### 4.2.1 Vorträge

Referenten	Thema	Ort	Datum	Veranstaltung/ Veranstalter
Lebuhn, M.	Mikrobiologie und Hygiene des Biogasprozesses – aktueller Kenntnisstand	Buchloe	10.01.2014	Biogas Infotage, renergie e.V.
Henkelmann, G. Fischer-Kaiser, K.	Transparenz und Qualität der Laboranalytik im Biogasbereich, und Schlüsselparameter in der Biogasanalytik	Nürnberg	14.01.2014	Messe Nürnberg Messe
Lebuhn, M.	Hygienische Unbedenklichkeit landwirtschaftlicher Biogasanlagen?	Nürnberg	14.01.2014	23. Jahrestagung und Fachmesse des Fachverbands Biogas e.V., Workshop 2, Hygienische Anforderungen an den Betrieb von Biogasanlagen, Fachverband Biogas
Lebuhn, M.	Bakterien und Archaeen / Mikrobiologie im Fermenter, Thermodynamik und Störungen, Hygienisierung und Gärprodukt	Landshut/ Schönbrunn	20.01.2014	Landmaschinenschule Landshut-Schönbrunn, Biogasforum Bayern M2
Henkelmann, G.	Probennahme, Laboranalytik, Analysenparameter im Biogasprozess	Landshut	21.01.2014	Biogasforum ALB e.V.
Henkelmann, G.	Workshop zu Labor- und Analytikparametern am Beispiel von FOS/TAC, pH und TM	Landshut	21.01.2014	Biogasforum Bayern
Henkelmann, G.	Handlungshilfe zur Hygiene im Umfeld von Biogasanlagen	Freising	27.01.2014	Plenumsitzung
Munk, B.	Bakterien und Archaeen / Mikrobiologie im Fermenter, Thermodynamik und Störungen, Hygienisierung und Gärprodukt	Triesdorf	28.01.2014	Landmaschinenschule Triesdorf Biogasforum Bayern M2
Henkelmann, G.	Probennahme, Laboranalytik, Analysenparameter im Biogasprozess	Triesdorf	29.01.2014	Biogasforum ALB e.V.
Henkelmann, G.	Probennahme, Laboranalytik, Analysenparameter im Biogasprozess	Bayreuth	18.02.2014	Biogasforum ALB e.V.
Fischer-Kaiser, K., Henkelmann, G.	Energetische Biomassennutzung Qualität der Laboranalytik im Bereich der Biogasproduktion	Leipzig	25.03.2014	Fachtagung DBFZ

Referenten	Thema	Ort	Datum	Veranstaltung/ Veranstalter
Strauß, G.	Gesunde Tiere - höhere Leistung	Münchweiler / Pfalz	29.03.2014	Sachkundenachweis Hofgut Neumühle
Füglein, R., Fischer-Kaiser, K., Schlagbauer, M., Grameier, H.	Naturwissenschaft und Technik Ausbildung der Referendarinnen und Referendare	Freising	31.03.2014	Ausbildungsprogramm LfL
Munk, B., Lebuhn, M.	Mikrobielle Gemeinschaften in einphasigen Systemen Teilprojekt 2	Freising	31.03.2014	3. BMBF-PTJ Statusseminar Biogas Marker LfL-AQU1c / BMBF/PTJ
Rieder, J.	Aktuelles aus dem Labor, AS-Mykotoxine	Freising	02.04.2014	IPS
Henkelmann, G., Prof. Kuss	Vorbereitung zum Praktikum Backqualität	Freising	06.05.2014	TUM
Munk, B., Lebuhn, M.	Molekularbiologische Untersuchungen	Grub	12.05.2014	4. Verbundprojekttreffen „Schimmelsubstrat“ LfL-ITE
Lebuhn, M., Fröschle, B., Messelhäußer, U., Höller, C.	Incidence of pathogenic clostridia and fate of Clostridium botulinum in biogas processes	Uppsala	11.06.2014	2nd International Conference on Biogas Microbiology ICBM Swedish University of Agricultural Sciences
Lebuhn, M., Fröschle, B., Messelhäußer, U.	Death from the Biogas Plant? - Incidence of Pathogenic Clostridia and Fate of Clostridium botulinum in Biogas Processes	Uppsala	11.06.2014	2nd International Conference on Biogas Microbiology ICBM, Uppsala (Sweden) Swedish University of Agricultural Sciences (SLU)
Dollhofer, V., Lebuhn, M., Griffith, G. W., Callaghan, T.M., Bauer, J.	Anaerobic fungi in production scale biogas plants	Uppsala	12.06.2014	2nd International Conference on Biogas Microbiology ICBM Swedish University of Agricultural Sciences (SLU)
Munk, B., Lebuhn, M.	Population shifts and activity changes of methanogenic Archaea in mesophilic grass silage fed fermenters	Uppsala	12.06.2014	2nd International Conference on Biogas Microbiology ICBM, Uppsala (Sweden) Swedish University of Agricultural Sciences (SLU)
Henkelmann, G., Kuss, C., Fuchs, C.	Einfluss der Stärkequalität von Weizen auf die Backqualität	Detmold	25.06.2014	65. Tagung für Getreidechemie Max Rubner-Institut u. AGF
Richter, T., Henkelmann, G., Niese L.	Weiterentwicklung eines schnellen NIRS-Messverfahrens von DON belastetem	Detmold	25.06.2014	65. Tagung für Getreidechemie Max Rubner-Institut u. AGF

Referenten	Thema	Ort	Datum	Veranstaltung/ Veranstalter
Henkelmann, G.	Die Messung von Protein in pflanzlichen Rohstoffen. Vorstellung des Zentrallabors von AQU	Freising	01.07.2014	TUM
Strauß, G.	Optimierung von Gärresten im Hinblick auf die Düngewirkung, Wirtschaftlichkeit und Klimawirksamkeit. Bindung von Stickstoff in Gärresten von Biogasanlagen durch den Einsatz von ausgewählten Mikroorganismen	Freising	02.07.2014	Besprechung AIF Förderprojekt LfL
Henkelmann, G.	Die Untersuchung von Rohprotein, Sedi und Fallzahl  Vorstellung des Zentrallabors von AQU	München	03.07.2014	TUM
Lebuhn, M.	Erkenntnisse zur Mikrobiologie und der Analytik in Biogasprozessen	Buchloe/ Jengen	09.07.2014	Betreiberseminar renergie Allgäu e.V.
Lebuhn, M.	Mikrobiologie in der landwirtschaftlichen Biogasproduktion	Freising	14.07.2014	TUM-HZ-Reihe „Ökologische Mikrobiologie in der Praxis“ TUM
Rieder, J.	DON-Analytik bei AQU, Informationsaustausch LfL-LGL	Freising	18.07.2014	IPS
Rieder, J.	Valeriana Sisymbriifolia Eine interessante Baldrianart?	Freising	07.08.2014	LfL
Henkelmann, G., Fischer-Kaiser, K.	Transparenz und Qualität von Laboranalytik Qualität von Laboruntersuchungen durch Ringversuche	Stuttgart	16.09.2014	VDLUFA-Kongress
Strauß, G. Koch, Ch., Hofgut Neumühle	Maskierung/Metabolisierung von Mykotoxinen Obligate Bildung von maskierten Mykotoxinen?	Hohenheim	17.09.2014	VDLUFA-Kongress
Munk, B., Lebuhn, M.	Molekularbiologische Untersuchungen	Freising	22.09.2014	5. Verbundprojekttreffen „Schimmelsubstrat“ TUM
Lebuhn, M.	Erkenntnisse aus 10 Jahren mikrobiologischer Untersuchung von Biogasfermentern	Bad Segeberg	08.10.2014	Schaumann BioEnergy Jubiläums-Symposium 75.10, Schaumann BioEnergy
Strauß, G.	Vorstellung der LfL und AQU Bestimmung der Bodenart mittels Fingerprobe	Freising	09.10.2014	Fortbildungsveranstaltung LfL



Referenten	Thema	Ort	Datum	Veranstaltung/ Veranstalter
Henkelmann, G.	Auswirkungen der natürlichen DON-Belastung auf Protein und Stärke, Kleber und Fallzahl	Freising	14.10.2014	IPS
Rieder, J.	Vorerntemonitoring 2014, Abschlussbesprechung	Freising	14.10.2014	IPS
Strauß, G.	LIMS in der LfL - AQU	Freising	20.10.2014	Kick-off-Meeting LfL
Munk, B., Lebuhn, M.	Methanogenic Archaea in practice biogas plants operated with grass silage – occurrence, activity and bioindicators	Wien	27.10.2014	International Conference on Anaerobic Digestion - Biogas Science, Vienna, Boku, Fachverband Biogas, LFL
Dollhofer, V., Lebuhn, M.	Pretreatment with anaerobic fungi - a solution to improve digestion of recalcitrant substrates?	Wien	28.10.2014	International Conference on Anaerobic Digestion - Biogas Science, Vienna, Boku, Fachverband Biogas, LFL
Strauß, G.	Aspekte der Kooperation LfL und LKV - Zentrallabor Grub	Grub	28.10.2014	Kooperationsgespräch LfL
Strauß, G.	Veränderungen der Schimmelpilz- und Bakterienflora von Stroh in den letzten Jahrzehnten	Schweinfurt	30.10.2014	Jahrestagung Ackerbau LfL
Munk, B., Lebuhn, M.	Profiling of the metabolically active community from a production-scale biogas plant by means of high-throughput metatranscriptome sequencing	Wien	05.11.2014	BoKu Wien
Munk, B., Lebuhn, M.	Mikrobielle Gemeinschaften in einphasigen Systemen Teilprojekt 2	Bielefeld	11.11.2014	4. BMBF-PTJ Statusseminar Biogas Marker, Universität Bielefeld
Mikolajewski, S.	Länderübergreifender Ringversuch nach Fachmodul Abfall – 2014 LÜRV-A Klärschlamm 2014: Zusammenfassung	Kassel	12.11.2014	Bundesweites Treffen von Notifizierungsstellen und Ringversuchsveranstaltern des LÜRV-A LANUV Düsseldorf und Regierungspräsidium Kassel
Henkelmann, G.	Vorstellung der Abteilung AQU - das Kompetenzzentrum für Analytik stellt sich vor	Freising	22.11.2014	TUM
Strauß, G.	Vorstellung AQU - Zentrale Analytik	Freising	02.12.2014	Ausbildungsabschnitt der Anwärter LfL

<b>Referenten</b>	<b>Thema</b>	<b>Ort</b>	<b>Datum</b>	<b>Veranstaltung/ Veranstalter</b>
Mikolajewski, S., Müller, H.	Ringversuche 2014 zum Düngeberatungssystem Stickstoff DSN	Freising	04.12.2014	LKP-Laborbesprechung
Mikolajewski, S., Müller, H.	Probennachkontrollen 2013 für die STD-Bodenuntersuchung	Freising	04.12.2014	LKP-Laborbesprechung
Mikolajewski, S., Offenberger, K.	Probennachkontrollen für DSN Nmin-Vergleichsuntersuchungen	Freising	04.12.2014	LKP-Laborbesprechung
Mikolajewski, S.	Kriterien für die Zulassung als LKP-Labor	Freising	04.12.2014	LKP-Laborbesprechung
Strauß, G.	Vorstellung der LfL und AQU	Freising	04.12.2014	LKP Laborbesprechung
Dollhofer, V., Lebuhn, M.	Verbesserung der Effizienz von Biogasanlagen durch anaerobe Pansenpilze (EW/12/17) - Zusammenfassung der Ergebnisse des Verbundvorhabens	München	09.12.2014	Jour Fixe - StMELF Bayern, Statusseminar AS Regenerative Energien
Fischer-Kaiser, K., Henkelmann G.	Qualität von Laboruntersuchungen und Stand des Projektes Ringversuche	München	09.12.2014	Fachtagung - StMELF
Fröschele, B., Lebuhn, M.	Entwicklung eines Schnell-screenings auf Pathogene in landwirtschaftlich relevanten Substraten (K/11/08)	München	09.12.2014	Jour Fixe - StMELF Bayern, Statusseminar AS Regenerative Energien
Lebuhn, M.	Mikrobiologische Prozessfassung (K/11/06)	München	09.12.2014	Jour Fixe - StMELF Bayern, Statusseminar AS Regenerative Energien, StMELF
Munk, B., Lebuhn, M.	Grünlandstudie Teil Molekularbiologie	München	09.12.2014	Jour Fixe - StMELF Bayern, Statusseminar AS Regenerative Energien, StMELF

**4.2.2 Führungen, Exkursionen**

<b>Zitat/Thema</b>	<b>Betreuer</b>	<b>Anzahl</b>	<b>Besucherguppe</b>	<b>Datum</b>	<b>Ort</b>
Futtermittelanalytik	Schuster, M.	20	LKV - Ringassistenten, Leistungsüberprüfer	17.02.2014	Grub
Futtermittelanalytik	Schuster, M.	10	AELF Fachzentrum Rin- dermast, Arbeitskreis Fresser- erzeugung	13.03.2014	Grub
Laboranalytik - Vorstellung AQU	Henkelmann, G.; Mikolajewski, S.; Füglein, R., Rieder, J., Lebuhn, M.	4	Referendare	17.04.2014	Freising
Brau- und Backquali- tät, Qualität von pflanzli- chen Produkten, Qua- lität von Prozessstof- fen der Bioenergie	Füglein, R., Grameier, H., Schlagbauer, M.	4	Referendare	17.04.2014	Freising
Eiweißbestimmung Rheologie Backqualität	Mohler, Henkelmann, G., Grameier, H.	12	Studenten	01.07.2014	Freising TUM
Optimierung von Gär- resten im Hinblick auf die Düngewirkung, Wirtschaftlichkeit und Klimawirksamkeit, Bindung von Stick- stoff in Gärresten von Biogasanlagen durch den Einsatz von aus- gewählten Mikroor- ganismen	Strauß, G.	7	AIF Förderprojekt	02.07.2014	Freising München Freising Troisdorf Erzhausen
Eiweißbestimmung Rheologie Backqualität	Reents, H.J., Henkelmann, G. Grameier, H., Füglein, R.	30	Studenten	03.07.2014	Freising TUM
Mikrobiologie, Molekularbiologie, Biogasfermenter	Lebuhn, M.; Lichti, F.	15	TUM-Studenten	14.07.2014	Freising München
Laboranalytik - Vorstellung AQU Führung durch die Bereiche AQU1a, 1b, 2a, 2c	Füglein, R., Mikolajewski, S., Rieder, J., Henkelmann, G.	6	Referendare des Ausbil- dungsabschnittes: Land- wirtschaft	12.12.2014	Freising Bayern

### 4.2.3 Aus- und Fortbildung, Praktika

Praktikant	Thema/Titel	Zeitraum/Ort	Betreuer Org.E.
Bartl Franziska Schülerin	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	09.07.–15.07.2014 Grub	Schuster, M. AQU3
Cölgecen Aysun Studentin Hochschule	Semesterpraktikum, chemischer Bereich, Eiweißlabor	11.08.-31.12.2014 Freising	Henkelmann, G. AQU2
Detto Noémie Studentin Universität	Molekularbiologie im Biogasprozess	07.04.-15.06.2014 Freising	Lebuhn, M., Munk, B. AQU1c
Dubitsky Rajissa ATA	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	07.01.–27.06.2014 Grub	Schuster, M. AQU3
Fanet Juliette Studentin Universität	Anaerobe Pansenpilze	07.04.-15.06.2014 Freising	Lebuhn, M., Dollhofer, V. AQU1c
Groll Leonie Schülerin	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	09.07.-15.07.2014 Grub	Schuster, M. AQU3
Grupp Jonas Student Universität	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	17.03.-28.03.2014 Grub	Schuster, M. AQU3
Hindelang Roman ATA	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	30.06.-23.12.2014 Grub	Schuster, M. AQU3
Huber Korbinian, Auszubildender	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	15.09.-19.12.2014	Schuster, M. AQU3
Lingnau Sebastian, Schüler	Chemielaborant	20.10.-31.10.2014	Henkelmann, G., AQU2b
Maurer Andreas Schüler	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	22.04.-24.04.2014	Schuster, M. AQU3
Münchow Sophia Schülerin	Fleischqualität	21.07.-31.07.2014	Schuster, M. AQU3b
Regnat Albert Praktikant	Untersuchungen zu Inhaltsstoffen in pflanzlichen Rohstoffen	11.08.-26.09.2014	Henkelmann, G., AQU2c
Sangl Viktoria Praktikantin	Bioprozesstechnik	22.07.-31.08.2014	Henkelmann, G., AQU2c
Volkheimer Benedikt Praktikant	Untersuchung von Weizenmehl mit Rheologischen Methoden, Untersuchung von Weizenkleber und Beurteilung der Ergebnisse	01.09.-31.10.2014	Henkelmann, G., Fuchs, Monika AQU2b
Wöhrl Kathrin Schülerin	Schulpraktikum der Staatl. Fachoberschule für Agrarwirtschaft, Bio- und Umwelttechnologie	06.10.-31.12.2014	Henkelmann, G., Füglein, R. AQU2

#### 4.2.4 Mitgliedschaften und Mitarbeit in Arbeitsgruppen

Name	Mitgliedschaften
Berndt, M.	Arbeitskreis Qualitätsmanagement in der pflanzengesundheitlichen Diagnostik
Berndt, M.	Fachbeirat „Gesundheitlicher Verbraucherschutz/Agrar“ des Akkreditierungsbeirats (BMWV)
Berndt, M.	VDLUFA-Arbeitskreis „Qualitätsmanagementbeauftragte der LUFA“, Vorsitzende
Henkelmann, G.	Biogas Forum Bayern - Arbeitsgruppe III
Henkelmann, G.	Biogasforum Bayern
Henkelmann, G.	Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh)
Henkelmann, G.	VDLUFA-Fachgruppe I: Pflanzenernährung, Produktqualität und Ressourcenschutz
Henkelmann, G.	VDLUFA-Fachgruppe VIII: Umwelt- und Spurenanalytik
Mikolajewski, S.	DBG, Deutsche Bodenkundliche Gesellschaft
Mikolajewski, S.	VDLUFA-Fachgruppe II: Bodenuntersuchung
Mikolajewski, S.	VDLUFA-Fachgruppe III: Düngemitteluntersuchung
Mikolajewski, S.	VDLUFA-Fachgruppe VIII: Umwelt- und Spurenanalytik
Rieder, J.	Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh)
Schuster, M.	VDLUFA-Fachgruppe VI: Futtermittel
Strauß, G.	VAAM
Strauß, G.	VDLUFA - Fachgruppe VIII - Analytik
Strauß, G.	VDLUFA, Fachgruppe VI - Futtermittel
Strauß, G.	VDLUFA, Direktorenkonferenz

#### 4.2.5 Abkürzungsverzeichnis

AAS	Atom-Absorptions-Spektrometrie
AB	Aufgabenbereich
ABB	Abteilung Berufliche Bildung
AbfKlärV	Klärschlammverordnung
AbfZustV	Abfallzuständigkeitsverordnung
ADF	Säuredetergenzfaser
ADFom	organische Säuredetergenzfaser
ADL	Lignin
AELF	Amt für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten
AFR	Abteilung Förderwesen und Fachrecht
AGES	Österreichische Agentur für Gesundheit und Ernährungssicherheit GmbH
AGF	Arbeitsgemeinschaft Getreideforschung e.V.
AIW	Abteilung Information und Wissensmanagement
AOX	Adsorbierbare organisch gebundene Halogene
AP	Anaerobe Pilze
AQS	Analytische Qualitätssicherung
AQU	Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen
AQU-L	AQU Abteilungsleitung

AQU1a	AQU Aufgabenbereich Analytik zur Anorganik
AQU1b	AQU Aufgabenbereich Analytik zur Organik
AQU1c	AQU Aufgabenbereich Analytik zur Mikro- und Molekularbiologie
AQU2a	AQU Aufgabenbereich Analytik zur Brau- und Backqualität
AQU2b	AQU Aufgabenbereich Analytik zur Qualität von pflanzlichen Produkten
AQU2c	AQU Aufgabenbereich Analytik zur Qualität von Prozessstoffen der Bioenergie
AQU3a	AQU Aufgabenbereich Analytik zur Futtermittelqualität
AQU3b	AQU Aufgabenbereich Analytik zur Qualität tierischer Produkte
AS	Astragalosid
ATA	Agrartechnischer Assistent
AVB	Abteilung Versuchsbetriebe
AZV	Abteilung Zentrale Verwaltung
BfUL	Staatliche Betriebsgesellschaft für Umwelt und Landwirtschaft, Sachsen, Nossen
BioAbfV	Bioabfallverordnung
BMBF	Bundesministerium für Bildung und Forschung
BMWi	Bundesministerium für Wirtschaft und Energie
cDNA	Komplementäre DNA
DAkkS	Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH
DIGEFA	Detmolder Institut für Getreide- und Fettanalytik GmbH
DIN	Deutsches Institut für Normung e.V.
DLA	Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR, Großhansdorf
DMK	Deutsches Maiskomitee
DNA	Desoxyribonukleinsäure
DON	Deoxynivalenol
DSN	Düngesystem Stickstoff
DVK	Düngemittelverkehrskontrolle
EHEC	enterohämorrhagische Escherichia coli
ELISA	Enzyme linked immunosorbent assay
ELOS	Enzymlösliche organische Substanz
EN	Europäische Norm
EPEC	enteropathogene Escherichia coli
EU	Europäische Union
EVG	Endvergärungsgrad
FAN	Freier Aminostickstoff
FAPAS	The Food and Environment Research Agency, UK
FMA	Fachmodul Abfall
FOS	Flüchtige organische Säuren
FS	Fischsubstanz
GC	Gaschromatographie
GdCH	Gesellschaft Deutscher Chemiker e.V.
GH	Glycosylhydrolase
HFT	Hohenheimer Futterwerttest
HLG	Hektolitergewicht
HPLC	Hochleistungsflüssigchromatographie
HSWT	Hochschule Weihenstephan-Triesdorf
HyUSE	Hydroxid-Hydrolyse-Ultraschall-Schnell-Extraktion
IAB	Institut für Ökologischen Landbau, Agrarökologie und Bodenschutz
IBA	Institut für Betriebswirtschaft und Agrarstruktur
IC	Ionen-Chromatographie
ICBM	International conference on biogas microbiology
ICC	International Chamber of Commerce
ICP-OES	Inductively coupled plasma optical emission spectrometry ICP-Emissionspektrometrie
IEC	International Electrotechnical Commission
IFI	Institut für Fischerei
ILT	Institut für Landtechnik und Tierhaltung
IMF	Intramuskuläres Fett

IPS	Institut für Pflanzenschutz
IPZ	Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung
IPZ6b	IPZ Arbeitsgruppe Verkehrs- und Betriebskontrollen
ISO	Internationale Organisation für Normung
IST	internal transcribed spacer
ITE	Institut für Tierernährung und Futterwirtschaft
ITZ	Institut für Tierzucht
KErn	Kompetenzzentrum für Ernährung
KS	Klärschlamm
KULAP	Kulturlandschaftsprogramm
LAGA	Länderarbeitsgemeinschaft Abfall
LANUV	Landesamt für Natur, Umwelt und Verbraucherschutz Nordrhein-Westfalen
LAWA	Bund-/Länder-Arbeitsgemeinschaft Wasser
LCB	lignocellulosereicher Biomasse
LFGB	Lebensmittel- und Futtermittelgesetzbuch
LfL	Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft
LGL	Bayerisches Landesamt für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit
LHL	Landesbetrieb Hessisches Landeslabor
LIMS	Laborinformations- und Managementsystem
LKP	Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung in Bayern e.V.
LKV	Landeskuratorium der Erzeugerringe für tierische Veredelung in Bayern e.V.
LSU	Large (ribosomal) subunit
LTZ	Landwirtschaftliches Technologiezentrum
LUFA	Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt
LÜR-V-A	Länderübergreifender Ringversuch Abfall
LVFZ	Lehr-, Versuchs- und Fachzentrum der LfL
LWF	Bayerische Landesanstalt für Wald und Forstwirtschaft
LWG	Bayerische Landesanstalt für Weinbau und Gartenbau
Mal-AS	Malony-Astragalosid
MHA	Methionin-Hydroxy-Analogen
MJ ME	umsetzbare Energie Rind
MJ NEL	Netto-Energie-Laktation
MPN	Most probable number
mRNA	messenger-Ribonukleinsäure, Boten-RNA
mTSB	modifiziertem Tryptose Soja Bouillon
MW	Mittelwert
NDF	Neutraldetergenzfaser
NDFom	organische Neutraldetergenzfaser
NfE	Stickstofffreie Extraktstoffe
NG	Nachgärer
NIR	Nah-infra-rot
NIRS	Nah-infra-rot-Spektroskopie
NIT	Nah-infra-rot-Transmissionsspektroskopie
N <sub>min</sub>	Verfügbarer mineralisierter Stickstoff
NMR	nuclear magnetic resonance (spectroscopy)
nXP	nutzbare Proteinfraction
oTM	organische Trockenmasse
PB	Bayerische Pilotbiogasanlagen
PCB	Polychlorierte Biphenyle
PCDD/F	Polychlorierte Dibenzo-p-dioxine und Dibenzofurane (PCDD/PCDF)
PCR	Polymerase-Kettenreaktion
PF	Polyflagella
PFT	Perfluorierte Tenside
PIAF	Planung, Information und Auswertung von Feldversuchen
ppb	parts per billion (µg/kg)
QM	Qualitätsmanagement
QMB	Qualitätsmanagement-Beauftragte/r

QMS	Qualitätsmanagementsystem
qPCR	quantitativen real-time PCR
rDNA	ribosomale DNA
Rel. Vgl. Stabw	relative Vergleichsstandardabweichungen
ReSyMeSa	Recherchesystem Messstellen und Sachverständige
RF	Rohfaser
RFA	Röntgenfluoreszenzanalytik, Röntgenfluoreszenzspektrometrie
RMT	Rapid-Mix-Test
RNB	ruminale N-Bilanz
RP	Rohprotein
RSD	Relative Standardabweichung
RV	Ringversuch
SG	Sachgebiet
SKNIR	Single-Kernel-Nah-Infrarot
StMELF	Bayerisches Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten
TAC	Total anorganic carbon (anorganisch gebundener Kohlenstoff)
TGD	Tiergesundheitsdienst
TKG	Tausendkorngewicht
TKM	Tausendkornmasse
TM	Trockenmasse
TS	Trockensubstanz
TU	Technische Universität
TUM	Technische Universität München
USE	Ultraschall-Schnell-Extraktion
UV	Ultraviolettes Licht
VAAM	Vereinigung für Allgemeine und Angewandte Mikrobiologie
VDLUFA	Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten
VZ	Verhältniszahl
webFuLab	Onlineanwendung zur Futteruntersuchung
Z	Zoospore
ZIFO	Zielwert-Futter-Optimierung
Abkürzungen der chemischen Elemente: siehe Lehrbücher der Chemie	