

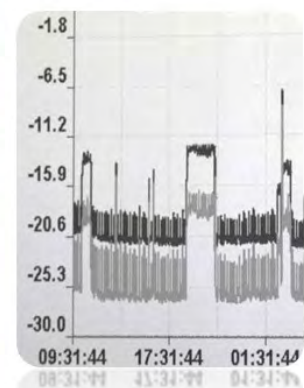
Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft  
**Qualitätssicherung und Untersuchungswesen**



## Zentrale Analytik



## AQU



**Jahresbericht 2015**

## **Impressum**

Herausgeber: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)  
Vöttinger Straße 38, 85354 Freising-Weihenstephan  
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: April 2016

Druck: Abteilung Information und Wissensmanagement

© LfL



**LfL**

Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft

## **Jahresbericht 2015**

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>1 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 .....	24
2.2.2 Qualitätsmanagement und Akkreditierung .....	27
2.3 Notifizierung von Laboratorien und Probenehmern .....	29
2.3.1 Notifizierung von Laboratorien nach Fachmodul Abfall .....	29
2.3.2 Notifizierung von Probenehmern .....	32
2.3.3 Bayerisches Klärschlammnetz .....	33
2.3.4 Länderübergreifender Ringversuch Abfall als Grundlage für die Notifizierung von Laboratorien im Vollzug des Abfallrechts .....	34
2.3.5 Grundlage für die Notifizierung nach Fachmodul Abfall: Ringversuch LÜRV-A Klärschlamm 2015 .....	36
2.3.6 Kulturlandschaftsprogramm (KULAP): Erfassung zugelassener „Gülle- Labore“ .....	40
2.3.7 Qualitätssicherung bei Beratungsaufgaben des Landeskuratoriums pflanzliche Erzeugung e.V. (LKP) .....	41
2.4 Ergebnisse aus Daueraufgaben und Projekten .....	44
2.4.1 Status-Erhebung zur Proben-, Analysen- und Datenlogistik .....	44
2.4.2 Analytik von Handelsdüngern für den Vollzug der Düngemittelverkehrskontrolle .....	46
2.4.3 Deoxynivalenol-Monitoring bayerischen Wintergetreides der Ernte 2015 .....	48
2.4.4 Kontrolle des Atrazin-Anwendungsverbotes 2015 .....	52
2.4.5 Bestimmung von Astragalosid IV .....	54
2.4.6 Inhaltsstoffe von <i>Valeriana sisymbriifolia</i> : Erste Untersuchungen .....	60
2.4.7 Überwachung des Ausbringungsverbots von Neonikotinoiden an Saatgut 2015 .....	64

---

2.4.8	Mikrobiologische Prozessoptimierung in der Biogastechnologie – Identifizierung von Schlüsselorganismen in Biogas-Fermentern .....	68
2.4.9	Einfluss verpilzter Einsatzstoffe auf den Biogasprozess und die hygienische Beschaffenheit von Gärresten .....	70
2.4.10	NIR-Technologie zur Bestimmung der Backqualität.....	75
2.4.11	Optimierung der Knetzeit durch die Messung des Teigwiderstandes.....	77
2.4.12	Untersuchungen zur Qualität tierischer Produkte .....	83
2.4.13	Futtermittelanalytik für das Versuchswesen .....	85
2.4.14	Kooperation mit dem LKV Futtermittellabor – Grundlagen für die Fütterungsberatung Bayern .....	92
<b>3</b>	<b>Veröffentlichungen und Fachinformationen .....</b>	<b>99</b>
3.1	Veröffentlichungen.....	99
3.2	Veranstaltungen, Tagungen, Vorträge und Kooperationen.....	101
3.2.1	Vorträge.....	101
3.2.2	Fachinformationen .....	103
3.2.3	Führungen, Exkursionen .....	104
3.2.4	Diplomarbeiten und Dissertationen.....	105
3.2.5	Aus- und Fortbildung, Praktika.....	105
3.2.6	Mitgliedschaften und Mitarbeit in Arbeitsgruppen.....	106
3.2.7	Abkürzungsverzeichnis .....	107

## Vorwort



Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) ist eine zentrale Einrichtung für die Institute der LfL mit dem Auftrag, landwirtschaftliche Produkte und Produktionsverfahren im Rahmen der Qualitätssicherung und Forschung zu untersuchen.

Die Labore der Abteilung an den Standorten in Freising und Grub werden ausschließlich für die Aufgaben der LfL genutzt und decken den Bedarf der Institute an anorganischen und organischen Untersuchungen von Boden-, Pflanzen- und Futtermittelproben sowie tierischen Erzeugnissen. Die Abteilung erfüllt somit mit hoher Methodenkompetenz und mittels moderner leistungsfähiger Laborgeräte Querschnittsaufgaben für die Institute. Darüber hinaus entwickelt die Abteilung Untersuchungsmethoden und bearbeitet Forschungsprojekte mit analytischer Fragestellung.

Das Analysenspektrum ist breit gefächert und reicht von Boden- und Wasseruntersuchungen bis hin zur Bestimmung der Fleischqualität und Inhaltsstoffen von Futter-, Back- und Braugetreide. Die Labore liefern sowohl Erkenntnisse über Inhaltsstoffe von Dünge- und Pflanzenschutzmitteln als auch über Parameter zur Steuerung von Biogasanlagen. In Zusammenarbeit mit dem Technologie- und Förderzentrum für Nachwachsende Rohstoffe in Straubing werden Qualitätseigenschaften von Nachwachsenden Rohstoffen untersucht. Das Analysenspektrum und Qualitätsstandards werden dabei den aktuellen Anforderungen angepasst.

Darüber hinaus ist die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen zuständig für die Prüfung und Genehmigung von Privatlaboren, die gemäß der Klärschlamm- und Bioabfallverordnung in Bayern tätig werden wollen. In 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.) ist die Abteilung für ein Qualitätssicherungssystem zuständig, das Grundlage für die Dünge- und Fütterungsberatung ist.

Das Jahr 2015 war geprägt durch die erfolgreiche Akkreditierung des Backbereichs: hier wurden zahlreiche Methoden im Rahmen des Qualitätsmanagements validiert und durch die Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH (DAkkS) auditiert. Darüber hinaus wurde die europaweite Ausschreibung für ein Labor-Information- und Management-Systems (LIMS) vorbereitet und in Kooperation mit der Verwaltung der LfL (AZV) und der Abteilung Information und Wissensmanagement (AIW) zielgerichtet vorangetrieben.

Mit dem vorliegenden Jahresbericht möchten wir Ihnen einen Überblick geben über die im letzten Jahr bearbeiteten Schwerpunktthemen und Aktivitäten vermitteln. 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.

Dr. Gerhard Strauß

Leiter der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen

---



# 1 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.

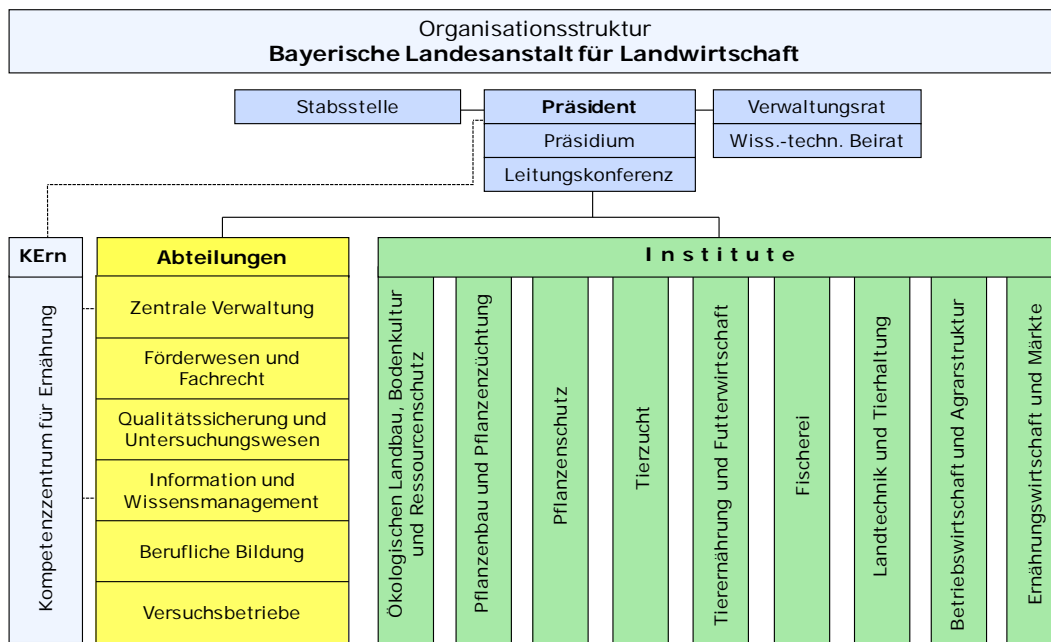


Abb. 1: Organigramm der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)

## 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.

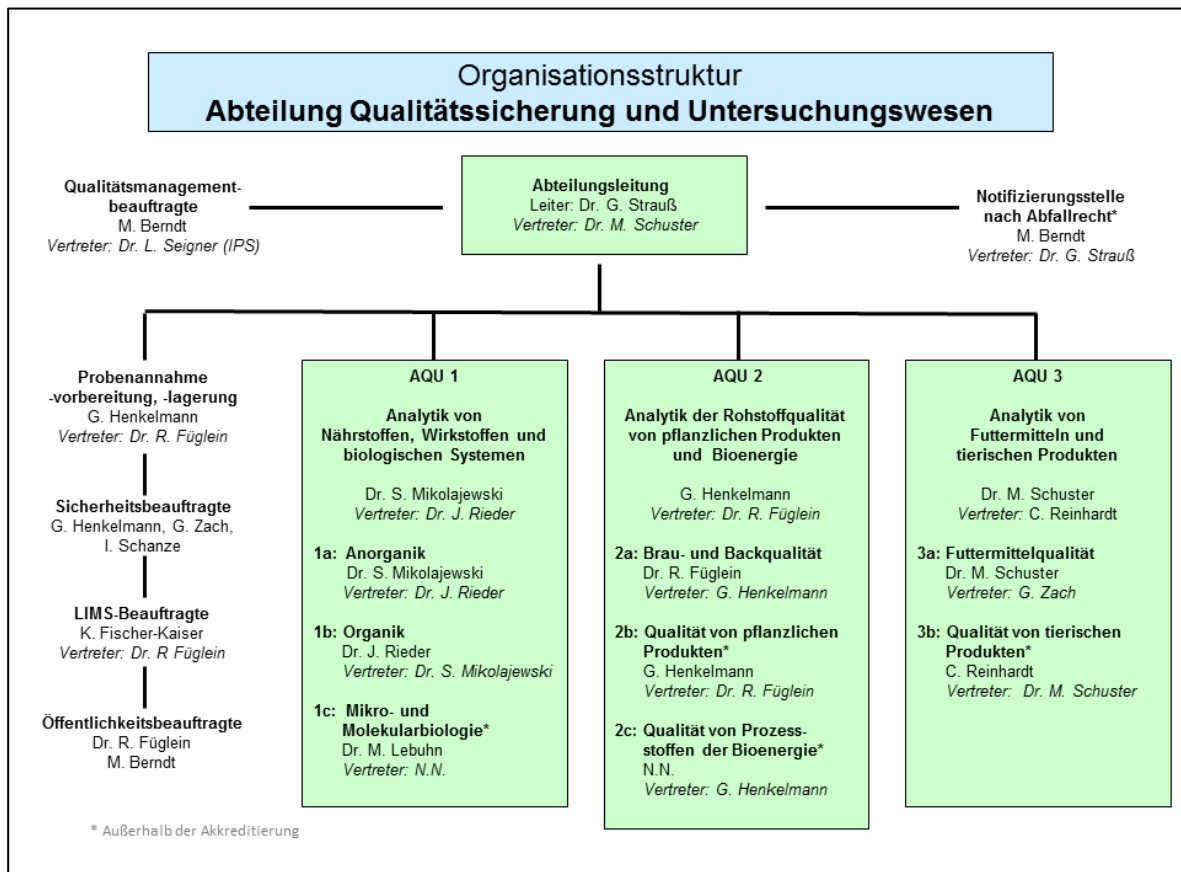


Abb. 2: Organisationsstruktur der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU)



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 Untersuchungswesen – AQU – beschäftigt sich mit allen wesentlichen analytischen Fragestellungen innerhalb der LfL. Die Analyseergebnisse 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 Düngerverordnung,
- Etablierung von Qualitätssicherungsmaßnahmen bzw. der Akkreditierung gemäß DIN EN ISO/IEC 17025,
- Zusammenarbeit mit Fachbehörden, Forschungseinrichtungen und Verbänden in analytisch-methodischen Fragestellungen.

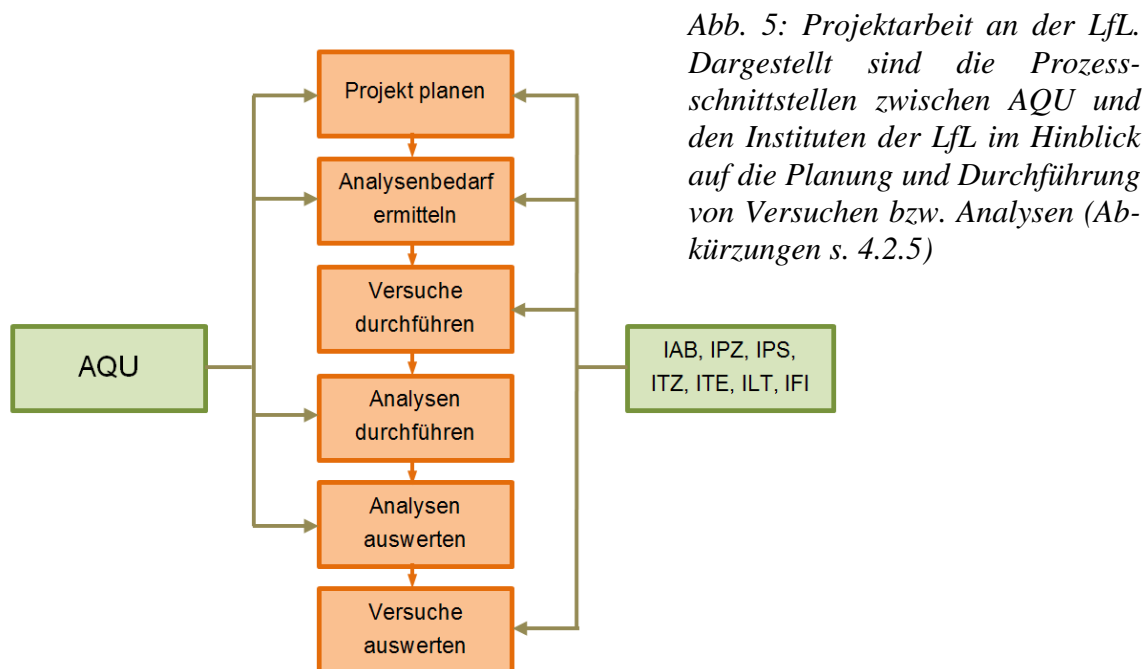
Das Aufgabenspektrum der Abteilung ergibt sich aus:

- dem Hoheitsvollzug in eigener Zuständigkeit, der insbesondere im Bereich des Abfallrechts (Notifizierungsstelle) wahrgenommen wird,
- der Analytik im Vollzug der Düngerverordnung 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 Futterwirtschaft (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/IEC 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, Probenachkontrollen 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.



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 Auftraggeber orientiert 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.

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

Pflanzenverfügbarer 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-ammonicitratlöslich

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

$P_2O_5$ , Mineralsäurelöslich

$P_2O_5$ , alkalisch-ammonicitratlöslich: Methode Petermann

$P_2O_5$ , in 2% Zitronensäure löslich

$P_2O_5$ , in 2% Ameisensäure löslich

$P_2O_5$ , in 2% Zitronensäure und alkalisch-ammonicitratlöslich (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 (Kaltdampftechnik)

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)

Pflanzenverfügbarer 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 Korn (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 (Abbildung 7).



Abb. 7: Analysenproben im automatischen Probengeber vor der chromatographischen Analyse

Mit insgesamt 109.985 Proben und 650.910 Analysenwerten (Tabellen 2 und 3) wurde auch im Jahr 2015 die Analysenleistung von AQU stark nachgefragt.

Die Anzahl der bei AQU analysierten Proben war im Vergleich zum Jahr 2014 auf einem niedrigeren Niveau, wo 126.998 Proben untersucht wurden. Dies ist darauf zurückzuführen, dass in Vorbereitung der LIMS-Umstellung die Organisation und Probenlogistik verändert wird: Dadurch werden Proben nur einmalig erfasst, die in unterschiedlichen Sachgebieten untersucht werden. Zusätzlich zu den in Tabelle 2 aufgeführten Proben wurden im Aufgabenbereich AQU 1c (Mikro- und Molekularbiologie) ca. 260 Proben im Rahmen von Forschungsprojekten zur Biogasprozessoptimierung untersucht.

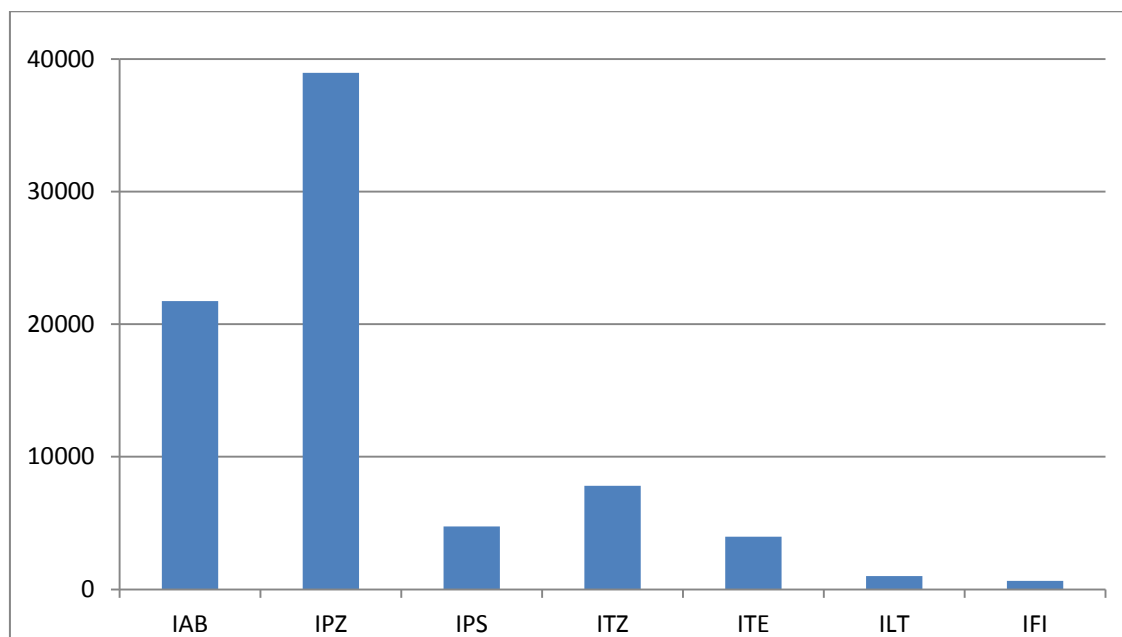


Abb. 8: Anzahl der Probeneingänge aus den Instituten der LfL im Berichtsjahr 2015

Tab. 2: Übersicht zu Probenart und –herkunft von AQU-Proben im Berichtsjahr 2015

Probenart: Untersuchungsart Probenmatrix	Probenherkunft				gesamt
	LfL-interne Proben aus .....			Proben ex- terner Auf- traggeber	
	Hoheits- vollzug	Dauerauf- gaben	Drittmittel- projekten		
Anorganische Untersuchungen – Düngemittel, Böden, Getreide	517	11.489	556	831	13.393
Organische Untersuchungen – Böden, Heilpflanzen, Getreide, Kartoffel	410	3.471	-	-	3.827
Untersuchungen pflanzlicher Rohstoffe und von Bioenergie- Proben	-	30.180	19.657	5.511	55.348
Untersuchung der Futtermittel- qualität	-	28.022	1.254	34	29.310
Untersuchungen der Qualität tie- rischer Erzeugnisse	7.772	185	150	-	8.107
<b>gesamt</b>	<b>8.699</b>	<b>73.347</b>	<b>21.617</b>	<b>6.376</b>	<b>109.985</b>

Tab. 3: Übersicht der Einzelanalysenwerte in AQU im Jahr im Berichtsjahr 2015

Analysenwerte: Probenmatrix	Probenherkunft				gesamt
	LfL-interne Proben aus .....			Proben ex- terner Auf- traggeber	
	Hoheits- vollzug	Dauerauf- gaben	Drittmittel- projekten		
Anorganische Untersuchungen – Düngemittel, Böden, Getreide	3.786	28.847	6.098	2.684	41.415
Organische Untersuchungen – Böden, Heilpflanzen, Getreide, Kartoffel	820	6.672	-	-	7.492
Untersuchungen pflanzlicher Rohstoffe und von Bioenergie- Proben	-	201.125	86.575	44.443	395.143
Untersuchung der Futtermittel- qualität	-	170.368	18.328	552	189.048
Untersuchungen der Qualität tie- rischer Erzeugnisse	12.003	4.273	1.536	-	17.812
<b>gesamt</b>	<b>16.609</b>	<b>411.285</b>	<b>112.537</b>	<b>47.679</b>	<b>650.910</b>

Die größten Auftraggeber unter den LfL-Instituten waren IPZ mit 38.962 Proben (2014: 50.994 Proben), gefolgt von IAB mit 21.751 Proben (2014: 20.373 Proben), ITZ mit 7.812 Proben (2014: 7.592 Proben), ILT mit 1.006 Proben (2014: 4.728 Proben), und ITE mit 3.965 Proben (2014: 3.858 Proben). Gemäß ihren Aufgaben und Versuchsanstellungen waren die Institute der LfL an unterschiedlichen Analysenpaketen 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.

Die Inanspruchnahme der Analytik von AQU durch die LfL-Institute weist auch in 2015 bei den Probenzahlen erkennbare Unterschiede auf (Abbildung 8): Die nachgefragten Analysenparameter und Probenmatrices unterliegen entsprechend den aktuellen Forschungsprojekten der Institute deutlichen Schwankungen.

Der Anteil externer Proben (Abbildung 9) lag im Jahr 2015 mit 6.376 Proben bei 6 % (Vorjahr 6.801 Proben, 5 %). Die Anzahl der Proben aus dem Vollzug der Düngemittelverkehrskontrolle und anderer Vollzugsaufgaben betrug 8 % (8.699 Proben). In den Bereich Daueraufgaben und Drittmittelprojekte unter Federführung der Institute fielen 67 % bzw. 20 % der bei AQU untersuchten Proben.

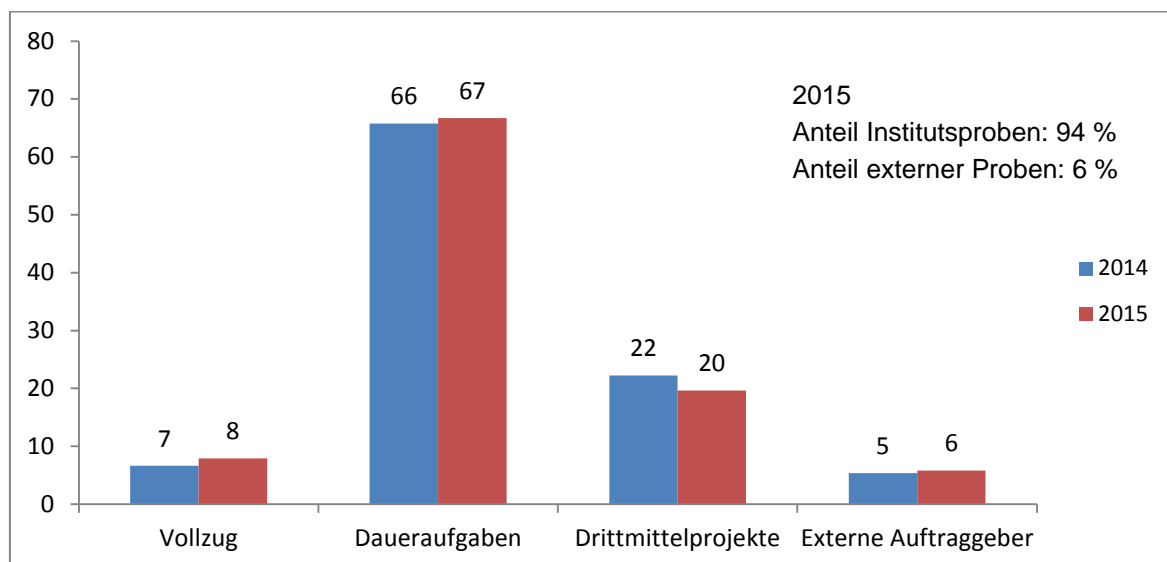


Abb. 9: Übersicht über die Herkunft der in AQU untersuchten Proben in den Jahren 2014 und 2015 (prozentuale Verteilung)

## 2.2 Qualitätssicherung

Die Qualitätssicherung ist in der Abteilung für Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) von großer Bedeutung 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 Analysendaten zur Verfügung stellen zu können.

Eine gängige Maßnahme stellt das Führen von Qualitätsregelkarten dar (Abbildung 10).

Bei jedem Analysengang (z.B. arbeitstäglich) werden identische Kontrollproben mitgeführt. Aus der statistischen Auswertung dieser Analyseergebnisse eröffnet sich für Labormitarbeiter die Möglichkeit, frühzeitig analytische Probleme zu erkennen und entsprechende Maßnahmen zu ergreifen. Auch über einen längeren Zeitraum sich entwickelnde Trends können identifiziert werden, die beispielsweise auf eingeschränkt wirksame Reagenzien zurückzuführen sind.

Zu den externen Qualitätssicherungsmaßnahmen für ein Labor gehören Ringversuche oder Eignungsprüfungen: Verschiedene Laboratorien erhalten identische Proben, die nach vorgegebenen Analyseverfahren auf ausgewählte Parameter zu untersuchen sind. Die Auswertung erlaubt Rückschlüsse auf die Messqualität des Labors und Aussagen zur Messgenauigkeit des angewandten Analyseverfahrens. Ringversuche sind auch Basis der Validierung eines Messverfahrens: die grundsätzliche Eignung eines exakt definierten Analyseverfahrens für einen Analysenparameter in einer Probenmatrix. Bei Methodenentwicklungen werden von verschiedenen Laboratorien unterschiedlichste Verfahren angewandt, diese technisch weiter zu entwickeln.

Die Teilnahme an Ringversuchen ist auch eine zentrale Forderung der Labor-Akkreditierung: Die AQU-Labore sind für den größten Teil ihrer Verfahren nach der internationalen Norm DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiert. Neben den AQU-Laboren 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 Qualitätsmanagementsystem und die Akkreditierung eingebunden und werden in dieser Hinsicht zentral von AQU betreut.

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

Zur Validierung und Evaluierung der Analysemethoden in AQU ist die regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen in den unterschiedlichsten Arbeitsbereichen notwendig (2.2).

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, Pflanzen-

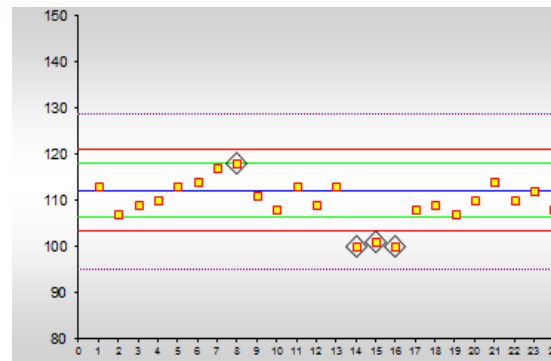


Abb. 10: Beispiel einer Qualitätsregelkarte mit Messpunkten einer Kontrollprobe



schutzmittel, Mineralstoffe, Aminosäuren oder Eigenschaften wie Energiegehalt, Malz- und Backqualität untersucht wurden.

Tab. 4: Ringversuche mit Teilnahme von AQU-Laboren im Berichtsjahr 2015 (Abkürzungen s. 4.2.5)

Teilnehmer	Thema des Ringversuchs	Veranstalter	Datum
AQU1a	DSN 1: Bestimmung von $N_{\min}$ in Bodenproben	LfL-AQU1	01/2015
AQU1a	DSN 2: Bestimmung von $N_{\min}$ in Bodenproben	LfL-AQU1	03/2015
AQU1a	VDLUFA Fertilizer Ring Test- EU Q7/2015: "Liquid micronutrient fertilizer (Multimicro fluid)"	VDLUFA	04/2015
AQU1a	LÜR-V-A Bioabfall 2015	LHL Hessen, Kassel	05/2015
AQU1a	LÜR-V-A Klärschlamm 2015	LfL-AQU1	05/2015
AQU1a	Q 01/2015 - Blähton	VDLUFA FGIII	05/2015
AQU1a	9. LfL-Biogas-Ringversuch	LfL-AQU2	05/2015
AQU1a	LÜR-V-A Boden 2015	LTZ Augustenberg	06/2015

AQU1b	DON in Weizenmehl	FAPAS	01/2015
AQU1b	DON und ZEA in Getreide	DLA	02/2015
AQU1b	DON in Maismehl	FAPAS	05/2015
AQU1b	DON in Tierfutter	FAPAS	11/2015

AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	DIGEFA	01/2015
AQU2a	Analytik zur Bestimmung der Malzqualität	LGC Standards, UK	02/2015
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	DIGEFA	03/2015
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	DIGEFA	05/2015
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	DIGEFA	07/2015
AQU2a	Würze-Ringanalyse W1/2015	DOEMENS	07/2015
AQU2a	Analytik zur Bestimmung der Gerstenqualität, Abgleich der neuen Standards	TU-München	08/2015
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	DIGEFA	09/2015
AQU2a	Untersuchungen zur Backqualität	DIGEFA	11/2015
AQU2a	Würze-Ringanalyse W2/2015	DOEMENS	12/2015

Teilnehmer	Thema des Ringversuchs	Veranstalter	Datum
AQU2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	01/2015
AQU2b	Rohstoffqualität Raps	DOEMENS	02/2015
AQU2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	03/2015
AQU2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	05/2015
AQU2b	Rohstoffqualität Gerste, Weizen (Normierung)	DOEMENS	07/2015
AQU2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	07/2015
AQU2b	Messwertabgleich im NIRS Verbund, Raps	NIRS GmbH Kassel VDLUFA	07/2015
AQU2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	09/2015
AQU2b	Messwertabgleich im NIRS Verbund, Silomais	NIRS GmbH Kassel VDLUFA	11/2015
AQU2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	DIGEFA	11/2015
AQU2c	LfL-Biogas-Ringversuch (Einsatzstoffe, Fermenterinhalt, Gärrest - Gasbildung)	LfL-AQU2c	05/2015

AQU3a	VDLUFA Futtermittel-Enquete 2015 Untersuchung Ergänzungsfutter für Kaninchen, Ergänzungsfutter für Mastriinder, Mineralfutter für Schweine; Untersuchung auf Inhalts- und Zusatzstoffe	VDLUFA, Fachgruppe VI; Durchführung: BfUL Nossen	01/2015
AQU3a	IAG Ringtest 2015 for Feeding-stuffs Green Meal Pellets, Mixed Feed	AGES	05/2015
AQU3a	VDLUFA Ringversuch Q1 - 2014 FG III „Bestimmung von Elementen und Spurennährstoffen in organischen Düngemitteln mit RFA“ (Hühnertrockenkot, Kofermente, NawaRo, Rindergülle)	LUFA Rostock	05/2015
AQU3a	21. Futtermittelringanalyse 2015 (Untersuchung einer Probe Grünlandaufwuchs)	BfUL Nossen	08/2015

### 2.2.2 Qualitätsmanagement und Akkreditierung

Für die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU), die größte Laboreinheit an der LfL, hat die Bestätigung ihrer fachlichen Kompetenz einen hohen Stellenwert. Auf Basis der Analyseergebnisse werden Empfehlungen und Vollzugsentscheidungen getroffen, die für die Forschung, Beratung und für landwirtschaftliche Betriebe von erheblicher Bedeutung sind.

In den Laboren wurde deshalb ein Qualitätsmanagementsystem auf Basis der international anerkannten Norm DIN EN ISO/IEC 17025 „Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien“ etabliert. Erteilt wird die Akkreditierung nach eingehender Dokumentenprüfung und Labor-Kontrolle durch die Experten der Deutschen Akkreditierungsstelle GmbH (DAkkS). Werden alle Anforderungen der Norm eingehalten, bestätigt die DAkkS die fachliche Kompetenz des Labors, indem sie einen Akkreditierungsbescheid und eine Akkreditierungsurkunde ausstellt.



*Abb. 11: Akkreditierungssymbol der Deutschen Akkreditierungsstelle GmbH (DAkkS) mit der LfL-Registrierungsnummer*

#### Vorteile der Akkreditierung

Mit Hilfe der Akkreditierung werden Prüfergebnisse von Laboren vergleichbar, nachvollziehbar und das Vertrauen in die Qualität der Analytik gestärkt, was außerordentlich wichtig ist für eine gute Kooperation zwischen Analysenlabor und Auftraggeber. Weitere evidente Vorteile sind:

- bessere Arbeitsorganisation durch klare Festlegung von Aufgaben und Zuständigkeiten
- Vermeidung von Redundanzen/doppelten Arbeiten durch klar strukturierte Arbeitsabläufe im Labor
- schnellere und gezielte Einarbeitung neuer Mitarbeiter oder Aushilfen
- Schutz vor Wissensverlust bei Ausscheiden von Mitarbeitern
- Sicherstellung der Qualifikation der Mitarbeiter, z.B. durch obligate Schulungen
- Etablierung von Qualitätssicherungsmaßnahmen, z.B. regelmäßige Teilnahme an Eigenprüfungen, Mitführen von Kontrollproben und Prüfmittelüberwachung
- Einführung dokumentierter Verfahren zum Umgang mit Analysenproblemen oder Fehlern
- Reduzierung von Fehlern und damit Verringerung von Wiederholungsprüfungen
- Klare Vorgaben zur Methodvalidierung und Leistungskriterien (z.B. Analysenspielräume)
- bessere Akzeptanz der Untersuchungsergebnisse
- höhere Rechtssicherheit

## Überwachung durch die DAkkS

Die letzte Überwachung des Laborbetriebs in AQU durch die DAkkS hat im Oktober 2015 stattgefunden. Nach einem vorher festgelegten Begutachtungsplan wurden die eingehende Dokumentenprüfung und die umfangreichen Laborbegehungen an drei Tagen an den Standorten Freising und Grub von einem Fachbegutachter durchgeführt.



Dabei wurden die im Qualitätsmanagementsystem festgelegten Prozesse im Hinblick auf ihre praktische Umsetzung und hinsichtlich der Akkreditierungskriterien überprüft. Ziel der Begutachtung war die Feststellung der Kompetenz der Labore, die beantragten Verfahren durchführen zu können sowie die Feststellung der Konformität mit allen in den Akkreditierungsregeln festgelegten Anforderungen.

Bereiche mit Optimierungsbedarf wurden identifiziert und in Abweichungsberichten dokumentiert. Die jeweiligen Korrekturmaßnahmen mussten innerhalb einer Frist von zwei Monaten abgeschlossen und dem Fachbegutachter nachgewiesen werden. Die insgesamt positive Bewertung und die ordnungsgemäße Erledigung der Korrekturmaßnahmen führten zu dem Ergebnis, dass die Akkreditierung ohne Auflagen aufrechterhalten und um die Verfahren zur Untersuchung der Backqualität von Getreide erweitert werden kann.

Zum Akkreditierungsumfang von AQU gehören aktuell die folgenden Bereiche:

- Düngemittelanalytik (AQU 1a)
- Mykotoxinanalytik (AQU 1b)
- Analytik zur Untersuchung der Brauqualität von Getreide (AQU 2a)
- Analytik zur Untersuchung der Backqualität von Getreide (AQU 2a)
- Futtermittelanalytik (AQU 3a)

In das unter der Regie von AQU etablierte Qualitätsmanagementsystem sind weitere LfL-Labore integriert, die hinsichtlich der Einführung und Aufrechterhaltung der Akkreditierung von der Qualitätsmanagementbeauftragten von AQU betreut werden. Da es sich um ein gemeinsames Akkreditierungsverfahren handelt, wurden im Herbst 2015 auch diese Labore von Fachbegutachtern der DAkkS überprüft. Die Akkreditierung besteht in den Laboren:

- Bakteriologisches Labor - Institut für Pflanzenschutz (IPS 2b)
- Virologisches Labor - Institut für Pflanzenschutz (IPS 2c)
- Nematologisches Labor - Institut für Pflanzenschutz (IPS 2d)
- Labor für die Virustestung bei Pflanzkartoffeln - Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung (IPZ 3a)
- Milchanalytisches Lehr- und Versuchslabor - Lehr-, Versuchs- und Fachzentrum (LVFZ) für Milchanalytik

In der Anlage zur Akkreditierungsurkunde sind die Analysenverfahren präzise definiert und sowohl im offiziellen Verzeichnis akkreditierter Stellen der DAkkS (<http://www.dakks.de/content/akkreditierte-stellen-dakks>) als auch auf den Internetseiten der LfL (<https://www.lfl.bayern.de/verschiedenes/qualitaetsmanagement>) zu finden.

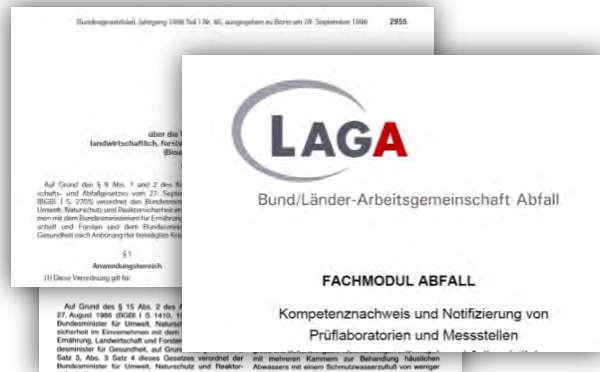
Die nächste Begutachtung durch die DAkkS steht im März 2017 an. Inhaltliche Schwerpunkte werden turnusgemäß die Anforderungen an das Management sein sowie ausgewählte technische Anforderungen. Es ist vorgesehen, weitere Labore von AQU und IPS mit dem Ziel der Akkreditierung in das Qualitätsmanagementsystem zu integrieren.

## 2.3 Notifizierung von Laboratorien und Probenehmern

Zu den von der Abteilung für Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) durchgeführten Zulassungsverfahren zählen sowohl auf gesetzlichen Bestimmungen basierende Verwaltungsakte (Notifizierung) als auch nach anderen Kriterien geregelte Anerkennungen von Laboren und Personen.

### 2.3.1 Notifizierung von Laboratorien nach Fachmodul Abfall

Laboratorien, die im Rahmen der Bioabfall- und Klärschlammverordnung Analysen durchführen möchten, müssen dazu von der zuständigen Behörde notifiziert, d.h. nach einem festgelegten Verfahren zugelassen werden. Die Grundlage für die Notifizierung bildet neben den angeführten Verordnungen das Fachmodul Abfall - Kompetenznachweis und Notifizierung von Prüflaboratorien und Messstellen (Untersuchungsstellen) im abfallrechtlich geregelten Umweltbereich.



Das Fachmodul Abfall (FMA) wurde 1998 von der Umweltministerkonferenz (UMK) beschlossen, mit dem Ziel, einen möglichst ländereinheitlichen Vollzug des Abfallrechts zu gewährleisten. Erarbeitet und aktualisiert wurde es von der der Bund-/Länder-Arbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA), einem Arbeitsgremium der UMK.

Entsprechend den Anforderungen der einschlägigen gesetzlichen Regelungen umfasst das FMA die folgenden Untersuchungsbereiche:

1. Klärschlamm nach Klärschlammverordnung
2. Boden nach Klärschlammverordnung und Bioabfallverordnung
3. Bioabfall nach Bioabfallverordnung
4. Altöl nach Altölverordnung
5. Abfall nach Deponieverordnung (behördliche Zulassung entfällt seit 17.10.2011)
6. Altholz nach Altholzverordnung.

Die Abteilung für Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) ist für die Notifizierung von Untersuchungsstellen für die FMA-Untersuchungsbereiche Klärschlamm, Boden und Bioabfall in Bayern zuständig. Da die von einem Land erteilte Notifizierung bundesweit gilt, besteht eine enge Zusammenarbeit und ein gegenseitiger Informationsaustausch zwischen den Notifizierungsstellen der einzelnen Bundesländer.

### Ablauf des Notifizierungsverfahrens

- Antragstellung durch das Labor
- Nachweis der Kompetenz (u.a. Akkreditierung nach DIN EN ISO/IEC 17025, erfolgreich absolvierte Ringversuche) durch das Labor

- Prüfung der eingereichten Unterlagen durch AQU
- Erstellen des auf fünf Jahre befristeten Notifizierungsbescheides (bei positivem Ergebnis)
- Eintrag in das Verzeichnis der notifizierten Labore im Internet (ReSyMeSa, siehe unten)
- Überwachung der Kompetenz des Labors
- Sofern erforderlich, Änderungen oder (Teil-) Widerruf der Notifizierung

### Recherchesystem Messstellen und Sachverständige

Das Recherchesystem Messstellen und Sachverständige, kurz: ReSyMeSa, ermöglicht die Suche nach Untersuchungsstellen und Sachverständigen, die von den Bundesländern in den Umweltbereichen Abfall, Boden/Altlasten, Immissionsschutz und Wasser notifiziert wurden. Die Pflege der Daten obliegt den jeweils zuständigen Notifizierungsstellen. Abbildung 12 zeigt eine Übersicht der von AQU notifizierten Labore.



Modul Abfall | Notifizierte Stellen

Sie befinden sich hier:

**Rechercheergebnisse - Suche nach Kriterien**

Sie haben nach diesen Kriterien gesucht:

**Geschäftssitz in Bundesland (ODER) : BY**

Ausgeblendete Standorte anzeigen

	Nummer	Name	Ort
<input type="checkbox"/>	AST44	AGROLAB Labor GmbH	Bruckberg
<input type="checkbox"/>		NL Agrolab GmbH Dr. Blasy - Dr. Busse	Eching a. A.
<input type="checkbox"/>	AST162	analab Taubmann GmbH	Mainleus-Rothwind
<input type="checkbox"/>	AST37	Analytik Institut Rietzler GmbH	Nürnberg
<input type="checkbox"/>		Analytik Institut Rietzler GmbH	Ansbach
<input type="checkbox"/>	AST116	Aqua Control Werner Müller e.K.	Konradsreuth
<input type="checkbox"/>	AST35	BVU Bioverfahrenstechnik und Umweltanalytik	Markt Rettenbach
<input type="checkbox"/>	AST134	Chemisches Labor Dr. Barbara Graser	Schonungen
<input type="checkbox"/>	AST148	Dr. Graner & Partner GmbH	München
<input type="checkbox"/>	AST42	DSG Biotec Pharma- und Umweltanalytik GmbH	Aschau-Chiemgau
<input type="checkbox"/>	AST216	görtler analytical services gmbh	Vaterstetten
<input type="checkbox"/>	AST39	Institut für Wasser-, Umwelt- und Qualitätskontrolle Dr. Nuss	Bad Kissingen
<input type="checkbox"/>	AST163	LAFUWA Ingenieurbüro f. Umwelttechnik, Beratung und Analytik GmbH	Fürstenstein
<input type="checkbox"/>	AST159	Mayr Umweltanalytik GmbH	Dachau
<input type="checkbox"/>	AST253	Schmack Biogas Service GmbH	Schwandorf
<input type="checkbox"/>	AST194	Stadt Augsburg - Abwasserbetrieb Abt. Abwasserreinigung, AR 4 Labor	Augsburg
<input type="checkbox"/>	AST146	Stadtentwässerung der Stadt Schweinfurt	Schweinfurt
<input type="checkbox"/>	AST156	Stadtentwässerung und Umweltanalytik Nürnberg	Nürnberg
<input type="checkbox"/>	AST40	Uphoff GmbH	Aschau-Chiemgau
<input type="checkbox"/>	AST15	ZfD- Zentrum für Dioxinanalytik GmbH	Bayreuth

Abb.: 12: Ausschnitt aus der internetbasierten Datenbank ReSyMeSa (hier: Suche nach dem Kriterium Bundesland)

Sowohl Kontrollbehörden als auch potentiellen Auftraggebern bietet ReSyMeSa unter der Adresse [www.resyimesa.de](http://www.resyimesa.de) umfangreiche Informationen, die sich in erster Linie auf die notifizierten Untersuchungsstellen beziehen (Abbildung 13). Dabei handelt es sich insbesondere um

- notifizierte Untersuchungsbereiche
- Geschäftssitz und ggf. weitere Standorte der Untersuchungsstelle
- Ansprechpartner
- Notifizierungsbescheide (nicht-öffentlich) bzw. Anlagen zu den Bescheiden
- Angaben zu Befristungen, Einschränkungen und Ergänzungen der Notifizierung

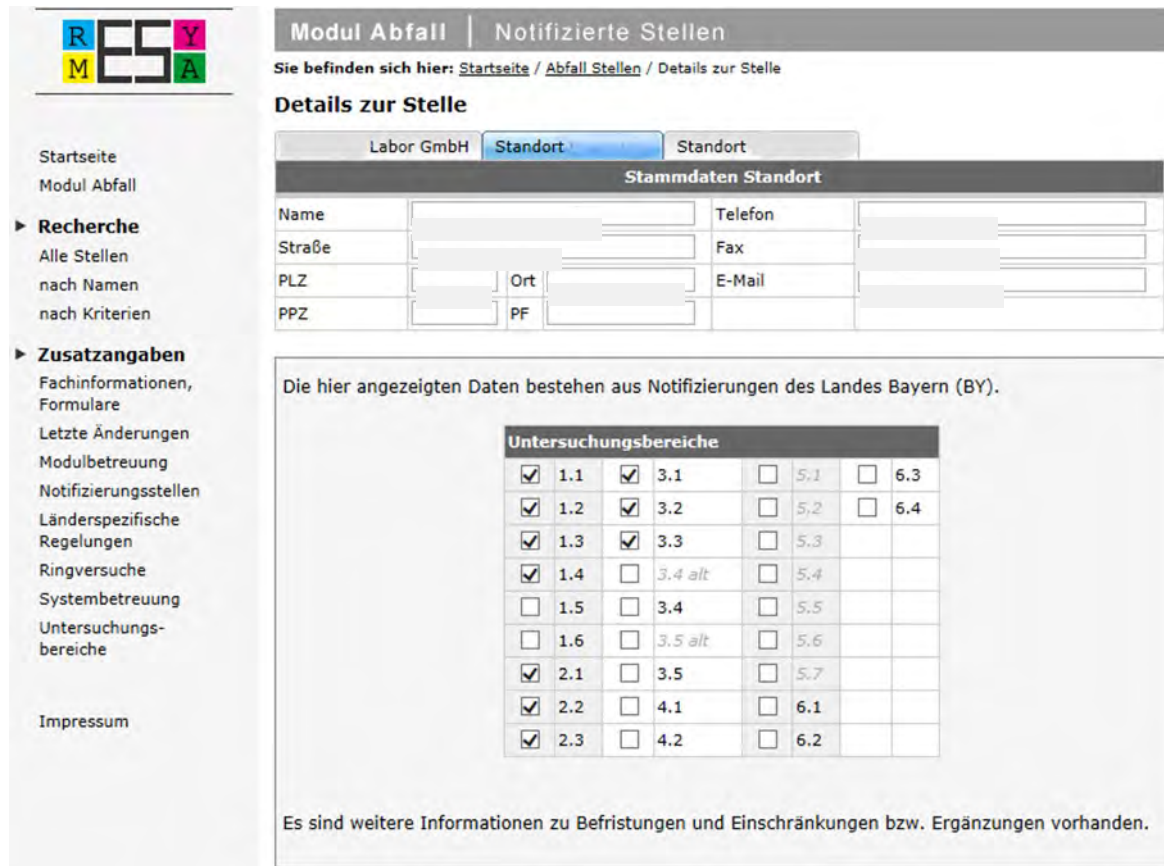


Abb. 13: Internetbasierte Datenbank des Recherchesystem Messstellen und Sachverständige (ReSyMeSa). Dargestellt sind Informationen zu einer Untersuchungsstelle mit zwei Standorten

Darüber hinaus enthält ReSyMeSa Informationen über

- rechtlichen Grundlagen der Notifizierung nach Abfallrecht
- Notifizierungsstellen und behördlichen Ansprechpartner
- länderspezifische Regelungen
- länderübergreifende Ringversuche

Die maßgeblichen Daten aus ReSyMeSa werden für den Vollzug der Klärschlammverordnung von AQU in das Bayerische Klärschlammnetz eingepflegt.

### Notifizierung von Laboren: Aktuelle Zahlen

Mit Firmensitz in Bayern waren 2015 insgesamt 19 Labore nach den Vorgaben des Fachmoduls Abfall von der Notifizierungsstelle mit Bescheid notifiziert (Tabelle 5, Stand 31.12.2015).

Tab. 5: Übersicht zu Teilbereichen und Anzahl der notifizierten Labore mit Firmensitz in Bayern für 2015 und 2014

Teilbereich nach Fachmodul Abfall (FMA)	Anzahl Labore 2015 (2014)
1.1 Probenahme Klärschlamm	14 (16)
1.2 Schwermetalle im Klärschlamm	17 (18)
1.3 Adsorbierte organisch gebundene Halogene (AOX) im KS	17 (19)
1.4 Nährstoffe im Klärschlamm	16 (17)
1.5 PCB im Klärschlamm	5 (5)
1.6 Dioxine/Furane im Klärschlamm	2 (2)
2.1 Probenahme Boden	14 (17)
2.2 Schwermetalle im Boden	14 (16)
2.3 Nährstoffe im Boden	14 (16)
3.1 Probenahme Bioabfall	11 (13)
3.2 Schwermetalle im Bioabfall	13 (13)
3.3 Fremdstoffe, Steine, Salzgehalt im Bioabfall	10 (13)
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

Bodenproben von Flächen, auf denen Klärschlamm ausgebracht werden soll, dürfen nur von Laboren, die für den Untersuchungsbereich 2.1 Probenahme und Probenvorbereitung notifiziert sind oder von notifizierten Bodenprobenehmern gezogen werden.

AQU erteilt Personen auf Antrag die Berechtigung zur Bodenprobenahme, wenn ihre fachliche Qualifikation, die zuverlässige Ausführung der Probenahmeverfahren und die Vermeidung von Interessenskonflikten gewährleistet sind. Der Personenkreis, der eine Notifizierung beantragen kann, darf keine wirtschaftlichen Interessen zur Klärschlammausbringung haben.

Einem Antrag auf Notifizierung sind folgende Unterlagen beizufügen

- Bestätigung des Arbeitgebers zum Beschäftigungsverhältnis
- Stellungnahme des Arbeitgebers zum Antrag
- Nachweis über eine Schulungsmaßnahme zur beantragten Probenahme
- Verpflichtungserklärung für Probenehmer, unterzeichnet vom Antragsteller



Die Notifizierung zur Probenahme ist auf 5 Jahre befristet. Hierzu erlässt AQU einen Bescheid. Verlängerungen um jeweils weitere 5 Jahre sind möglich. Bei Vorliegen triftiger Gründe kann eine Notifizierung jederzeit widerrufen werden.

Zum Jahresende 2015 liefen sechs Notifizierungen aus, AQU hat die Verlängerung der Notifizierung als Probenehmer bearbeitet, fünf Probenehmer haben einen Antrag auf Verlängerung gestellt. Für einen Probenehmer endete die Notifizierung wegen Beendigung des Arbeitsverhältnisses. Ein Probenehmer wurde im Berichtszeitraum in den Ruhestand versetzt, so dass während des Jahres eine Notifizierung vorzeitig beendet wurde. Neuantrag zur Aufnahme in die Liste der zugelassenen Probenehmer wurde für eine Person gestellt.

Insgesamt haben in Bayern 362 Personen die Notifizierung als Bodenprobenehmer und damit die Berechtigung zur Entnahme von Bodenproben im Vollzug der Abfallklärschlammverordnung.

### 2.3.3 Bayerisches Klärschlammnetz

Klärschlammaufbringungen auf landwirtschaftlich genutzte Flächen müssen gemäß der Klärschlammverordnung bei den Ämtern für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten bzw. den Kreisverwaltungsbehörden angezeigt werden. In Bayern wurde für dieses Kontrollverfahren eine spezielle Internetanwendung konzipiert: das Bayerische Klärschlammnetz. Nutzer dieser Anwendung sind Kläranlagenbetreiber und beauftragte Dritte, welche die Klärschlamm- und Bodenanalysendaten eingeben sowie die oben genannten Behörden, die für die Überwachung der Klärschlammverordnung zuständig sind (Abbildung 14).



Abb. 14: Belebtschlammbecken einer Kläranlage

Voraussetzung für die Bearbeitung von Verfahren durch die Vollzugsbehörden im Bayerischen Klärschlammnetz ist die Kompetenzfeststellung und Zulassung der Labore und Probenehmer durch AQU. Dazu müssen von AQU die entsprechenden Datensätze für Labore angelegt, geprüft bzw. aktualisiert werden. Nur wenn ein Labor für einen Untersuchungsbereich zugelassen ist, d.h. wenn dieser im Klärschlammnetz freigeschaltet ist, können weitere Eingaben erfolgen. Analog verhält es sich bei den Probenehmern: fehlt die Notifizierung und damit die Freischaltung eines Probenehmers seitens AQU, ist es nicht möglich Daten einzugeben.

Die von AQU vorgenommene Datenpflege bezieht sich nicht ausschließlich auf bayerische Labore. Es müssen auch die Notifizierungsdaten der Labore aus anderen Bundesländern die im Rahmen der Klärschlammverordnung tätig werden, von AQU ins Bayerische Klärschlammnetz eingegeben bzw. regelmäßig überprüft werden.

### 2.3.4 Länderübergreifender Ringversuch Abfall als Grundlage für die Notifizierung von Laboratorien im Vollzug des Abfallrechts

#### Zielsetzung

Im Rahmen des „Länderübergreifenden Ringversuchs Abfall (LÜRVA)“, der im Vollzug der Abfallklärslamm-Verordnung und der Bioabfall-Verordnung durchgeführt wird, ist der Aufgabenbereich AQU1a für die Fachmodul-Abfall-Parameter (s.a. unter 2.3.1) 1.2, 1.3 und 1.4 zuständig. Der Ringversuch wird jährlich durchgeführt, wobei bei der Ausrichtung des Ringversuchs die Landwirtschaftlichen Untersuchungs- und Forschungsanstalten (LUFAs) bzw. der Landesanstalten für unterschiedliche Bereiche des LÜRVA zuständig sind (Tabelle 6, Abbildung 15).



Abb. 15: Salmonellennachweis (Seuchenhygiene, FMA 3.5 a)

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.

Tab. 6: Zuständigkeiten der Bundesländer für Ringversuchsparameter im LÜRVA-2015

Bundesland	Parameterbezeichnung nach Fachmodul Abfall (FMA)	Beschreibung des Parameters
Bayern Sachsen	FMA 1.2	Schwermetalle im Klärschlamm
	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 Nordrhein-Westfalen	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)

**Methode**

AQU1a (Anorganische Analytik) stellte für den LÜR-V-A, Parametergruppe 1.2, 1.3 und 1.4 die Ringversuchsproben aus geeignetem Klärschlamm her. Für die Durchführung der Homogenitätsprüfung wurde jede der insgesamt 220 Ringversuchsproben einzeln auf die Gehalte an Kalium, Zink und Trockensubstanz untersucht und im Hinblick auf eine möglichst belastbare Auswertung abgesichert.

An diesem Ringversuchsteil nahmen 84 Labore aus allen Bundesländern teil.

**Ergebnisse**

Der LÜR-V-A-2015 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 16 im Vergleich zu den Jahren 2013 und 2014 dargestellt. Weitere Einzelheiten sind im Beitrag unter Punkt 2.3.4 beschrieben.

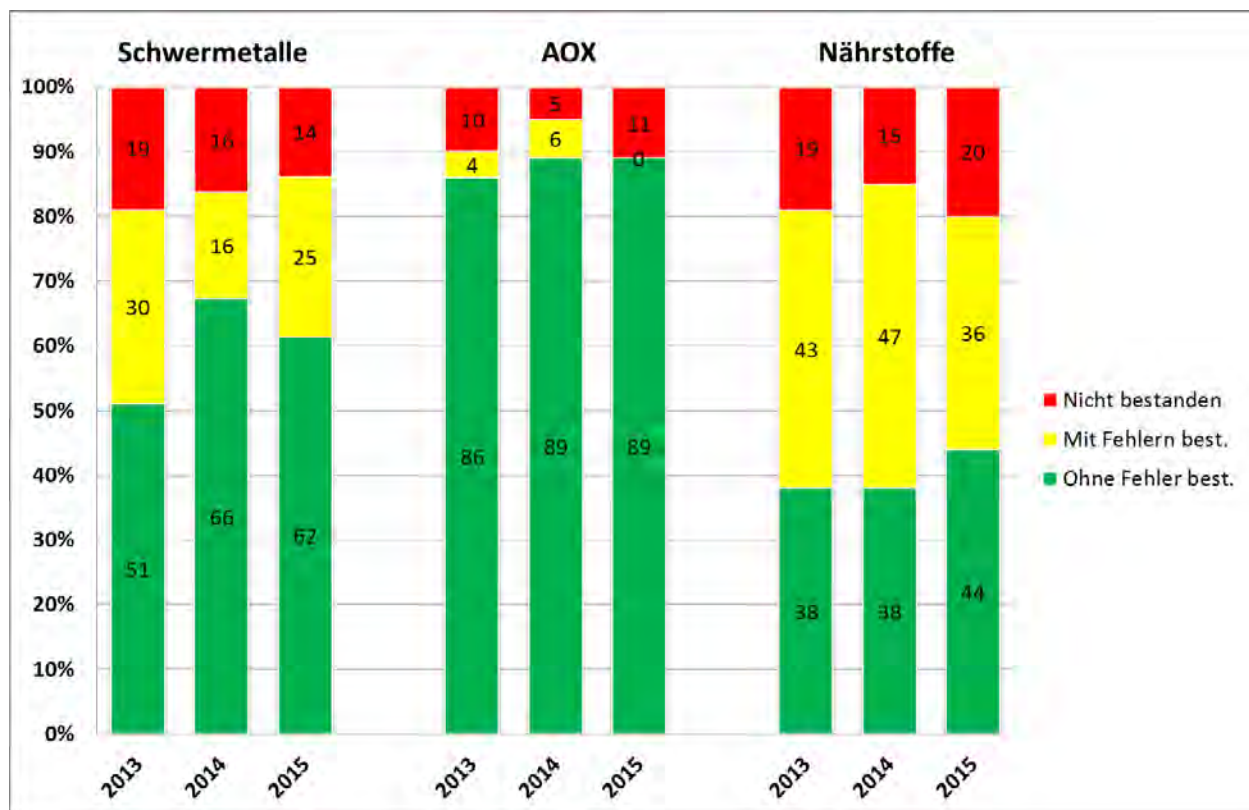


Abb. 16: Qualifizierung von Analysenlabors. Dargestellt sind Ergebnisse des LÜR-V-A hinsichtlich der Analytik von Schwermetallen, AOX und Nährstoffen für die Jahre 2013 bis 2015 bei Klärschlamm

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

### 2.3.5 Grundlage für die Notifizierung nach Fachmodul Abfall: Ringversuch LÜR-V-A Klärschlamm 2015

#### 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 Analytikkompetenz des Prüflaboratoriums.

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-Abfall 2015 war die LfL (AQU 1a) zusammen mit der BfUL Sachsen für den Ringversuch in den Parameterbereichen FMA 1.2: Schwermetalle im Klärschlamm (Abbildung 17), 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 2015 hat die LfL (AQU 1a) auch die Federführung für den gesamten Bereich Klärschlamm (FMA 1.2 bis 1.6) übernommen.



*Abb. 17: Argon-Plasma-Flamme des ICP-OES zur Schwermetall-Analytik*

#### 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 (AQU 1a).

Die von den Laboren rückübermittelten Analysenergebnisse wurde 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  $Z_u$ -Scores ( $|Z_u| \leq 2,0 =$  bestanden). Erfolgreich war die Ringversuchsteilnahme eines 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.

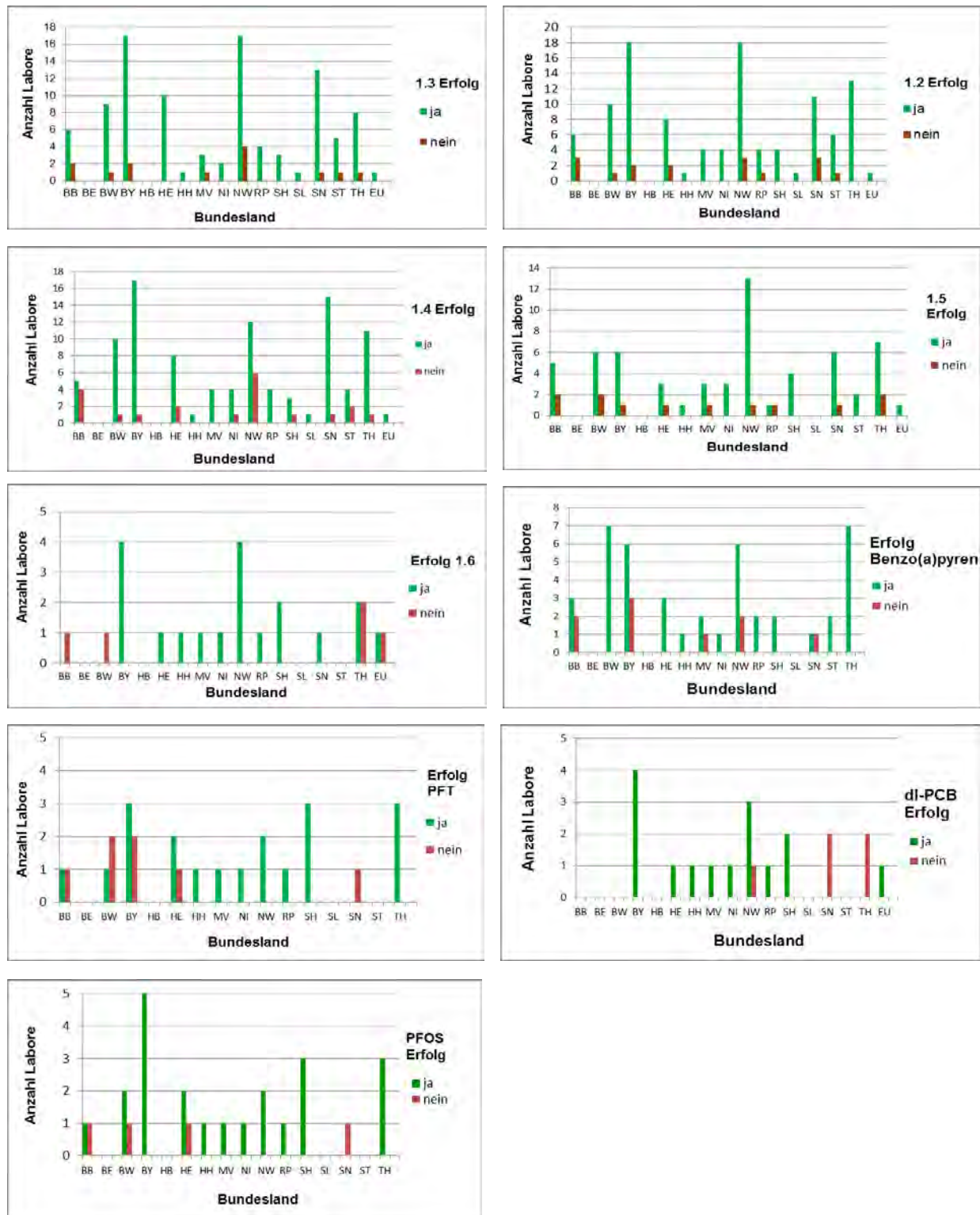


Abb. 18: Ergebnisse des LÜRV-A-Klärschlamm 2015

(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 Ausland)

## Ergebnisse

Die Diagramme in Abbildung 18 illustrieren für jede Parametergruppe die gemeinsam ausgewerteten Ringversuchsergebnisse aller teilnehmenden Labore in der gesamten Bundesrepublik.

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

Für den Bereich Klärschlamm-Anorganik lagen 2015 im Bereich Anorganik insgesamt 132 Anmeldungen vor. Davon konnten 84 Labore von der LfL Freising betreut werden, 48 Teilnehmer von der BfUL in Nossen.

Von der Gesamtheit der teilnehmenden Labore haben 2015 den LÜRVA Klärschlamm 87,2% (FMA 1.2), 88,5% (FMA 1.3) und 83,3% (FMA 1.4) den Ringversuch erfolgreich abgeschlossen.

*Tab. 7: Übersicht zur Anzahl erfolgreicher Teilnahmen von Laboren beim LÜRVA im Bereich Klärschlamm-Anorganik in den Jahren 2011-2015*

<b>Jahr</b>	<b>Anzahl Labore</b>	<b>FMA 1.2 Erfolg</b>	<b>FMA 1.3 Erfolg</b>	<b>FMA 1.4 Erfolg</b>
<b>2011</b>	156	84%	96%	80%
<b>2012</b>	145	83%	94%	82%
<b>2013</b>	145	84%	93%	83%
<b>2014</b>	130	85%	94%	86%
<b>2015</b>	132	87%	89%	83%

Nach einer Abnahme der Teilnehmerzahl zwischen 2011 und 2014 blieb die Teilnehmerzahl 2015 mit 132 Laboren im Vergleich zum Vorjahr (130) vergleichsweise stabil (Tabelle 7).

Bemerkenswert ist die Parametergruppe FMA 1.2. Hier hat sich die Quote der erfolgreichen Ringversuchsteilnahmen seit 2012 stetig erhöht.

Im Bereich Klärschlamm-Organik wurden alle 84 angemeldeten Labore aus der gesamten Bundesrepublik von der LUFA-Speyer betreut. Auch beim Teilringversuch Organik ist die Teilnehmerzahl im Vergleich zum Vorjahr annähernd stabil geblieben. Bezogen auf 2011 ist hinsichtlich der Teilnehmerzahl ein Rückgang um 37 Labore zu verzeichnen (Tabelle 8).

Tab. 8: Übersicht zur Anzahl erfolgreicher Teilnahmen von Laboren im Bereich Klärschlamm-Organik in den Jahren 2011-2015

<b>Jahr</b>	<b>Anzahl Labore</b>	<b>FMA 1.5 Erfolg</b>	<b>FMA 1.6 Erfolg</b>	<b>B(a)P Erfolg</b>	<b>PFT Erfolg</b>	<b>dl-PCB Erfolg</b>	<b>PFOS</b>
<b>2011</b>	121	86%	92%	95%	92%		
<b>2012</b>	96	81%	86%	97%	91%		
<b>2013</b>	96	87%	87%	93%	95%		
<b>2014</b>	87	83%	91%	98%	83%	76%	
<b>2015</b>	84	84%	79%	83%	73%	75%	85%

Die Erfolgsquote bei FMA 1.5 liegt in etwa im Durchschnitt der Vorjahre. Abgesehen vom Parameter dl-PCB, der erst seit 2014 als fakultativer Parameter angeboten wird, und dem erst seit 2015 getrennt ausgewerteten Perfluorooctansulfonat (PFOS), war jedoch bei den übrigen Parametern z.T. eine deutliche Verringerung der Erfolgsquoten festzustellen.

Projektleitung: Dr. S. Mikolajewski

Projektbearbeitung: H. Müller, H. Schuhmann, B. Schwaiger, W. Sitte, M. Wärmann, G. Zellner

Kooperation: Dr. A. Mannuß, K. Wies (LUFA Speyer), Dr. R. Klose (BfUL Nossen)

Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.3.6 Kulturlandschaftsprogramm (KULAP): Erfassung zugelassener „Gülle-Labore“

#### Zielsetzung

Seit 2003 fördert das Bayerische Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (StMELF) im Rahmen des Kulturlandschaftsprogramms (KULAP) die umweltschonende Flüssigmistausbringung (Abbildung 19). Für die Landwirte besteht die Auflage, mindestens einmal im Jahr die Gülle in einem von der LfL anerkannten Labor untersuchen zu lassen und das Ergebnis dem zuständigen Landwirtschaftsamt vorzulegen. Die Aufgabe von AQU besteht in der Kompetenzfeststellung und –überprüfung von Analysenlaboren.



Abb. 19: Gülleausbringung - Gülle-Injektionsdüngung

#### Methode

Labore, die Gülleuntersuchungen durchführen möchten, müssen die Zulassung bei AQU beantragen. Als Kriterien für die Kompetenzfeststellung werden verschiedene relevante Analyseparameter 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, Zuchtsauen, 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 31.12.2015 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



### 2.3.7 Qualitätssicherung bei Beratungsaufgaben des Landeskuratoriums pflanzliche Erzeugung e.V. (LKP)

#### 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 umweltschonenden Landwirtschaft (Abbildung 20). Nicht zuletzt ist sie für den Landwirt notwendig, um neben den ökologischen Gesichtspunkten den Einsatz von Düngemitteln auch vor dem Hintergrund steigender Preise für Produktionsmittel effizient vornehmen zu können.



Schluff - Parabraunerde

Abb. 20: Bodenprobe

Das Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung in Bayern e.V. (LKP) organisiert für seine Mitglieder über die angeschlossenen Erzeugerringe Bodenuntersuchungen. Die Untersuchungsaufträge werden vom LKP über ein Ausschreibungsverfahren an Privatlabore vergeben, die zuvor von AQU zugelassen wurden. Auf Basis der Analysendaten, die der LfL gemeldet werden, erstellt das Institut für Agrarökologie (IAB) Düngeempfehlungen für die Landwirte (Abbildung 21).

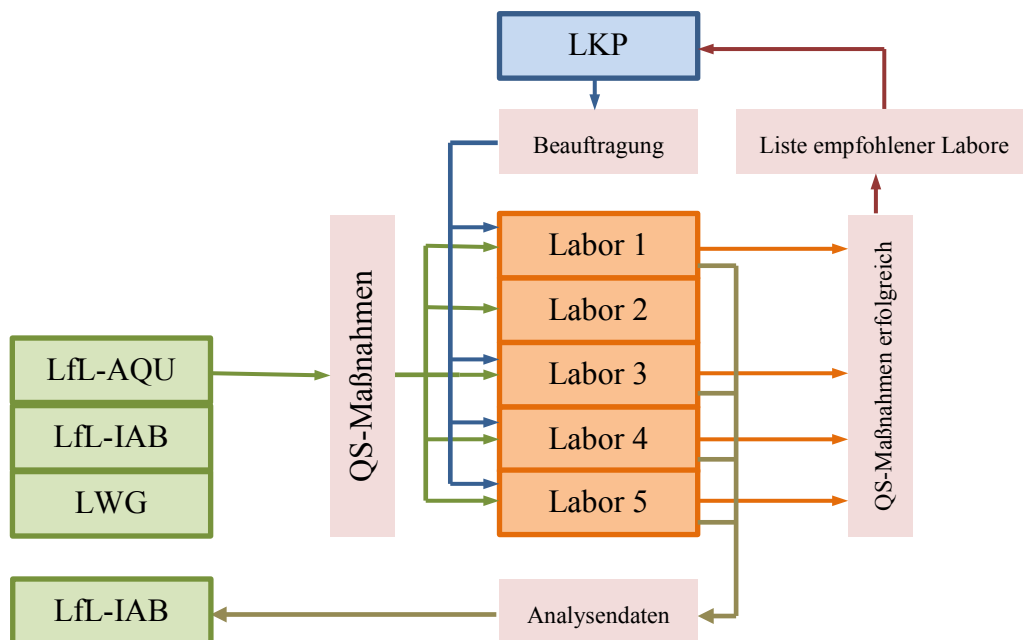


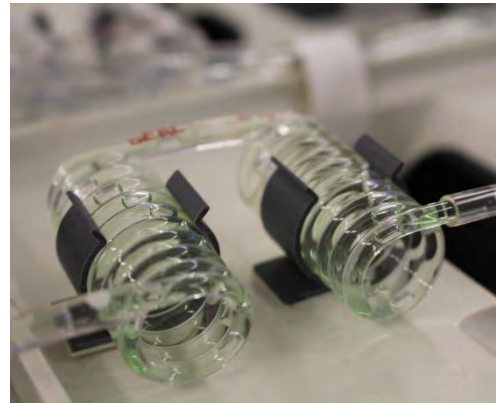
Abb. 21: Darstellung der Qualitätssicherungsmaßnahmen von AQU, IAB und der Landesanstalt für Weinbau und Gartenbau (LWG) als Grundlage zur Auswahl der LKP-Auftragslabore. Labore können sich durch erfolgreiche Teilnahme an QS-Maßnahmen als LKP-Labor qualifizieren

## Methode

Labore, die sich an der Ausschreibung des LKP für Bodenuntersuchungen beteiligen möchten, müssen sich den Qualitätssicherungsmaßnahmen der LfL unterziehen und von AQU zugelassen werden.

Ein wichtiger Bestandteil der Qualitätssicherung ist die Teilnahme an den von der LfL in Zusammenarbeit mit der Bayerischen Landesanstalt für Weinbau und Gartenbau (LWG) in Veitshöchheim durchgeführten Ringversuchen:

- DSN 1
  - Parameter:  $\text{NH}_4$ -Stickstoff,  $\text{NO}_3$ -Stickstoff
  - Durchführung: Januar, Februar
- DSN 2
  - Parameter:  $\text{NH}_4$ -Stickstoff,  $\text{NO}_3$ -Stickstoff
  - Durchführung: Februar, März
- Standardboden
  - Parameter: Hauptnährstoffe, Spurennährstoffe
  - Durchführung: September, Oktober



*Abb. 22: Continuous-Flow-Analysis (CFA) zur Bestimmung von Hauptnährstoffen*

Für die Saison 2015/2016 haben sich 17 Labore zu den Ringversuchen angemeldet und teilgenommen.

Zusätzlich zu den Ringversuchen finden in der Regel jährlich bei allen LKP-Auftragnehmern eine Überprüfung der Analytik an Rückstellproben sowie die Kontrolluntersuchung von eingeschleusten Proben statt. Die Auswahl dieser Proben erfolgt durch IAB/AQU, die Kontrolluntersuchungen auf Hauptnährstoffe führt die LWG durch (Abbildung 22).  $\text{NH}_4$ - und  $\text{NO}_3$ -Kontrollproben werden vom Aufgabenbereich AQU 1a – Anorganik analysiert.

Die Analysenleistungen einer Untersuchungssaison sind Grundlage der Bewertung des Labors zur Aufnahme in die Liste der in Bayern zugelassenen Bodenlabore für Untersuchungsaufträge des LKP.

## Ergebnisse

Im Berichtsjahr 2015 gab es in allen geprüften Analysenkategorien Labore, die nicht erfolgreich waren (Abbildung 23).

Für die Untersuchungssaison 2015/2016 hat AQU insgesamt je zwölf Labore für die Parameterbereiche Hauptnährstoffe und  $\text{N}_{\text{min}}$ -Untersuchungen zugelassen und sieben Labore für den Bereich Spurenelemente. Insgesamt fünf der Labore haben ihren Sitz außerhalb Bayerns (Tabelle 9).

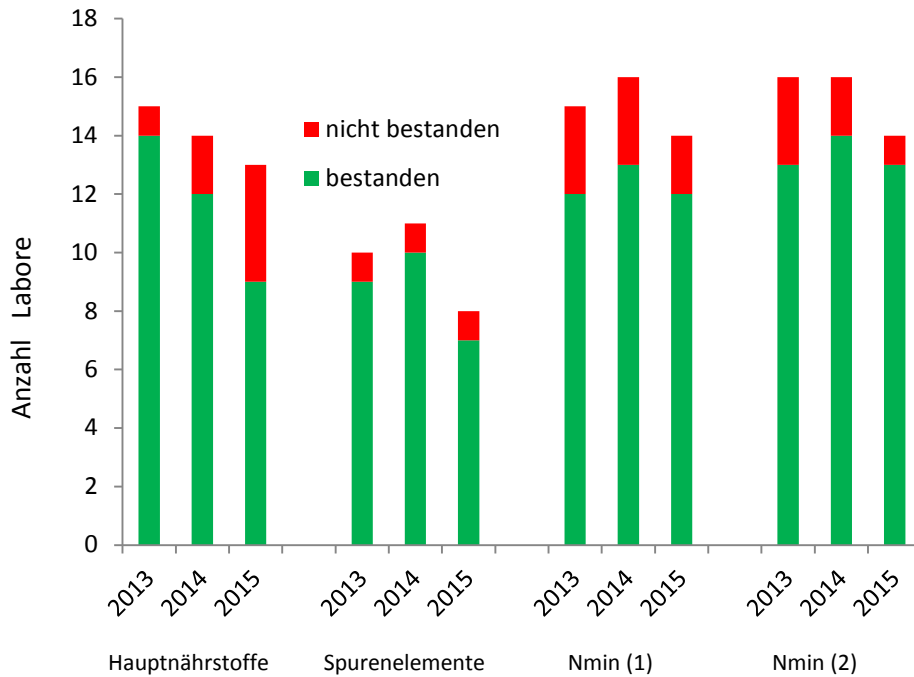


Abb. 23: Ringversuchsergebnisse von Laboren bei verschiedenen Parametern in 2013 bis 2015. Labore müssen sich im Bewerbungsverfahren durch Einhalten von Qualitäts-sicherungsmaßnahmen als LKP-Auftragslabor qualifizieren

Tab. 9: Anzahl der für das LKP als geeignet geprüfte Labore für die Bodenuntersuchung 2015/2016 und Zahl der durch das LKP beauftragten Labore

Parameterbereich	geeignete Labore	beauftragte Labore
Hauptnährstoffe	12	7
Spurenelemente*)	7	7
N <sub>min</sub> -Untersuchungen (DSN)	12	5

\*) Labor muss auch Analysenkompetenz für Hauptnährstoffe haben

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

## 2.4 Ergebnisse aus Daueraufgaben und Projekten

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen bietet den Instituten der LfL ein breites Spektrum an Analysendienstleistungen.

Durch eigene Projekte und die Kooperation mit den Projektpartnern werden wichtige Erkenntnisse gewonnen und es kommt zu einer stetigen Prozessoptimierung sowie Weiterentwicklung der analytischen Verfahren. Exemplarisch werden nachfolgend aus den verschiedenen Aufgabengebieten von AQU Kooperationen, Projekte und Neuentwicklungen vorgestellt.

### 2.4.1 Status-Erhebung zur Proben-, Analysen- und Datenlogistik

#### Einleitung

Ein modernes Analysenlabor kennzeichnen komplexe Analysengeräte sowie hohe Anforderungen an Probendurchsatz, Infrastruktur, Bearbeitungszeiten, Analysenqualität und Dokumentationspflichten (Abbildung 24).

Für Labormitarbeiter sind diese Vorgaben nur einzuhalten, indem sie durch ein leistungsfähiges LIMS (Labor-Informations- und Management-Systems) unterstützt werden, das Arbeitsabläufe und Datenverarbeitung bestmöglich unterstützt. Unter diesen Aspekten empfiehlt es sich, in regelmäßigen Abständen die Eignung des LIMS im Laborbetrieb zu prüfen: Hier können Veränderungen im Analysenlabor wie eine neue Geräteausstattung oder aber Weiterentwicklungen des LIMS-Dienstleisters dazu führen, dass eine adäquate Abstimmung nicht mehr gegeben ist.

Historisch bedingt existieren an der LfL in den einzelnen Organisationseinheiten unterschiedliche LIMS-Lösungen mit daraus resultierenden Schwierigkeiten bei der Daten- und Ergebnisweitergabe. Allein in den drei Sachgebieten innerhalb der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) existieren aktuell verschiedene EDV- bzw. LIMS-Lösungen. AQU 3 am Standort Grub nutzt ein LIMS der Firma Pragmatis. In AQU 1 und AQU 2 (Freising) wird ein LIMS der Firma iCD verwendet. In Teilbereichen sind Insellösungen mit unterschiedlichen Excel- oder Access-Anwendungen realisiert.

#### Ziel

In der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) wurde eine Status-quo-Erhebung zur LIMS-Nutzung durchgeführt mit dem Ziel, die Effizienz, Analysenkompetenz und Ressourceneinsatz unter dem Aspekt LIMS-Anbindung zu überprüfen.

Im Rahmen eines Projekts wurden u.a. Anforderungen der Auftraggeber, Arbeitsabläufe im Labor und Schnittstellen zu Instituten detailliert erfasst, analysiert und bewertet. Geeignete Leistungs- und Bewertungskriterien für LIMS-Anbieter wurden daraufhin festgelegt und eine öffentliche Ausschreibung entsprechend den Vorgaben des Vergaberechts vorbereitet.



Abb. 24: Steuereinheit mit Kontrollanzeigen für die Datenverarbeitung im Analysenlabor

## Methoden

Im Vergleich der in AQU etablierten LIMS-Lösungen hat sich das Workflow-Management als sehr bewährt erwiesen. Hier werden Laborarbeitsprozesse in Teilschritte zerlegt und in dieser Form bestmöglich im LIMS erfasst. Zur Beschreibung der LIMS-Situation wurde dieser Ansatz zur Status-Erhebung gewählt.

## Ergebnis

Die Status-Erhebung zeigte die Notwendigkeit auf, ein einheitliches LIMS in der zentralen Analytik der LfL zu verwirklichen. Die aktuelle Vielfalt an EDV-Lösungen mit vielfältigen Schnittstellen bindet Ressourcen, mindert die Effizienz und kann Fehler verursachen. Darüber hinaus besteht die Gefahr des Datenverlusts.

Die in der Status-Erhebung herausgearbeiteten Vorteile für die Leistungsfähigkeit des Analytenlabors sind evident:

- Ressourceneinsatz: Idealerweise unterstützt ein LIMS die Mitarbeiter bestmöglich im Hinblick auf Planung der Arbeitsabläufe, Arbeitslisten, Analysenverfahren und Materialeinsatz. Für statistische Auswertungen können zeitnah und mit überschaubarem Aufwand Daten zusammengestellt werden.
- Analysenqualität: Durch die direkte Anbindung von Analysengeräten an die Datenbanksysteme werden Übertragungsfehler vermieden. Analysenverfahren lassen sich automatisieren, vereinfachen und vereinheitlichen. Eine Plausibilitätsprüfung erfasst Analysenwerte, die nicht der Erwartung entsprechen: Unstimmigkeiten können sofort geprüft werden. Aufwändige Kontroll- oder Nachuntersuchungen werden vermieden.
- Qualitätssicherung: Vorgaben der Akkreditierung und Qualitätssicherung zur Kontrolle/Dokumentation im Labor lassen sich zwanglos integrieren.
- Bearbeitungszeiten: Durch die direkte Einspielung valider Analysenwerte können Bearbeitungszeiten verkürzt werden. Auftraggeber können automatisiert über Probeneingang, Probendefizite, Probenbearbeitung und Zwischenergebnisse durch direkten Einblick in ihre Auftragsdatensätze informiert werden. Die Kommunikation und Transparenz für die Auftraggeber werden deutlich verbessert.
- Steuerbarkeit: Die Erfassung und Nachverfolgbarkeit der Proben im Labor ermöglicht eine Optimierung des Personaleinsatzes, des Probenmanagements sowie der Leistungsfähigkeit des Labors (z.B. Auftragsstornierungen, Probenlogistik, Einsatz von Analysengeräten).
- Daten: Durch die Vereinheitlichung der Datenbasis in weiten Teilen der zentralen Analytik (AQU Freising mit Schwerpunkt Pflanzenproduktion und AQU Grub mit Schwerpunkt Tierproduktion) können Analysenwerte für verschiedene Fragestellungen angepasst und effizienter genutzt werden (Data-Mining).

Das Ausschreibungsverfahren wurde mit der öffentlichen Bekanntgabe am 11.12.2015 in Zusammenarbeit mit der Vergabestelle der LfL (AZV) und wesentlicher Unterstützung durch die Abteilung Information und Wissensmanagement (AIW) gestartet.

Projektleitung: Dr. G. Strauß  
Projektbearbeitung: K. Fischer-Kaiser  
Finanzierung: StMELF

## 2.4.2 Analytik von Handelsdüngern für den Vollzug der Düngemittelverkehrskontrolle

### Zielsetzung

Eine der zentralen Daueraufgaben des Aufgabenbereichs AQU 1a - Anorganik ist die chemisch-analytische Untersuchung der im Auftrag der amtlichen Düngemittelverkehrskontrolle (DVK) landesweit gezogenen Proben von Handelsdüngern zur Überprüfung der düngemittelrechtlichen Vorschriften (Abbildung 25).

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 (IPZ 6b) zur weiteren Verbescheidung im Vollzug der Düngemittelverordnung zur Verfügung gestellt.



Abb. 25: Stickstoff-Analytik: Leitungen für die Continuous-Flow-Analysis (CFA)

### Methode

Gemäß der von IPZ 6b erteilten Untersuchungsaufträge werden die Düngemittelproben entsprechend der deklarierten Gehalte hinsichtlich der Hauptnährstoffe Stickstoff, Phosphor und Kalium, der Sekundärnährstoffen Calcium, Schwefel und Magnesium sowie deren Löslichkeiten überprüft (Abbildung 26).

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 AQU 1 für die Düngemittelanalytik nach DIN EN ISO 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 Kaltdampf-technik zum Einsatz.



Abb. 26: Königswasseraufschlüsse von Düngemitteln



Abb. 27: Multielementanalyse am ICP-OES

## Ergebnis

Jährlich werden im Sachgebiet etwa 500 bis 550 amtliche Düngemittelproben untersucht. Im Jahr 2015 belief sich die Anzahl der zur Analytik überstellten Proben auf 517. Die zugehörigen Untersuchungsaufträge der DVK-Stelle wurden dem Labor im Zeitraum vom 02.02. bis 18.11.2015 übermittelt.

Zur Untersuchung der je nach Deklaration geforderten Parameter (insgesamt sind 123 verschiedene möglich) waren insgesamt 3.786 Einzelanalysen notwendig. Bei 98 Proben wurden Gehaltsabweichungen festgestellt. Im Vergleich zum Vorjahr (525 Proben, 89 Gehaltsabweichungen) musste damit ein Zunahme der zu beanstandenden Proben von 17 % auf 19 % verzeichnet werden.

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

Projektleitung: Dr. S. Mikolajewski  
Projektbearbeitung: S. Drotleff, K. Eugel, A. Hinterwimmer, H. Müller, R. Obermeier, H. Schuhmann, W. Sitte, M. Wärmann, G. Zellner  
Kooperation: IPZ 6b, AQU 2 - Probenannahme  
Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.4.3 Deoxynivalenol-Monitoring bayerischen Wintergetreides der Ernte 2015

#### Einleitung

Pilze der Gattung *Fusarium* können Getreide unter nassen Witterungsbedingungen zur Zeit der Blüte befallen und sich in den Ähren ausbreiten. 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 in Abhängigkeit von der Konzentration der enthaltenen Mykotoxine entweder in der Tierfütterung eingesetzt oder in einer Biogasanlage bzw. thermisch verwertet werden.

Der verbreitetste und mengenmäßig bedeutendste in Getreide vorkommende *Fusarium*-Metabolit ist Deoxynivalenol (DON), der chemisch betrachtet ein Sesquiterpen mit einer Epoxidgruppe darstellt (Abbildung 28). DON dient als Leittoxin für eine durch *Fusarium* verursachte Mykotoxinbelastung und unterliegt der EU-Verordnung 1881/2006, die die Höchstwerte für Lebensmittel festlegt (Tabelle 10).

In Jahren mit für den Pilz günstigen Witterungskonstellationen können über 10 % der bayerischen Winterweizenernte über dem Grenzwert von 1.250 µg/kg Deoxynivalenol liegen.



Abb. 28: Von *Fusarium*-Pilzen befallene Weizenähre

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 bestimmt und ein Vergleich zu den Vorjahren hergestellt.



## Methoden

Das DON-Monitoring umfasste im Erntejahr 2015 insgesamt 149 Proben Winterweizen und 80 Proben Winterroggen. Die Probenziehung erfolgte durch die Ämter für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten. Die DON-Konzentrationen wurden mit HPLC-Trennung (Hochleistungsflüssigchromatographie, Umkehrphasen-Säule), Nachsäulenderivatisierung und anschließender Fluoreszenzdetektion gemessen. Die Quantifizierung erfolgte mit einer 9-Punktkalibriergerade externer Standards über die Peakhöhe. Die Nachweisgrenze der Methode beträgt 40 µg/kg DON im Getreide.

## Ergebnis

Die Tabellen 11 und 12 enthalten die wesentlichen statistischen Kennzahlen des DON-Monitorings 2015 im Vergleich zu den Ergebnissen der Jahre 2006 bis 2014.

### Winterweizen

Tab. 11: Vergleich des DON-Monitorings von Winterweizen 2006 bis 2015

Erntejahr	Probenzahl	DON-Werte in µg/kg				
		Mittel	Median	25 % Quartil	75 % Quartil	Maximum
<b>2015</b>	<b>149</b>	<b>40</b>	<b>14</b>	<b>2</b>	<b>40</b>	<b>572</b>
<b>2014</b>	<b>149</b>	<b>11</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>13</b>	<b>133</b>
<b>2013</b>	<b>147</b>	<b>54</b>	<b>26</b>	<b>10</b>	<b>56</b>	<b>702</b>
<b>2012</b>	<b>149</b>	<b>651</b>	<b>279</b>	<b>104</b>	<b>591</b>	<b>12.839</b>
<b>2011</b>	<b>174</b>	<b>139</b>	<b>53</b>	<b>23</b>	<b>142</b>	<b>1.335</b>
<b>2010</b>	<b>172</b>	<b>396</b>	<b>167</b>	<b>47</b>	<b>499</b>	<b>3.865</b>
<b>2009</b>	<b>173</b>	<b>256</b>	<b>155</b>	<b>48</b>	<b>319</b>	<b>2.365</b>
<b>2008</b>	<b>175</b>	<b>186</b>	<b>80</b>	<b>35</b>	<b>197</b>	<b>3.236</b>
<b>2007</b>	<b>175</b>	<b>229</b>	<b>72</b>	<b>24</b>	<b>223</b>	<b>3.288</b>
<b>2006</b>	<b>173</b>	<b>220</b>	<b>70</b>	<b>20</b>	<b>220</b>	<b>7.570</b>

Gegenüber dem „Fusarienjahr“ 2012, in dem viele Weizenproben eine starke Belastung mit dem Fusariumtoxin Deoxynivalenol aufwiesen, sind in der Ernte 2015 im dritten Jahr in Folge nur sehr geringe Konzentrationen des zu der Gruppe der Trichothecene zählenden Mykotoxins zu finden. Die Proben der Ernte 2015 waren weitgehend frei von Deoxynivalenol, es ergab sich ein Mittelwert von 40 µg/kg (Abbildung 29). Der Wert entspricht der Nachweisgrenze der Methode.

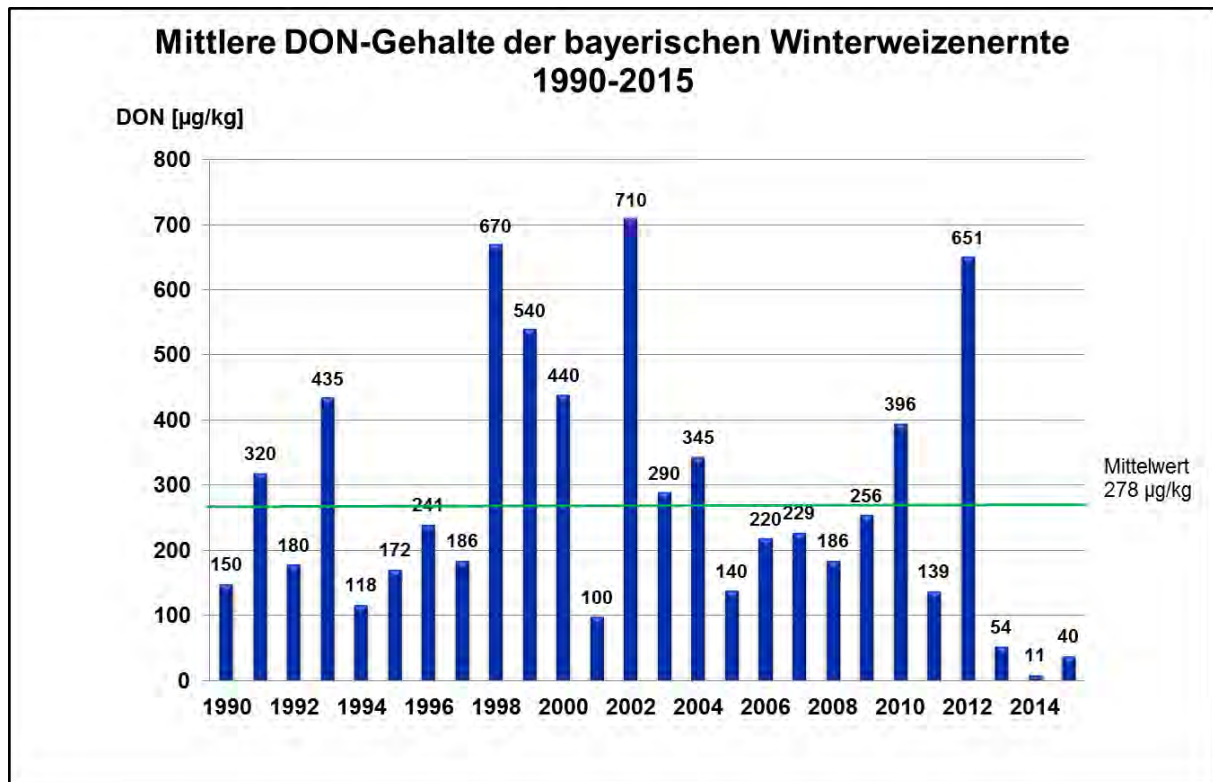


Abb. 29: Graphische Darstellung der mittleren DON-Gehalte der bayerischen Winterweizenernten von 1990 bis 2015

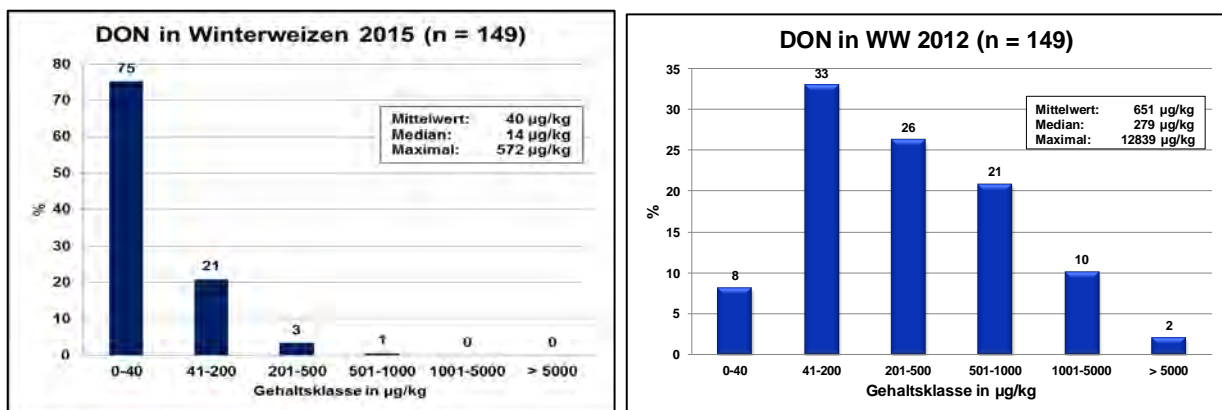


Abb. 30: Vergleich der Häufigkeitsklassen von DON-Gehalten bei Winterweizen der Ernte 2015 und dem „Fusarienjahr“ 2012

Die Verteilung über die Gehaltsklassen zeigt, dass in der Ernte 2015 75 % der untersuchten Weizenproben unterhalb der Nachweisgrenze lagen. Im Bereich bis 200 µg/kg zeigten 21 % Proben eine geringe Belastung. In der Gehaltsklasse von 200 bis 500 µg fielen fünf Proben (3%) und eine Probe war mit 572 mg/kg belastet. Im starken Fusarienjahr 2012 lagen zum Vergleich nur 8 % der Proben unterhalb der Nachweisgrenze und der Maximalwert erreichte mehr als 12.000 µg DON pro kg Weizen (Abbildung 30).

Winterroggen

Die DON-Belastung des Winterroggens 2015 ist vergleichbar mit der des Winterweizens. Im größten Teil der untersuchten Proben (83 %) konnte mit der verwendeten Analyseverfahren kein DON nachgewiesen werden. Der rechnerische arithmetische Mittelwert lag mit 21 µg/kg weit unter der Nachweisgrenze der Untersuchungsmethode, ebenso der Median mit einem Wert von 1 µg/kg (Tabelle 12). Der höchste gemessene Wert mit 168 µg/kg lag unter dem festgesetzten Grenzwert für Babynahrung von 200 µg/kg.

*Tabelle 12: Vergleich des DON-Monitorings von Winterroggen 2006 bis 2015*

Erntejahr	Probenzahl	DON-Werte in µg/kg				
		Mittel	Median	25 % Quartil	75 % Quartil	Maximum
<b>2015</b>	<b>80</b>	<b>21</b>	<b>1</b>	<b>0</b>	<b>25</b>	<b>168</b>
<b>2014</b>	<b>78</b>	<b>17</b>	<b>14</b>	<b>0</b>	<b>24</b>	<b>198</b>
<b>2013</b>	<b>77</b>	<b>155</b>	<b>49</b>	<b>18</b>	<b>156</b>	<b>1.909</b>
<b>2012</b>	<b>79</b>	<b>140</b>	<b>50</b>	<b>23</b>	<b>108</b>	<b>2.695</b>
<b>2011</b>	<b>56</b>	<b>67</b>	<b>25</b>	<b>15</b>	<b>66</b>	<b>489</b>
<b>2010</b>	<b>60</b>	<b>150</b>	<b>55</b>	<b>18</b>	<b>195</b>	<b>1.201</b>
<b>2009</b>	<b>60</b>	<b>94</b>	<b>53</b>	<b>29</b>	<b>103</b>	<b>523</b>
<b>2008</b>	<b>60</b>	<b>33</b>	<b>19</b>	<b>9</b>	<b>43</b>	<b>187</b>
<b>2007</b>	<b>60</b>	<b>43</b>	<b>22</b>	<b>14</b>	<b>41</b>	<b>833</b>
<b>2006</b>	<b>59</b>	<b>70</b>	<b>30</b>	<b>10</b>	<b>60</b>	<b>810</b>

Die geringen Gehalte an Deoxynivalenol in der Ernte 2015 dürfte wie in den zwei Jahren 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.

Weitere Risikofaktoren wie Wahl der Vorfrucht, Bodenbearbeitung, Sorte und auch die Anwendung von Pflanzenschutzmitteln sollten aber trotz der guten Verhältnisse der letzten drei Jahre nicht aus den Augen verloren werden, da nicht ohne Weiteres davon auszugehen ist, dass sich die günstigen Witterungsbedingungen bei Weizen und Roggen weiterhin wiederholen.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: G. Clasen, C. Ederer, Cl. Knabel, E. Böck  
 Projektdauer: Daueraufgabe

#### 2.4.4 Kontrolle des Atrazin-Anwendungsverbotes 2015

##### Ziel

Atrazin ist ein herbizider Wirkstoff 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 auch 2015 wieder in Zusammenarbeit mit IPS.

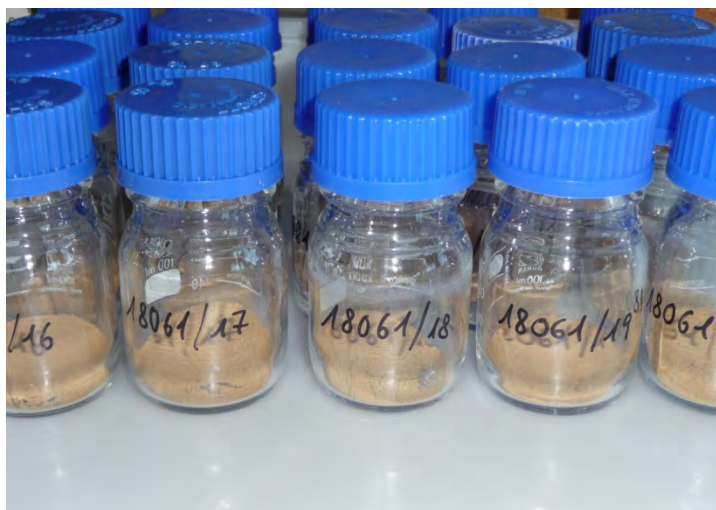


Abb. 31: Getrocknete und vermahlene Bodenproben vor der Extraktion zur Atrazin-Bestimmung

##### Methode

10 g der luftgetrockneten und gemahlene Probe wurden im Schraubglas eingewogen (Abbildung 31), mit Aceton (50 ml) versetzt und 1 Stunde auf dem Horizontalschüttler extrahiert. Es folgte ein weiterer Extraktionsschritt im Ultraschallbad für 15 Minuten. Die Lösungen wurden dann über einen Faltenfilter filtriert und 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 Zuhilfenahme von Ultraschall gelöst und durch einen Nylonfilter (0,25 µm) ins HPLC-Probenfläschchen überführt.

Die Trennung 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. Die Detektion von Atrazin erfolgte mit einem Diodenarraydetektor im Wellenlängenbereich von 200 - 600 nm bei einer Messwellenlänge von 220 nm. Die Quantifizierung erfolgte mit einem externen Standard über eine 5-Punktkalibriergerade von 0,02 – 0,2 µg/ml über die Peakhöhe. Das Injektionsvolumen betrug 100 µl.

##### Ergebnis

Auf ein Vorabscreening der Bodenproben durch ELISA wurde auch 2015 wieder verzichtet, da die Nachweisgrenze beim ELISA mit 50 µg/kg anzusetzen ist, was bei dem zu überprüfenden Erwartungswert von 100 µg/kg als zu wenig empfindlich erschien. Alle Proben wurden stattdessen mit einer kombinierten Schüttel- und Ultraschallextraktion nach einer abgewandelten Literaturvorschrift<sup>1</sup> extrahiert und mit HPLC-UV gemessen.

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

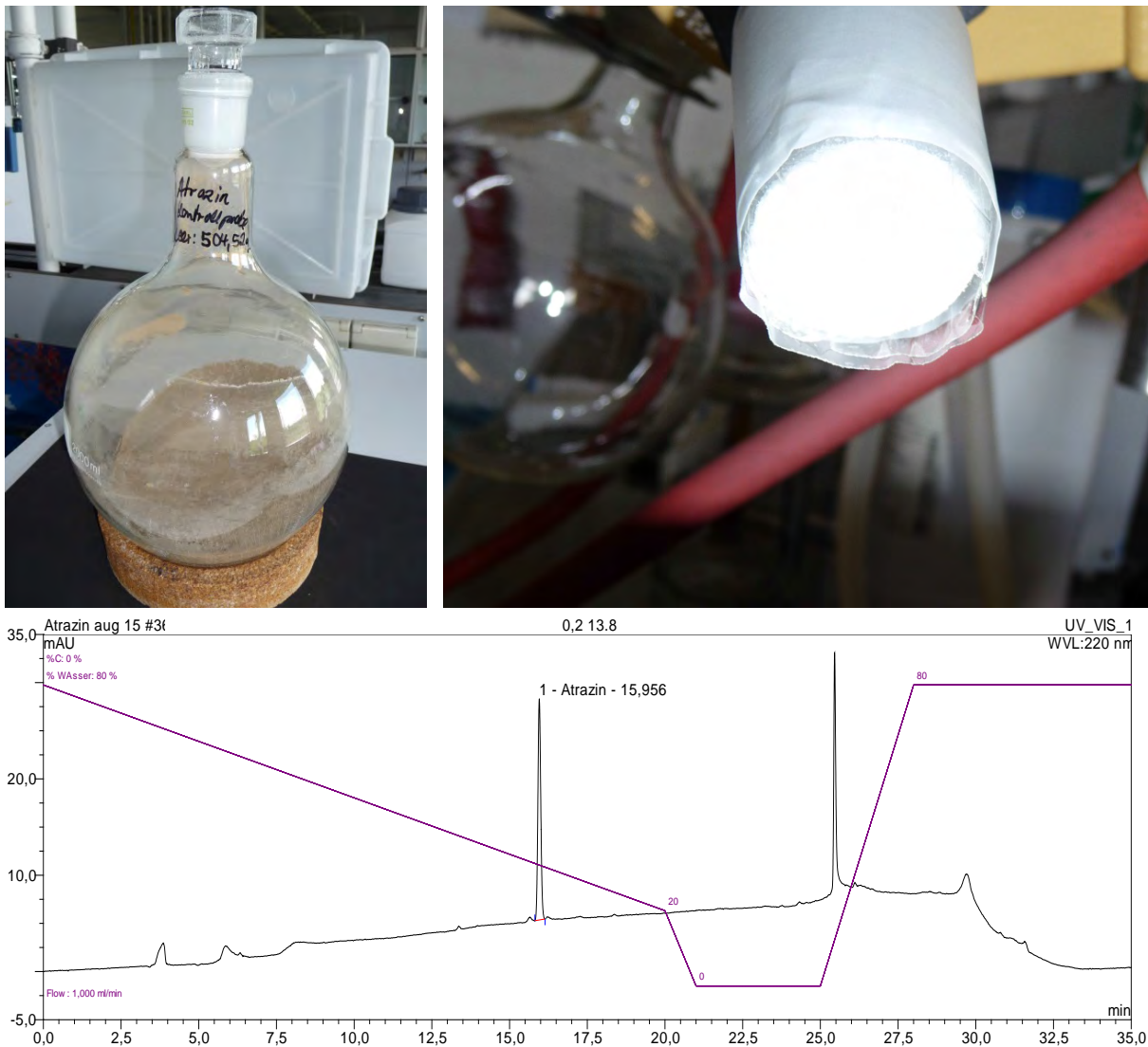


Abb. 32: Aufgestockte Kontrollprobe zur Bestimmung der Wiederfindung (oben links), angebrachte Fritte als Staubbremse am Gasdurchleitungsrohr des Rotationsverdampfers (oben rechts) und Chromatogramm eines Standards (unten)

Als Kontrollprobe zur Bestimmung der Wiederfindung diente eine Bodenprobe aus dem letzten Jahr, in der kein Atrazin nachweisbar war. Die Probe wurde im 2.000 ml Rundkolben eingewogen und mit einem Atrazin-Standard versetzt. Die Probe wurde in Aceton aufgeschlämmt, um eine homogenen Verteilung des Wirkstoffes zu erreichen. Das Lösungsmittel wurde anschließend am Rotationsverdampfer unter vermindertem Druck bis zur Gewichtskonstanz abgezogen. Um eine Verschleppung von Feinstaubanteilen zu vermeiden wurde in das Gasdurchleitungsrohr des Rotationsverdampfers eine Fritte aus Polyethylen angebracht.

Die Konzentration des Atrazins in der Kontrollprobe betrug  $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ . Die Kontrollprobe wurde messtäglich mit aufgereinigt und ergab einen Wiederfindung von 83 % ( $n = 9$ ) mit einer Standardabweichung von 6 % und einer relativen Standardabweichung von 7 %. Die Nachweisgrenze wurde als Verhältnis von Signal/Rauschen = 3 aus 9 Blindproben bestimmt und lag bei  $3 \mu\text{g}/\text{kg}$ . Damit ist die Methode geeignet, den in Fachkreisen akzeptierten Erwartungswert von  $100 \mu\text{g}/\text{kg}$ , ab dem von einer Applikation von Atrazin im überprüften Jahr auszugehen ist, sicher zu erfassen (Abbildung 32).

Im Jahr 2015 wurden 99 Proben untersucht. 90 Proben stammten aus Maisanbauflächen, wovon 53 Proben aus Verdichtungsgebieten stammten und 37 Proben nach Zufall ausgewählt wurden. Des Weiteren wurden 9 Betriebe mit Christbaumkulturen nach Zufallsauswahl überprüft.

Die Untersuchungen ergaben, 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: E. Böck, I. Schanze, C. Knabel, S. Hadler, G. Clasen  
Projektdauer: Daueraufgabe  
Kooperation: Dr. J. Huber, IPS 1b

### 2.4.5 Bestimmung von Astragalosid IV

#### Einleitung

Die Wurzeln des mongolischen Tragant *Astragalus mongholicus* (Abbildung 33) werden in der traditionellen chinesischen Medizin seit langem zur allgemeinen Stärkung der Abwehrkräfte gegen Krankheiten eingesetzt. Eine neuere Anwendung eines Extraktes aus *Astragalus mongholicus* in Deutschland und Österreich richtet sich gegen Heuschnupfen<sup>2</sup>. Hauptinhaltsstoffe sind neben Polysacchariden und Flavonoiden unter anderem Saponine vom Cycloartan-Typ, die sogenannten Astragaloside (Abbildung 34). Sie weisen herzstärkende, entzündungshemmende, antidiabetische, antivirale, Telomerase aktivierende und eine ganze Reihe weiterer Wirksamkeiten auf. Bislang wurden mehr als 140 Astragaloside und über 60 Flavonoide aus Astragalus-Arten isoliert<sup>3</sup>. Als Qualitätsparameter ist ein Gehalt von 0,04 % Astragalosid IV im Europäischen und im Chinesischen Arzneibuch vorgeschrieben, was einer Konzentration von 400 µg/g entspricht. In der Wurzel liegt Astragalosid IV in der Regel nicht in freier Form vor, sondern als komplexes Gemisch aus Essigsäureestern und Malonsäureestern<sup>4</sup>.



Abb. 33: Handelsmuster von *Radix astragali*

Die Bestimmung des Gesamtgehaltes an Astragalosid IV ist somit nicht nur von der Effizienz des angewandten Extraktionsvorganges abhängig, sondern wird auch dadurch beeinträchtigt wie durchgreifend 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 zweit wichtigste genuine Hauptverbindung in der

<sup>2</sup> Pharmazeutische Zeitung online, Ausgabe 10/2012

<sup>3</sup> Molecules 2014, 19, 18850-18880

<sup>4</sup> J. Sep. Sci. 2010, 33, 570-81.

Wurzel ist<sup>5</sup>. Eine Methode zur schnellen Bestimmung von Astragalosid IV mittels einer durchgreifenden Natriumhydroxid vermittelten Hydrolyse kombiniert mit mehrfacher Ultraschallextraktion wurde in den letzten Jahren in unserer Arbeitsgruppe entwickelt<sup>6</sup>.

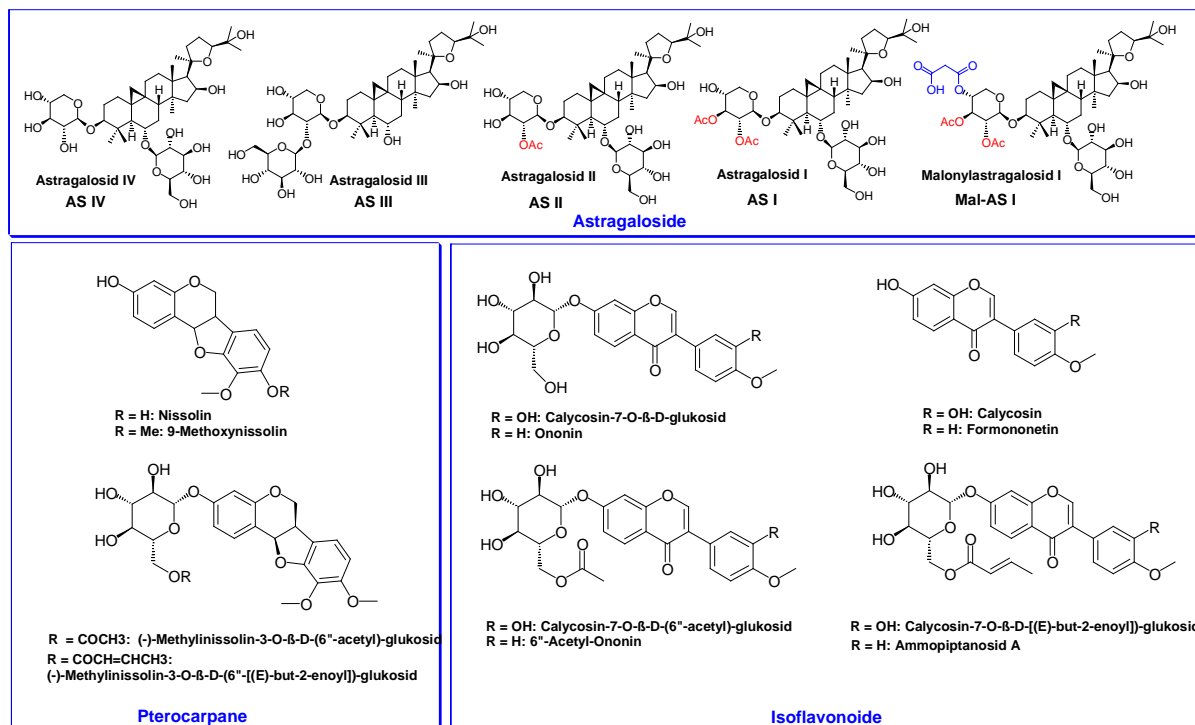


Abb. 34: Chemische Strukturen ausgewählter Astragalus-Inhaltsstoffe

## Ziel

Aus dem Züchtungsprogramm der LfL der Ernte 2014 sollte Astragalosid IV in Wurzeln von *Astragalus mongholicus* bestimmt werden. Für die Analytik wurde die in AQU 1b entwickelte Schnellmethode angewendet.

## Methode

### Hydroxid-Hydrolyse-Ultraschall-Schnell-Extraktion (HyUSE):

Die gemahlene Probe des *Astragalus mongholicus* (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 der Überstand 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, der mit Methanol auf 10 ml aufgefüllt wurde.

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

<sup>5</sup> LfL, AQU Jahresbericht 2013, 49-51

<sup>6</sup> LfL, AQU Jahresbericht 2014, 63-69

Identifizierung einzelner Substanzen erfolgte über Retentionszeitvergleich, die Quantifizierung einzelner Peaks erfolgte durch eine externe Kalibriergerade käuflicher Standards. UV-Spektren wurden unter identischen chromatographischen Bedingungen mit dem Diodenarraydetektor aufgenommen. Die Referenzsubstanzen der Astragaloside I-IV stammten von PhytoLab, Vestenbergsgreuth. Ononin, Calycosin und Formononetin wurden von Sigma-Aldrich, Steinheim bezogen. Als Referenzproben dienten Handelsmuster, die von Caesar und Loretz, Hilden und von der Asam Apotheke in München bezogen wurden.

### Kaltwasserextrakt

Zur Bestimmung des Kaltwasserextrakts wurden die gemahlene Astragaluswurzeln (4,00 g) im Erlenmeyerkolben mit Stopfen (300 ml) eingewogen, mit destilliertem Wasser (100 ml) versetzt und 6 Stunden auf dem Kreisschüttler extrahiert. Danach ließ man die Proben 18 Stunden stehen. Die Extraktionslösung wurde durch Papierfilter in ein Becherglas (100 ml) filtriert. Ein Aliquot des Filtrats (20 ml) wurde in einer vorgewogenen Porzellanschale auf einem Wasserbad (105 °C, 3 h) eingeeengt. Die Schale wurde im Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt (30 min) und rückgewogen. Der prozentuale Anteil an Extrakt wurde auf Basis der Trockenmasse berechnet.

### **Ergebnis**

In den beiden Referenzproben wurden Gehalte von  $925 \pm 36 \mu\text{g/g}$  (Mittelwert  $\pm$  einfache Standardabweichung,  $n = 10$ ) von Caesar und Loretz und  $1217 \pm 47 \mu\text{g/g}$  Astragalosid IV für das Material aus der Asam Apotheke ermittelt. Die relativen Standardabweichungen betragen jeweils 4 %, was einen akzeptablen Wert darstellt und zeigt, dass mit der Methode gearbeitet werden kann. Ein Referenzmaterial mit einem zertifizierten AS IV-Gehalt stand bislang nicht zur Verfügung. Abgesichert wurde die Methode durch aufgestockte Proben auf dem Niveau von  $500 \mu\text{g/g}$ . Die Wiederfindung wurde zu 86,4 % ( $n = 10$ ) bestimmt.

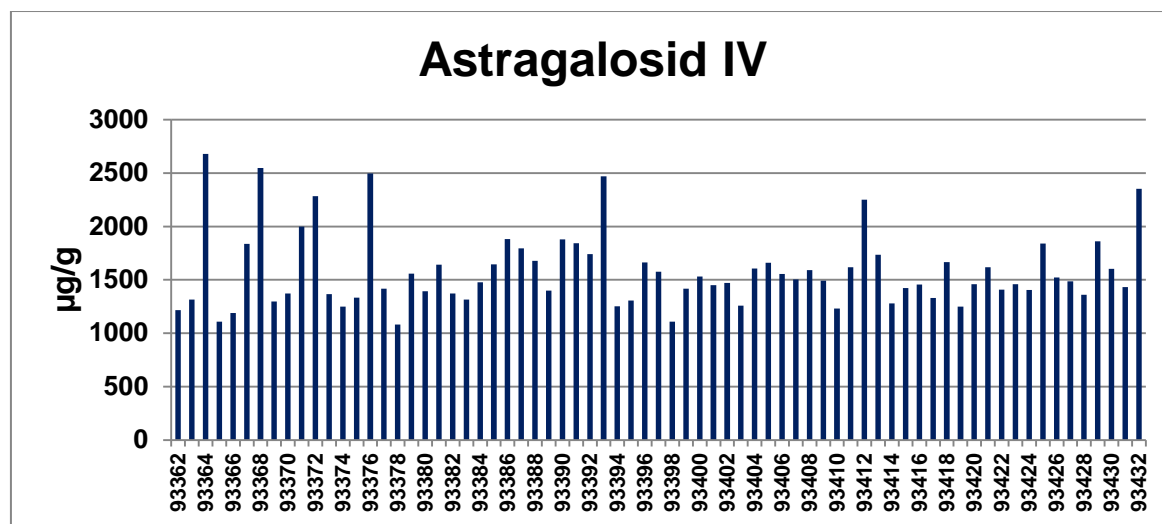


Abb. 35: Astragalosidgehalte der untersuchten Probenchargen aus der Ernte 2014

Aus dem Züchtungsprogramm der Landesanstalt wurden 70 Proben mit der HyUSE-Methode untersucht. Dabei lagen alle Proben deutlich über dem vom Europäischen Arzneibuch geforderten Mindestgehalt von  $400 \mu\text{g/g}$  (Abbildung 35). Weiter zeigte sich, dass aus den Chromatogrammen unterschiedliche Chemotypen abgeleitet werden können, wie sich aus dem Vorkommen von zwei auffälligen Verbindungen, die bei den bislang durchgeführten Messungen nicht sonderlich in Erscheinung traten, ergab. So sind im Hydrolysat von einzelnen Proben bei



der Retentionszeit von 10,2 und 13,6 Minuten weitere Peaks zu sehen, die je nach Sorte unterschiedlich stark ausgeprägt sind (Abbildung 36). Die gemessenen Peakhöhen erreichten teilweise höhere Intensitäten als der Astragalosid IV-Peak. Eine Mittelwertbildung von je drei Parzellen (Doppelbestimmung) vom Baumannshof erbrachte folgendes Ergebnis (Tabelle 13).

*Tab. 13: Auswertung des Versuches 288 hinsichtlich AS-IV-Gehalt, Kaltwasserextrakt und Peakhöhen-Vergleich der drei Hauptverbindungen*

Fruchtart: Astragalus mongholicus						
Versuchsort: Baumannshof, Versuchsnummer: 288, Anbaujahr: 2014, Erntejahr: 2014, Pflanzenteil: Wurzeln						
MW (n = 6)	Peak 10,2	Peak 13,6	Astragalosid IV	Kalt-Wasser-Extrakt	Astragalosid IV	vorläufige Zuordnung Chemotyp
Lfd. Nr.	Höhe [mV]	Höhe [mV]	Höhe [mV]	[%]	[µg/g]	
101, 105, 109	32,5	55,5	65,3	25,6	1.260	II
102, 106, 110	3,5	6,4	108,1	22,1	1.718	III
103, 107, 111	14,4	39,0	174,9	21,6	2.504	I
104, 108, 112	34,5	73,2	67,7	24,3	1.258	II

Die Herkunft mit den höchsten AS IV-Gehalten von mehr als 2.500 µg/g zeigt den geringsten Gehalt an Kaltwasserextrakt und mittlere Gehalte bei den beiden bislang nicht identifizierten Inhaltsstoffen (Typ I). Die beiden Herkünfte mit den geringsten AS IV-Gehalten von um die 1.250 µg/g zeigen deutlich höhere Kaltwasserextraktwerte und weisen bei den neuen Verbindungen sehr hohe Intensitäten im Chromatogramm auf (Typ II). Der dritte Chemotyp liegt bei den AS-IV Gehalten im Mittelfeld (ca. 1.700 µg/g AS IV) und die Peakhöhen bei den neuen Verbindungen auf (Typ III) sind sehr niedrig. Die Referenzproben sind vom Chromatogramm des Extraktes her dem Typ III zuzuordnen.

Die beiden Verbindungen scheinen demnach in großen Mengen, in Abhängigkeit von der Herkunft vorzukommen und es ist sicherlich von Interesse die Strukturen und biologische Wirksamkeiten dieser Substanzen zu ergründen. Vom Verdampfungslichtstretedetektor können keine Aussagen über die Art der Verbindungen abgeleitet werden, da die Substanzen lediglich „über“ ihre schwerflüchtigen Eigenschaften gemessen werden.

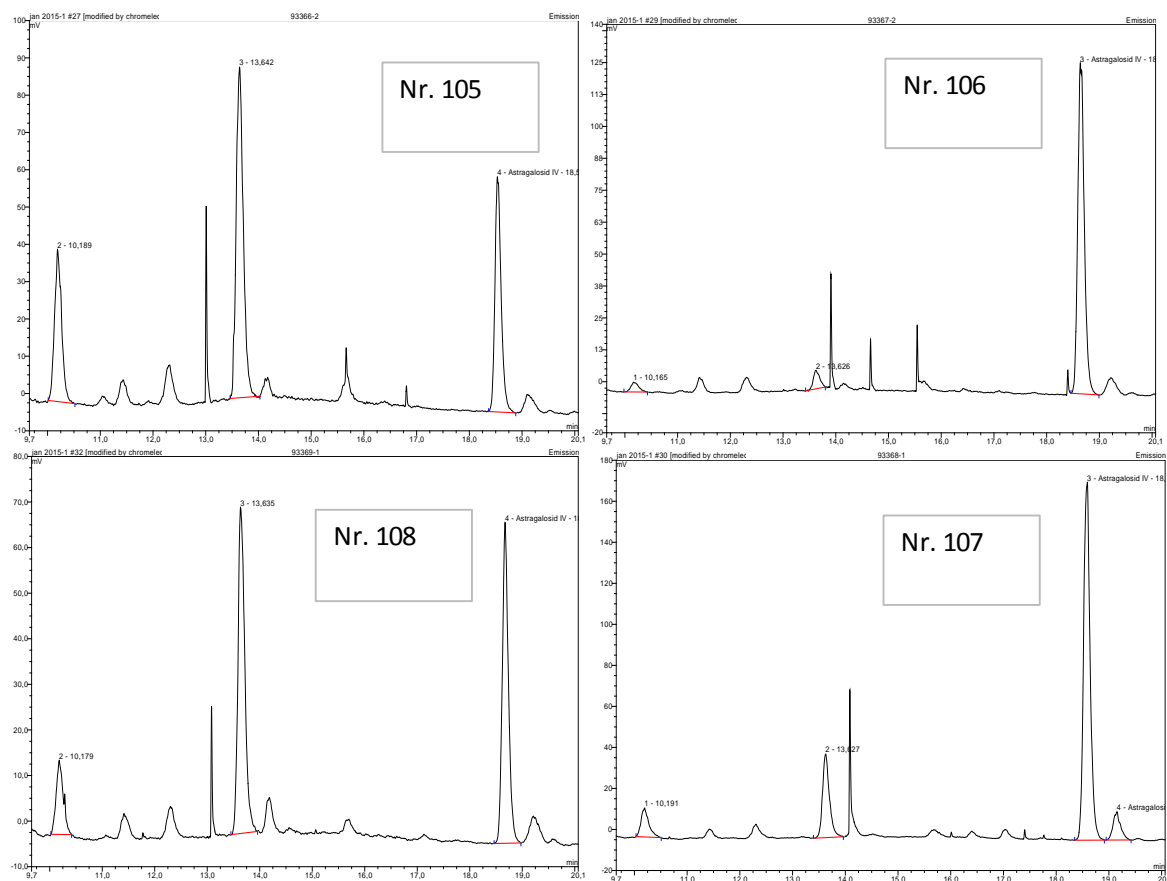


Abb. 36: HPLC-Chromatogramme von unterschiedlichen Chemotypen der untersuchten *Astragalus mongholicus* Wurzeln vom Baumannshof Ernte 2014

Das UV-Spektrum des Peaks mit der Retentionszeit 13,6 min deutet darauf hin, dass die Verbindung dem Bereich der Pterocarpane zuzuordnen ist. Pterocarpane sind unter anderem als Phytoalexine bekannt. Phytoalexine sind bioaktive Abwehrstoffe von Pflanzen, die bei Befall durch Mikroorganismen neu gebildet werden. So wurden die beiden Phytoalexine Nissolin und 9-Methoxynissolin, die auch in Astragaluswurzeln vorkommen, erstmals aus Blattmaterial der Gras-Platterbse *Lathyrus nissolina* isoliert, das mit dem Pilz *Helminthosporium carbonum* infiziert wurde<sup>7</sup>. Es sind auch Säureester von Pterocarpanen bekannt, etwa (-)-Methylinissolin-3-O- $\beta$ -D-(6''-acetyl)-glukosid und (-)-Methylinissolin-3-O- $\beta$ -D-(6''-[(E)-but-2-enoyl])-glukosid<sup>8</sup>, die als Vorläuferverbindungen des Peaks bei 13,6 min in Frage kommen und deren Säurereste durch die Basenbehandlung bei der Extraktion abgespalten werden, analog der Reaktion bei den Astragalosiden. Weitere Untersuchungen sollen zeigen, ob hier neue Verbindungen beispielsweise mit Malonylester zu finden sind.

Auch sind Isoflavonoid-Glykoside in *Astragalus mongholicus* Wurzeln zu finden, die ebenfalls Säurefunktionalitäten am Zucker beinhalten. Etwa Calycosin-7-O- $\beta$ -D-(6''-acetyl)-glukosid, 6''-Acetyl-Ononin, Calycosin-7-O- $\beta$ -D-[(E)-but-2-enoyl]-glukosid oder Ammopiptanosid A.<sup>8</sup> (Abbildung 34). Die UV-Spektren von drei Standards Ononin, Calycosin und Formononetin passen jedoch nicht zu den beiden neuen Zielverbindungen, so dass diese Substanzgruppe als Vorläuferverbindungen eher nicht in Frage kommt.

<sup>7</sup> Phytochemistry 1979, Vol 18, 1715-1717

<sup>8</sup> J. Agric. Food Chem. 2011, 59, 1131-37

Zur Überprüfung der originären Zusammensetzung des Extraktes wurde Probe 108 erneut ohne Baseneinsatz zur Abspaltung von Säuregruppen extrahiert. Dieser neutrale Extrakt zeigte überraschenderweise, dass bei dieser Probe das bislang wenig in der Literatur beachtete Malonylstragalosid I bei der Retentionszeit von 28,14 min eine deutlich größere Intensität aufweist als AS I selbst. Auf eine Quantifizierung von Malonylstragalosid I musste wegen fehlendem Standard verzichtet werden. Geht man jedoch von ähnlichem Verhalten beider Substanzen im Verdampfungslichtstreuendetektor aus, ist in der Probe 108 die Hauptkomponente das Malonylstragalosid I. Da Malonylstragalosid I sehr instabil ist, kann man andenken, dass Astragalosid I aus dem Malonylstragalosid I durch Abspaltung des Malonsäurerestes gebildet wird. Auch sind die anderen gängigen Hauptastragaloside AS II –AS IV in dieser Wurzel originär nicht vorhanden.

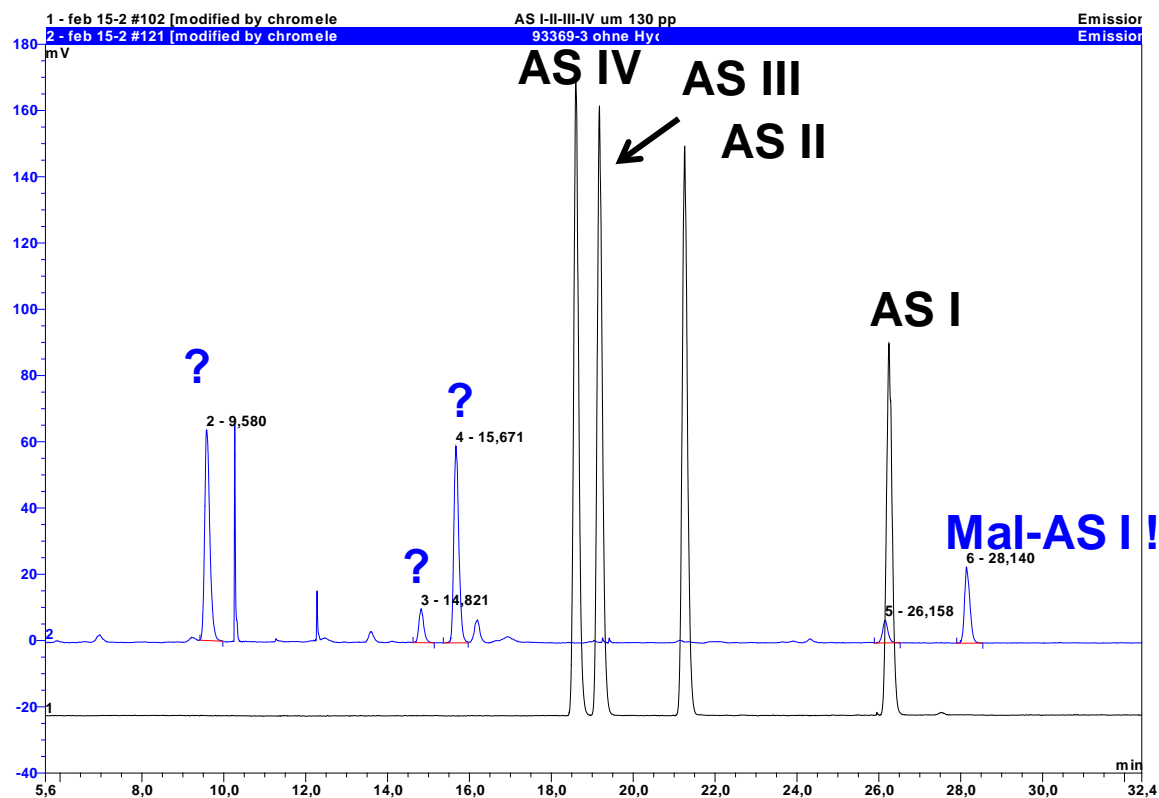


Abb. 37: Ausschnitt des Chromatogramms der Probe 108 (Typ II) bei neutraler Extraktion ohne Hydrolyse (blaues Chromatogramm) und Standards von AS I-AS IV (schwarzes Chromatogramm)

Im hydrophileren Bereich des Extraktes traten zwei Hauptpeaks bei Retentionszeiten von 9.6 und 15.7 min auf, sowie ein kleinerer Peak bei einer Retentionszeit von 14, 8 min (Abbildung 37). Ob aus diesen Peaks die Verbindungen mit Retentionszeiten von 10,2 und 13,6 min durch Abspaltung von Säuregruppen entstehen, müssen weitere Untersuchungen zeigen. Es muss auch noch geprüft werden, ob die beiden interessanten Peaks im Hydroxidextrakt etwa durch Umlagerung empfindlicher Ausgangssubstanzen entstanden sein könnten, da eine Verbindung, die das gleiche UV-Spektrum der Substanz bei Peak 10,2 min zeigt, bislang nicht im Extrakt, welcher ohne Base dargestellt wurde, als Vorläuferverbindung gefunden wurde.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: S. Hadler, G. Clasen, Dr. J. Rieder  
 Projektdauer: 2011-2016  
 Kooperation: Dr. H. Heuberger, IPZ 3d

## 2.4.6 Inhaltsstoffe von *Valeriana sisymbriifolia*: Erste Untersuchungen

### Einleitung

Im ätherischen Öl der Wurzeln von *Valeriana sisymbriifolia* soll die Substanz Precocene II in großen Mengen (ca. 35 %) enthalten sein<sup>9</sup>. *Valeriana sisymbriifolia* ist eine von 7 Baldrianarten des Nord- und Zentraliran, die dort seit mehr als tausend Jahren als krampflösendes und beruhigendes Therapeutikum eingesetzt werden. Precocene sind insektizid wirksame Substanzen, die die Juvenil-hormonbildung stören und bewirken, dass sich die Insekten zu früh verpuppen<sup>10</sup>. Eine weitere interessante Eigenschaft von Precocene II ist seine Fähigkeit, die Produktion von 3-Acetyldeoxynivalenol in Flüssig- und Festkulturen von *Fusarium graminearum* zu inhibieren<sup>11</sup>. 3-Acetyldeoxynivalenol ist eine biogenetische Vorstufe von Deoxynivalenol (DON), dem wichtigsten Leittoxin getreidepathogener *Fusarium*arten. Sporen von *Fusarium graminearum* können bei ungünstigen Witterungsverhältnissen, insbesondere während der Blüte, in die Pflanze eindringen und zu einer Kontamination des Getreides führen. Dabei stellt das Toxin Deoxynivalenol einen Virulenzfaktor dar, der für die Ausbreitung des Pilzes in der Ähre essentiell ist<sup>12</sup>. Eine Inhibierung der Trichothecene-Biosynthese ist daher von großem Interesse hinsichtlich einer möglichen Anwendung, um die Ausbreitung des Pilzes in der Pflanze zu unterbinden. Precocene II erscheint daher als ein geeigneter Kandidat für einen Feldversuch, ob sich eine Reduktion der DON-Menge *in vivo* erreichen lässt. Die dafür benötigten Mengen belaufen sich auf ca. 2-5 g Precocene II, die aus angebauten Pflanzen von *Valeriana sisymbriifolia* isoliert werden sollten.



Abb. 38: Wurzelstock von *Valeriana sisymbriifolia* vor der Extraktion

### Ziel

Die frischen Wurzeln einer im Gewächshaus der LfL angezogenen Pflanze *Valeriana sisymbriifolia* iranischer Herkunft sollten untersucht werden, um Hinweise auf das Vorkommen von Precocene II und weiteren Baldrianinhaltsstoffen zu erhalten.

### Methode

Der Wurzelstock von *Valeriana sisymbriifolia* BLBP 174, der zwei Jahre im Gewächshaus der LfL wuchs (Abbildung 38) wurde mit Ethylacetat extrahiert. Der Extrakt wurde mit GC-FID (Gaschromatographie mit Flammenionisationsdetektion) untersucht, um typische Baldrianinhaltsstoffe im Vergleich zu einem Extrakt der heimischen *Valeriana officinalis* aus dem Züchtungsprogramm der LfL zu identifizieren. Weiterhin wurde der Extrakt an Kieselgel-Kartuschen in einzelne Fraktionen mittels Stufengradient getrennt und die Fraktionen dünn-schichtchromatographisch und mit Hochdruckflüssigchromatographie und Diodenarraydetekti-

<sup>9</sup> Nat. Prod. Res. 2010, Vol. 24, No. 19, 1834–1842

<sup>10</sup> Römp-Lexikon Naturstoffe, Thieme 1997, Stuttgart, New York

<sup>11</sup> J. Agric. Food Chem. 2009, 57, 846–851

<sup>12</sup> Mol. Plant Microbe Interact. 1995, 8, 593-601

on (HPLC-DAD) auf das Vorkommen von Precocenen hin untersucht. Ein käuflicher Standard von Precocene III diente als Referenzmaterial.

## Ergebnis

Die Anzucht der Pflanzen im Gewächshaus aus Samen zweier Herkünfte aus dem Iran verlief zunächst problemlos, eine Kultivierung der Pflanzen im Freiland an den Versuchsstandorten Baumannshof und Puch gelang jedoch nicht<sup>13</sup>. Die Pflanzen selbst waren sehr zierlich, bildeten aber schöne Wurzelballen aus. Vereinzelt blühte die eine oder andere Pflanze im Gewächshaus, lebensfähige Samen konnten jedoch nicht erhalten werden.

Im Gaschromatogramm zur Untersuchung der flüchtigen Inhaltsstoffe des Extraktes von *Valeriana sisymbriifolia* konnte kein Valerenadien oder eines seiner Oxidationsprodukte Valerenal, Valerenol und Valerensäure gefunden werden. Damit unterscheidet sich das Sekundärmetabolitenprofil der angezuchteten Pflanzen von *Valeriana sisymbriifolia* an sedativ wirksamen Valerenadienderivaten deutlich von dem bei uns angebauten und pharmazeutisch genutzten *Valeriana officinalis*.

Wie in Abbildung 39 zu sehen ist, sind wenige übereinstimmende Peaks im Chromatogramm (blau, nach unten gespiegelt) von *Valeriana sisymbriifolia* mit dem in schwarz dargestellten Chromatogramm von *Valeriana officinalis* auszumachen. Auch Bornylacetat, das als weit verbreiteter Inhaltsstoff von Baldrianarten gilt, war nicht nachzuweisen.

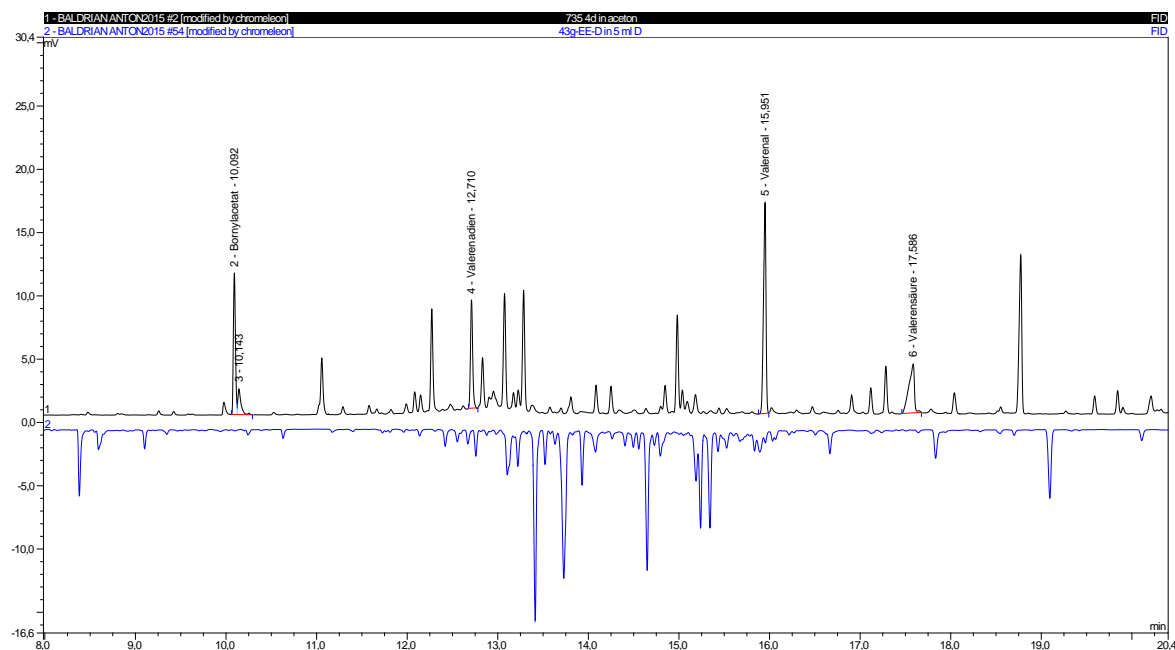


Abb. 39: GC-FID-Chromatogramme zum Vergleich der Extrakte von *Valeriana officinalis* (schwarz) und *Valeriana sisymbriifolia* (blau, gespiegelt dargestellt)

<sup>13</sup> LfL, AQU Jahresbericht 2014, 70-71

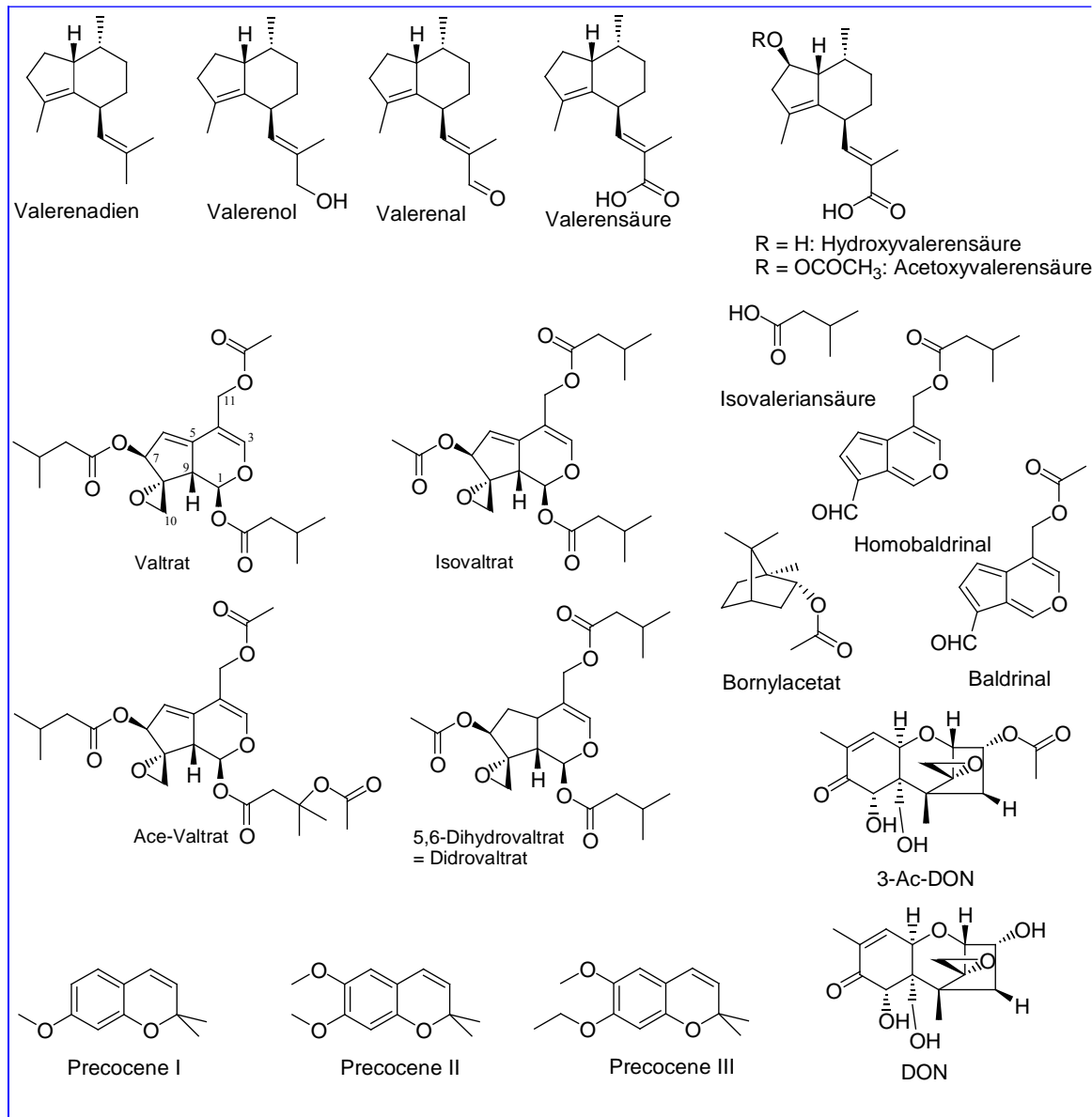


Abb. 40: Chemische Strukturformeln ausgewählter relevanter Inhaltsstoffe des Baldrian, der Precocene und von DON und seiner biogenetischen Vorstufe 3-Acetyl-DON

Neben den Sesquiterpenen sind die Valepotriate als sedativ wirksame Inhaltsstoffe in Baldrianarten bekannt. Die Vertreter dieser Verbindungsklasse gelten heutzutage aber als unerwünschte Inhaltsstoffe, da sie aufgrund ihrer Epoxidgruppen zytotoxische Eigenschaften in Zelltests aufweisen<sup>14</sup>. Die Hauptverbindung in der Wurzel von *Valeriana sisymbriifolia* zeigte eine UV-Löschung auf der Dünnschicht (DC) bei 250 nm und wies eine braune Farbe in der Reaktion mit Anisaldehyd-Schwefelsäure-Reagenz auf. Die Verbindung zeigten ein UV-Maximum bei einer Wellenlänge von 255 nm, entsprechend den publizierten UV-Spektren<sup>15</sup> von zweifach ungesättigten Valepotriaten. Durch den Abgleich von gemessenen und publizierten Retentionsfaktoren<sup>16</sup> ( $R_f$ -Wert) für die wichtigsten Valepotriate und deren Abbauprodukten Homobaldri-

<sup>14</sup> Planta medica 1981, Vol. 41, 21-28

<sup>15</sup> Phytochem. Anal. 1996, 7, 143-151

<sup>16</sup> J. Chromatogr. A 2002, 967, 131-146

nal und Baldrinal (Abbildung 40) konnte jedoch noch keine Identifizierung erfolgen, da beim ermittelten  $R_f$ -Wert der Hauptverbindung von 0,57 kein Referenzwert einer bekannten Substanz publiziert ist.

Die prominentesten Vertreter der Valepotriate, namentlich Valtrat und Isovaltrat haben in der genutzten Dünnschichtaufreinigung einen  $R_f$ -Wert von 0,63, was darauf hindeutet, dass Valtrat/Isovaltrat deutlich unpolarer sind als die Hauptverbindung in *Valeriana sisymbriifolia*. Es sind noch NMR-spektroskopische Messungen nötig, um die Substanz abschließend strukturell abzusichern. Bei einer Nebenverbindung, die auf der Dünnschicht einen  $R_f$ -Wert von 0,50 hat, könnte es sich um Acevaltrat handeln, deren publizierter Literatur-Wert von  $R_f = 0,49$  gut übereinstimmt. Auch diese Verbindung zeigt das UV-Spektrum von zweifach ungesättigten Valepotriaten, das am Diodenarraydetektor bestimmt wurde.

Der Nachweis von Precocene II im Extrakt sollte über die käufliche Referenzverbindung Precocene III erfolgen, die sich von Precocene II lediglich durch die Ethylseitengruppe in 7-Position des Moleküls gegenüber einer Methylgruppe im Precocene II unterscheidet. In der DC zeigt Precocene III eine intensiv türkisblaue Färbung nach Entwickeln mit Anisaldehyd-Sprayreagenz und Erhitzen. Eine Bande mit gleicher Färbung konnte im Extrakt nicht gefunden werden. Auch mit HPLC-DAD gelang keine Detektion von Precocenen in den untersuchten Fraktionen. Somit erwies sich, dass die Pflanze *Valeriana sisymbriifolia* BLBP 174 kein geeigneter Kandidat zur Isolierung größerer Mengen an Precocene II ist.

Als Alternative zur Gewinnung der Zielverbindung kommt nun eine Isolierung aus anderen Pflanzen in Betracht, beispielsweise aus *Ageratum conyzoides*, in der Precocene II mit über 45 % im ätherischen Öl enthalten ist<sup>17</sup>. Ein einfacherer Zugang zu Precocene II führt über die Totalsynthese, die literaturbekannt ist<sup>18</sup>.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
Projektbearbeitung: G. Clasen, Dr. J. Rieder  
Projektdauer: 2013-2016  
Kooperation: M. Penzkofer, Dr. H. Heuberger, IPZ 3d

<sup>17</sup> Journal of Entomology and Zoology Studies 2014, 2 (4), 345-350

<sup>18</sup> Can. J. Chem. 1994, Vol. 72, 1866-69

## 2.4.7 Überwachung des Ausbringungsverbots von Neonikotinoiden an Saatgut 2015

### Einleitung

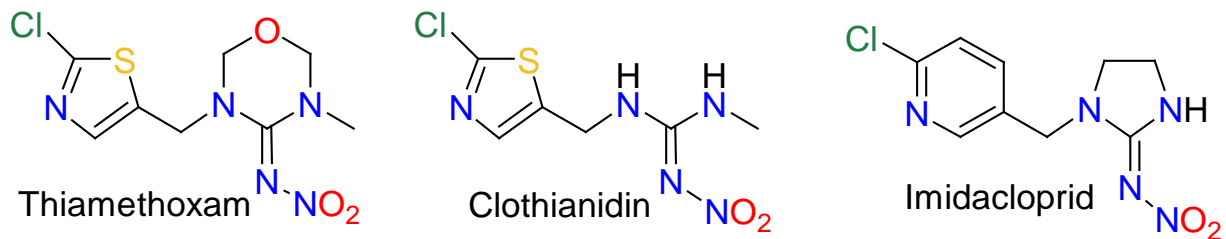


Abb. 41: Strukturformeln der untersuchten Neonikotinoide

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 unter anderem 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 neonikotinoidhaltiger Saatgutbeizen beim Mais. Im Dezember 2013 erfolgte nach EU-Verordnung ein Verbot von Neonikotinoiden bei Rapssaat und im Juli 2015 ein Verbot bei Wintergetreide.

### Ziel

Eine Überwachung des Ausbringungsverbotes von gebeiztem Saatgut, die die Wirkstoffe Clothianidin, Imidacloprid und Thiamethoxam enthalten könnten, erfolgte auch 2015 wieder in Zusammenarbeit mit IPS (Abbildung 41), wozu die Analysenmethode weiter optimiert wurde.

### Methode

Gebeizte Maiskörner wurden mit Aceton auf dem Magnetprüfer gerührt und anschließend im Ultraschallbad extrahiert (Abbildung 42). Rapssaat und Wintergetreide wurden mit einer Mischung aus Acetonitril/Wasser 8/2 (v/v) in gleicher Weise extrahiert. Aus dem Überstand der Extrakte wurden Aliquots über PTFE-Filter (13 mm, 0,2 µm) in die HPLC-Fläschchen filtriert. Die Proben wurden mit einem linearen Gradienten an Umkehrphase getrennt und die Neonikotinoide bei einer Wellenlänge von 270 nm detektiert. Die Quantifizierung erfolgte über externe Kalibriergeraden der drei Referenzsubstanzen. Die Nachweisgrenzen der HPLC-Methode wurden beim Mais zu 0,31 mg/kg für Thiamethoxam, 0,29 mg/kg für Clothianidin und 0,43 mg/kg für Imidacloprid bestimmt. Bei Rapssamen lagen die Nachweisgrenzen bei 0,46 mg/kg für Thiamethoxam, 0,45 mg/kg für Clothianidin und 0,66 mg/kg für Imidacloprid. Beim Wintergetreide wurden je 0,65 mg/kg Thiamethoxam und Clothianidin, sowie 0,95 mg/kg für Imidacloprid als Nachweisgrenze erreicht.





Abb. 42: Extraktion von Rapssamen auf dem Magnetrührer

## Ergebnis

### Optimierung der Extraktionsmittel

Zur Überprüfung geeigneter Extraktionsmittel wurden Wiederfindungsversuche auf einem Niveau von ca. je 10 mg/kg an aufgestockten Neonicotinoiden an neonicotinoidfreien Saaten durchgeführt. Ziel sollte sein, das gängige Extraktionsmittel Methanol wegen seiner Toxizität durch weniger problematische Lösungsmittel zu ersetzen. Die Wiederfindungsraten bei der Extraktion mit Aceton waren bei Thiamethoxam und Clothianidin deutlich schlechter als bei einer Extraktion mit Methanol, jedoch wurde beim Mais aus Konsistenzgründen das Extraktionsmittel Aceton beibehalten, da damit seit Einführung der ersten Kontrollmessungen mit Dünnschicht im Jahr 2009 gute Ergebnisse erzielt wurden. Das aus der Mykotoxinanalytik bekannte azeotrope Gemisch Acetonitril/Wasser 84/16 (v/v) war bei allen drei Wirkstoffen effektiver in der Extraktion als Methanol. Reines Acetonitril eignete sich schlecht als Extraktionsmittel (Abbildung 43).

Die Wiederfindungen beim Raps wurden daraufhin mit Methanol und Acetonitril-Wasser-Mischungen bestimmt. Beim Raps zeigte sich, dass eine Mischung mit 20 % Wasseranteil noch bessere Resultate erzielte, als die azeotrope Mischung mit 16 % Wasser. Mit Acetonitril-Wasser im Verhältnis 8/2 wird auch in der Industrie gearbeitet. Die Mischung Acetonitril/Wasser im Verhältnis 8/2 ergab auch bei Winterweizen und Winterroggen deutlich bessere Wiederfindungen als eine Extraktion mit reinem Methanol, so dass die Extraktionen der Beprobungen 2015 bei Raps- und Wintergetreide mit dieser Mischung durchgeführt wurden.

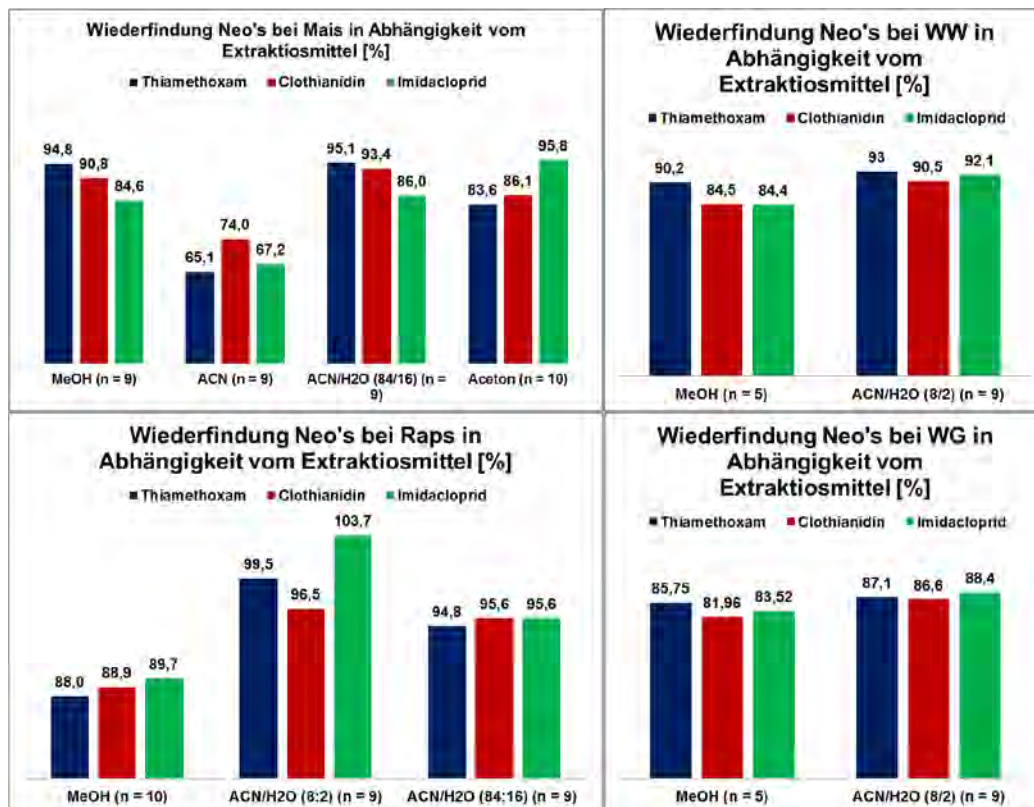


Abb. 43: Graphische Darstellung und Vergleich der Wiederfindungsergebnisse

## Mais

Im Jahr 2015 wurden 148 Maisproben untersucht. Aus früheren Untersuchungen regulär gebeizter Maisproben ergaben sich Wirkstoffkonzentrationen von ca. 2.000 mg für Thiamethoxam, ca. 1.500 mg für Imidacloprid und ca. 5.000 mg für Clothianidin pro Kilogramm Mais für regulär gebeiztes Saatgut<sup>19</sup>. Als Untergrenze einer aktiven Beizung wird eine Aufwandmenge von 10 % einer regulär gebeizten Probe betrachtet<sup>20</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 seinerzeit auch in einem externen Labor untersucht und die an der LfL gemessenen Werte konnten durch die unabhängige Bestimmung mittels LC-MS/MS bestätigt werden, was zeigt dass mit der Methode valide gearbeitet werden kann.

Aufgrund der Empfindlichkeit der Messung konnten zwar Neonikotinoide in einer Reihe von Proben in Spuren nachgewiesen werden, die Werte lagen aber im Bereich der Nachweisgrenze unter 1 mg/kg. In einer Maisprobe wurde ein Gehalt von 6 mg/kg Clothianidin gefunden. In allen Fällen dürfte es sich aufgrund der geringen Konzentrationen um Verschleppungen handeln (Abbildung 44).

<sup>19</sup> LfL Jahresbericht 2010, 91-93

<sup>20</sup> J. Verbr. Lebensm. 2011, 6, 223-231

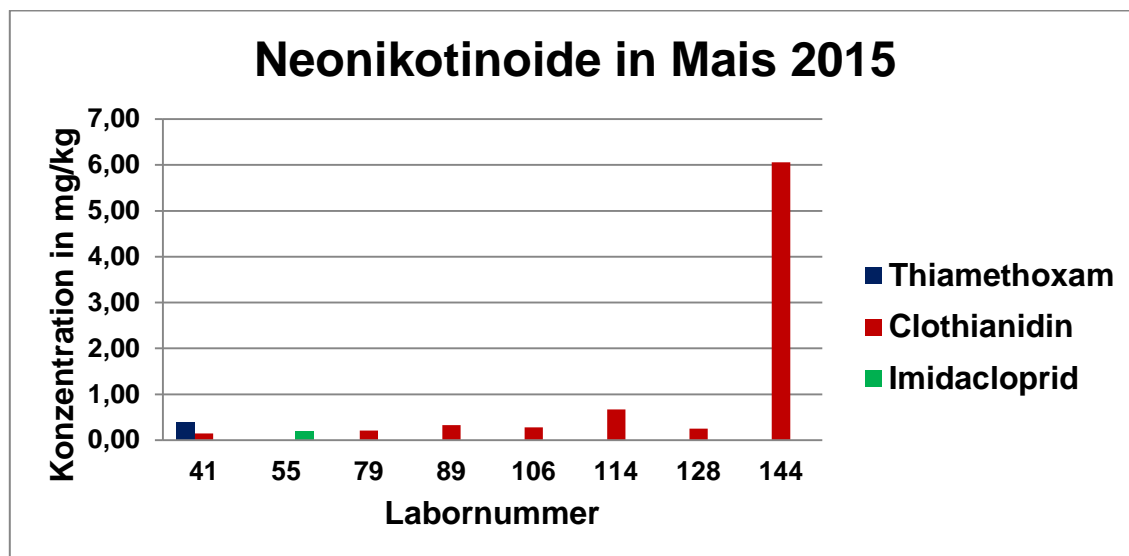


Abb. 44: Nachweis von Spuren an Neonikotinoiden bei Maiskörnern mittels HPLC-UV-Analytik

## Raps

Die regulären Aufwandmengen beim Raps wurden 2014 an gebeizten Mustern bestimmt und ergaben Aufwandmengen für Clothianidin in Höhe von 9.900 mg/kg und für Thiamethoxam in Höhe von 4.400 mg/kg. Somit ergeben sich beim Raps Entscheidungsgrenzwerte von 440 mg/kg für Thiamethoxam und 990 mg/kg für Clothianidin als 10 %-Limit, ab dem von einer aktiven Beizung gesprochen werden kann.

Von den 49 untersuchten Rapsproben fiel lediglich eine Probe auf, in der 304 mg/kg Clothianidin nachgewiesen wurde, was ca. 3 % der regulären Aufwandmenge entspricht. Die Probe war jedoch homogen gefärbt und enthielt keine Körner einer anderen Beizfarbe, was auf eine Vermischung von Saatgut hindeuten würde. Von Seiten der Analytik kann nicht geklärt werden, wie der Wirkstoff in die Probe kam.

## Wintergetreide

Die Abschätzung von Entscheidungsgrenzwerten bei Wintergetreide war über einen Registerauszug zur Anwendung von Imidacloprid an Getreide möglich. Danach ergibt sich eine reguläre Aufwandmenge von 360 mg/kg Getreide. Entsprechend ist der Entscheidungsgrenzwert für Imidacloprid bei 36 mg/kg anzusetzen. Bei den 52 untersuchten Wintergetreideproben waren keine nennenswerten Belastungen mit Neonikotinoiden zu finden. Lediglich 4 Proben wiesen Spuren von Thiamethoxam auf, die sich alle auf dem Niveau der Nachweisgrenze von ca. 1 mg/kg befanden.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: S. Hadler, G. Clasen  
 Projektdauer: 2015  
 Kooperation: Dr. J. Huber, IPS 1b

## 2.4.8 Mikrobiologische Prozessoptimierung in der Biogastechnologie – Identifizierung von Schlüsselorganismen in Biogas-Fermentern

### Zielsetzung

Für eine optimale Biogas-Prozesseffizienz müssen die verfahrenstechnische Anlagenkonfiguration und die Prozessführung abhängig vom Einsatzziel so gestaltet sein, dass den relevanten Mikroorganismenpopulationen bestmögliche Bedingungen zur vollen Entfaltung ihrer Aktivität liefern. Die Praxis berichtet aber immer wieder von Prozessstörungen mit ökonomischen Einbußen infolge einer Unkenntnis der Vorgänge im Fermenter und einer ungenügenden Analytik. Eine chemisch-physikalische Prozessanalytik ist zwar etabliert, jedoch ist z.B. der FOS/TAC-Wert bei der Vergärung stickstoffreicher Substrate nicht verlässlich. Eine verlässliche Prozessdiagnose sollte daher eine Analyse des Zustands der Mikroorganismen, der eigentlichen „Motoren“ des Biogasprozesses, beinhalten. Das übergeordnete Ziel der Studie bestand darin, auf Basis von zu erhebenden Daten und Untersuchungsergebnissen molekularbiologische Frühwarnsysteme vor Prozessstörungen zu entwickeln, zu etablieren und in eine erweiterte, verlässlichere Prozessdiagnose zu integrieren, um schneller Maßnahmen gegen erkannte Defizite einleiten zu können.

### Methode

Im Zusammenspiel zwischen verfahrenstechnischen und mikrobiologischen Maßnahmen wurden molekularbiologische Techniken genutzt und weiterentwickelt. Über die Sequenzanalyse von Nukleinsäuren wurden die Zusammensetzung und die Diversität der betrachteten Populationen bzw. Gilden (physiologische Gruppen) auch zur Identifikation von Bioindikatoren erfasst. Hiervon ausgehend wurden weiterhin als relevant erkannte Organismen oder Gilden bzw. Kläden (phylogenetische Gruppen) mit spezifisch entwickelter quantitativer Real-Time PCR (qPCR) quantifiziert.

Die Analysen erfolgten auf DNA- (Erfassung aktiver und inaktiver/toter Organismen) und (m)RNA-Ebene (transkriptionell aktive Organismen, Messung von cDNA). Für die mikrobiologische Prozessdiagnose wurden unterschiedlichste landwirtschaftliche Biogasprozesse und -zustände untersucht.

### Ergebnisse

Eine wichtige Erkenntnis der Untersuchungen war es, dass die Zusammensetzung der gesamten (einfachere DNA-Analytik) und der aktiven (Messenger-RNA, mRNA, -basierte Transkriptionsanalyse; cDNA-Ebene) Fraktion der untersuchten Gilden im beprobten Gärgemisch verschieden sein kann. Während die DNA- und die cDNA-Profile im äquilibrierten Betrieb typischerweise sehr ähnlich waren, differierten sie z.B. bei Prozessstörungen, wobei Änderungen typischerweise zuerst auf Transkriptionsebene, auf DNA-Ebene aber teilweise erst Wochen später erfolgten. Die aktiven Populationen müssen demnach

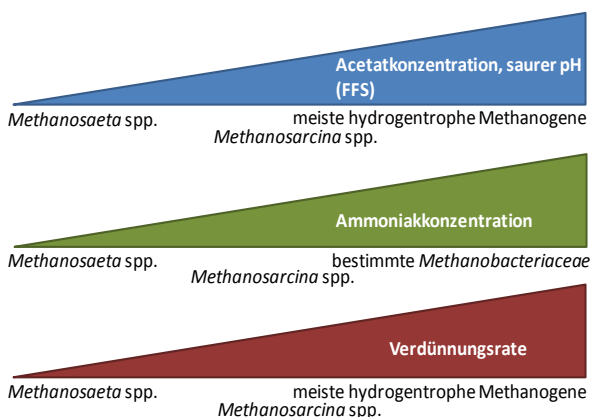


Abb. 45: Aktivität und Abundanz von dominanten methanogenen Archaeen zu unterschiedlichen Prozesszuständen

künftig deutlich stärker in den Fokus der analytischen Überwachung gestellt werden. Bioindikatoren für den Prozesszustand konnten gefunden werden:

Während Methanosaeten meist nur bei geringer Acetat- und  $\text{NH}_3$ -Konzentration sowie geringer Verdünnungsrate aktiv waren, waren Methanosarcinen bei stabilem, effizientem Betrieb dominant. Im versauerten Prozess und bei hohem  $\text{NH}_3$ -Gehalt traten meist nur noch hydrogenotrophe Methanogene auf, hauptsächlich bestimmte Vertreter der *Methanobacteriaceae* (Abbildung 45).

Mit einem mittels *mcrA/mrtA*-qPCR und Daten zur Methanproduktivität erarbeiteten Standard für ungestörten und effizienten Betrieb konnte die aktuelle spezifische methanogene Aktivität der methanogenen Archaeen in betrachteten Proben über den im vorliegenden Forschungsvorhaben entwickelten „Metabolischen Quotienten“ (MQ) ermittelt werden.

Der MQ erwies sich als geeignetes Frühwarnsystem, um die zumeist auf Unter- oder Überforderung der Methanogenen beruhenden Prozessstörungen, schneller als mit konventioneller chemischer Analytik zu erkennen. Beim Betrieb z.B. mit (Klee)Grassilage können allerdings mehrere Teilprozesse der Biogasproduktion gehemmt sein, wobei eine (partiell) inhibierte Primärfermentation einen toxinbedingten Stress der Methanogenen kompensieren und einen MQ im Normalbereich (etwa 0,2 – 4) vortäuschen kann. Zur korrekten Interpretation der Ergebnisse kann hier die Entwicklung des TS-Gehalts herangezogen werden. Die zeitliche Entwicklung des MQ hat auch eine große Bedeutung für eine verlässliche Prozessdiagnose.

Zur Bestimmung der Aktivität mikrobieller Gilden wurde weiterhin die spezifische Quantifizierung von Transkripten (Messung von in cDNA umgeschriebener mRNA) bezogen auf die DNA-Konzentration der Schlüsselenzymgene wie *mcrA/mrtA* (methanogene Archaeen) bzw. *fhs* (Bakterien des Intermediärmetabolismus) neu eingeführt. Die cDNA/DNA-Verhältnisse beschreiben den aktuellen Prozess- bzw. Aktivitätszustand der betrachteten Gilde. Die Transkript/Gen-Verhältnisse benötigen keine Angaben zur Methanproduktion für die Aktivitätsdiagnose.

Für eine Anwendung dieser Parameter in der Praxis sind aber noch weitere Untersuchungen auch zur Bestätigung der Schwellen zur metabolischen Über- bzw. Unterforderung erforderlich.

Mit dem besseren Verständnis der biologischen Abläufe im Fermenter und der entwickelten Analytik kann der Fermenterbetrieb zielgerichteter optimiert werden. Prozessstörungen lassen sich früher erkennen und Gegenmaßnahmen problemspezifisch und zeitiger einleiten. Ein Einbruch in der Gasproduktion und finanzielle Verluste lassen sich so besser vermeiden.

Projektleitung: Dr. M. Lebuhn  
Projektbearbeitung: B. Munk, E. Madge-Pimentel  
Projektdauer: 01.01.2008-31.12.2015  
Finanzierung: Bayerisches Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten

## 2.4.9 Einfluss verpilzter Einsatzstoffe auf den Biogasprozess und die hygienische Beschaffenheit von Gärresten

### Zielsetzung

Für die Energiewende ist der Ausbau der erneuerbaren Energien und damit der Biomassenutzung unabdingbar. Biogasanlagen können hierzu aufgrund der vergleichsweise guten Einpassung ins bayerische Landschaftsbild und der Möglichkeit zur wetterunabhängigen Steuerung der Energielieferung einen wichtigen Beitrag leisten. Dabei gilt es vor allem, den Wirkungsgrad des Gesamtsystems zu optimieren. Dieser ist bereits reduziert, wenn Substratverluste bis zur Einbringung in den Fermenter entstehen. Wenn Siloanlagen nicht sachgemäß luftdicht abgedeckt werden, können diese Verluste beachtliche Ausmaße von deutlich über 15 % annehmen.

Neben dem reinen Masseverlust durch mikrobiellen Abbau können sich auch manche Schimmelpilze, die toxische oder auch antibiotisch wirksame Substanzen wie Penicillin bilden können (Abbildung 46), fallweise stark vermehren. Es gibt einige Hinweise, dass die Stoffwechsellätigkeit der Biogas-Mikroorganismen und damit die Gesamtbilanz des Biogasprozesses dadurch beeinträchtigt werden kann. Der aktuelle Kenntnisstand hierzu ist aber ungenügend. Um z.B. geringfügig schimmelpilzbefallenes Substrat optimal energetisch zu nutzen, ist die Kenntnis der Ursachen und Wirkungen und des Ausmaßes von Prozessstörungen dringend erforderlich.

Der Einsatz verpilzter Einsatzstoffe in Biogasanlagen ist nicht nur aus energetischer Sicht genauer zu betrachten. In Silagen wachsende Schimmelpilze können eine Vielzahl von Stoffen produzieren, die für höhere Organismen, auch Säugetiere, toxisch sein können. Der Metabolismus und Verbleib solcher Substanzen im Biogasprozess ist weitgehend ungeklärt. Hinweise liefern Untersuchungen am Rind, die Ergebnisse sind jedoch nicht ungeprüft übertragbar.

Im vorliegenden Verbundvorhaben sollen daher auch der Metabolismus und der Verbleib von relevanten toxischen Substanzen im Batch- wie auch im Durchflussverfahren geprüft werden. Im Zusammenschluss des Instituts für Landtechnik und Tierhaltung (ILT), des Instituts für Tierernährung (ITE) und der Abteilung für Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU-1c) der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft mit dem Lehrstuhl für Tierhygiene der Technischen Universität München (TUM-TiHy) werden diese komplexen Fragestellungen interdisziplinär und synergistisch untersucht.



Abb. 46: Mit *Penicillium roqueforti* (links) bzw. *Monascus ruber* (rechts) verschimmelte Maissilage (Fotos: J. Ostertag, ITE)

## Methoden

Bei Partner ILT wurden semi-kontinuierliche Durchflussversuche in Versuchsfermentern (28 Liter) mit mykotoxinbelasteter Maissilage und einer Kontrolle durchgeführt. Das Inokulum stammte von einer Mono-Maissilage Vergärung mit relativ niedrigen Spurenelementgehalten. Das Substrat wurde durch Partner ITE mit *Monascus ruber* bzw. *Penicillium roqueforti* beimpft und nach einer Anfahrphase mit unbelasteter Maissilage ab Versuchstag (VT) 64 zugeführt. Bei steigender Raumbelastung wurde die Prozessstabilität geprüft.

Vom Inokulum und vor jeder Raumbelastungssteigerung wurden Proben für molekularbiologische Untersuchungen gezogen. Für die Analysen wurde ein spezifisches funktionelles Primersystem für die Untereinheit A des Methyl-Coenzym M-Reduktase Gens (*mcrA/mrtA*) eingesetzt, das Schlüsselenzym der Methanproduktion der methanogenen Archaeen.

Über Direkt-PCR-Klonierung und Sequenzierung wurden die Gesellschaftszusammensetzung methanogener Archaeen und eventuelle Veränderungen nach Zugabe von verschimmeltem Substrat untersucht. Die Analysen erfolgten auf DNA-Ebene zur Verifizierung der Präsenz und parallel dazu (nach Umschreiben der mRNA in cDNA) auf cDNA-Ebene zur Evaluierung der (transkriptionellen) Aktivität der methanogenen Archaeen am VT 85 (Start), VT 134 bzw. 148 (stabiler Betrieb) und VT 155 bzw. 176 (Prozesszusammenbruch, Abbildung 47).

Weiterhin wurden die Methanogenen mittels quantitativer Echtzeit-PCR (qPCR) in den Gärgemisch-Proben quantifiziert. Die Aktivität der betrachteten methanogenen Biozöosen wurde über RNA-Extraktion und die Quantifizierung ihrer Transkripte (RT-qPCR, Analyse von cDNA bzw. mRNA) bestimmt. Mit diesen Daten wurden Aktivitätsparameter wie das *mcrA/mrtA*-cDNA/DNA- (Transkript/Gen-) Verhältnis und der Metabolische Quotient (MQ) berechnet.

Der MQ setzt die spezifische methanogene Aktivität ( $SMA_{akt}$ ) zum betrachteten Zeitpunkt ins Verhältnis zu einer in einer großen Studie zuvor ermittelten Standard-SMA ( $SMA_{Std}$ ;  $MQ = SMA_{akt} * SMA_{Std}^{-1}$ ). Ein Anstieg des MQ in den Bereich 3 – 4 (rote Linien in Abbildung 1) wird als Stressmetabolismus der methanogenen Archaeen angesehen. Ein anschließendes (meist starkes) Absinken des MQ indiziert die Inaktivierung der Methanogenen. Bei MQ-Werten  $< 0,1$  ist die SMA stark gehemmt oder die Methanogenen sind unterfordert.

Die Untersuchungen zu den Konzentrationen und dem Metabolismus der Mykotoxine erfolgten durch Partner TUM-TiHy. Sie sind nicht Gegenstand des vorliegenden Berichts.

## Ergebnisse

Im Verlauf der Raumbelastungssteigerung (Abbildung 47) zeigte sich zuerst für die Fermenter eine Prozessstörung, die mit *Monascus ruber* Silage gefüttert wurden. Die Varianten mit *Penicillium roqueforti* liefen etwas länger und die Kontrolle am längsten stabil. Im Maximum wurden für die Pilzvarianten etwas geringere Methanproduktivitäten (ca.  $0,5 \text{ NL CH}_4 * L_{FM}^{-1} * d^{-1}$ ) als für die Kontrolle (ca.  $0,6 \text{ NL CH}_4 * L_{FM}^{-1} * d^{-1}$ ) gemessen, die besonders zum Abbruch der Versuche hin auch effizienter und stabiler lief ((Abbildung 47); s. a. ILT-Jahresbericht 2015).

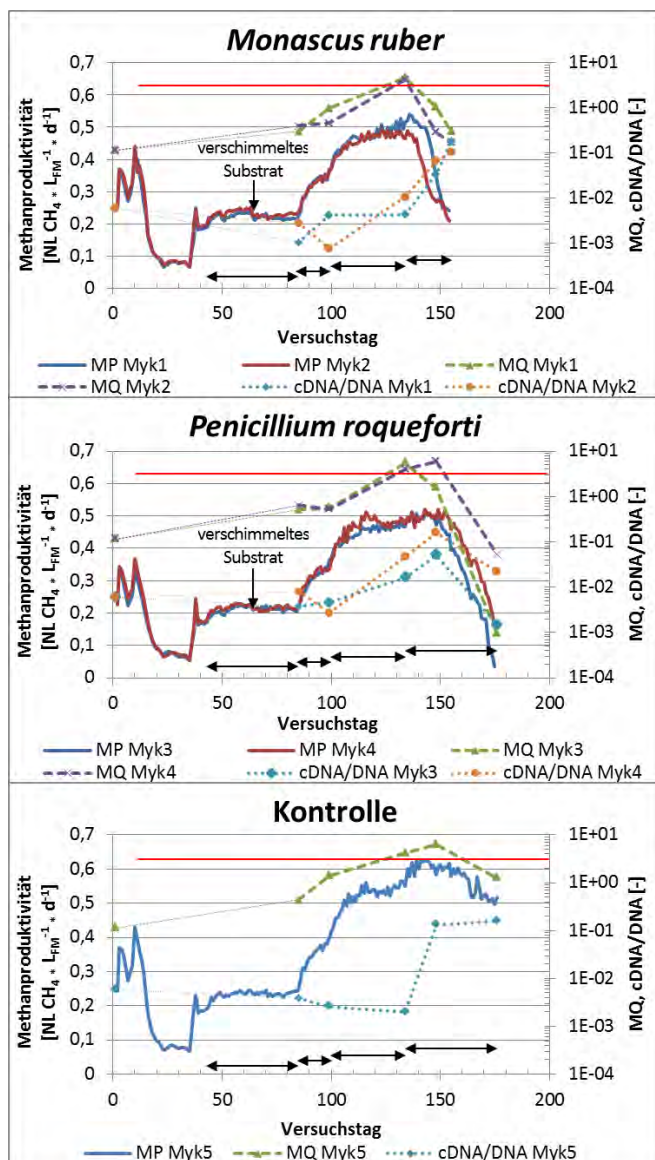


Abb. 47: Methanproduktivität (MP), MQ und *mcrA/mrtA*-cDNA/DNA-Verhältnis in den mit verschimmelter Maissilage betriebenen Laborfermentern (Myk1-Myk4) und in der Kontrolle (Myk5)

MQs insbesondere in den Schimmelsubstrat-Varianten als Symptom einer Inaktivierung der Methanogenen stark zurück (Abbildung 47). Die Ergebnisse auch dieser Untersuchung bestätigen die schon in anderen Vorhaben festgestellte besondere Eignung des MQ als Frühwarnsystem vor Prozessstörungen auch für den Praxisbetrieb von Biogasanlagen.

Die *mcrA/mrtA*-cDNA-Konzentration erhöhte sich zunächst mit der steigenden  $BR_{org}$ . Damit stieg das *mcrA/mrtA*-cDNA/DNA Verhältnis (Abbildung 48) und zeigte mit dem steigenden Substratangebot eine erhöhte transkriptionelle Aktivität der Methanogenen an.

Molekularbiologisch wurden die Fermenter auf den MQ und das *mcrA/mrtA*-cDNA/DNA-Verhältnis hin untersucht (Abbildung 47). Für das Inokulum wurde bis zum Versuchstag (VT) 64 aufgrund einer geringen und diskontinuierlichen Fütterung ein niedriger MQ (ca. 0,1) gemessen. Im stabilen Betrieb lag der MQ im normalen Bereich zwischen 0,3 und 1. Mit steigender organischer Raumbelastung ( $BR_{org}$ ; schwarze Doppelpfeile in (Abbildung); von links nach rechts: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0  $kg_{oTS} \cdot m^{-3} \cdot d^{-1}$ ) stieg auch der MQ in allen Varianten, *mcrA/mrtA*-Konzentration blieb aber während des ganzen Versuchs auf relativ niedrigem Niveau (etwa  $10^7$  Kopien  $\cdot mL^{-1}$ ) in allen Varianten annähernd konstant. Die Methanogenen konnten sich also wegen einer unterlagerten Limitierung wahrscheinlich von Spurenelementen in allen Fermentern nicht nennenswert vermehren. Sie wurden im untersuchten Zeitraum aber auch nicht ausgeschwemmt, was bei einer hydraulischen Verweilzeit von etwa 148 d bei der maximal applizierten  $BR_{org}$  ( $2,0 kg_{oTS} \cdot m^{-3} \cdot d^{-1}$ ) auch unwahrscheinlich war. Bei der  $BR_{org}$  von  $1,5 kg_{oTS} \cdot m^{-3} \cdot d^{-1}$  erreichten die MQs mit Werten  $> 4$  ihre Maxima (Abbildung 47)) und indizierten damit die folgenden Prozessstörungen bereits etwa 2 Wochen vor Einbruch der Biogasproduktion. Hier gingen die



Nach dem Einbruch der Biogasproduktion sank das in allen Fermentern vergleichsweise niedrige Transkript/Gen-Verhältnis im Messzeitraum nur in der Variante mit *Penicillium roqueforti*.

Das weist auf einen verschiedenen Angriffspunkt der Pilztoxine hin: Bei den *Penicillium roqueforti* Varianten zeigte sich eine sinkende Methanproduktivität bei sinkendem *mcrA/mrtA* cDNA/DNA Verhältnis. Der Angriffspunkt der Pilztoxine könnte also die Transkription der Methyl-Coenzym M-Reduktase gewesen sein, wodurch die Expression des Schlüsselenzyms der Methanogenese und damit die Methanproduktion gehemmt wurde.

Der Angriffspunkt der *Monascus ruber* Mykotoxine schien eher ein Energie-generierendes System der Methanogenen gewesen zu sein wie z.B die Heterodisulfid-Reduktase (HDR), die durch Aufbau eines Protonengradienten für die ATP-Gewinnung eine wichtige Rolle spielt. Hier könnte der systemische Aktivitätsverlust zum Einbruch der Methanproduktivität geführt haben, obwohl die Transkription von *mcrA/mrtA* nicht beeinträchtigt war. Diese Phänomene sollten in nachfolgenden Experimenten näher untersucht und die Hypothesen verifiziert werden.

Abbildung 48 zeigt die Gesellschaftszusammensetzung der methanogenen Archaeen auf DNA- und cDNA-Ebene etwa 20 Tage nach der ersten Zugabe der verschimmelten Silagen (VT 85), im stabilen Betrieb (VT 134 bzw. 148) und im Prozesszusammenbruch (VT 155 bzw. 176) sowie der Kontrolle zu den entsprechenden Versuchszeiten.

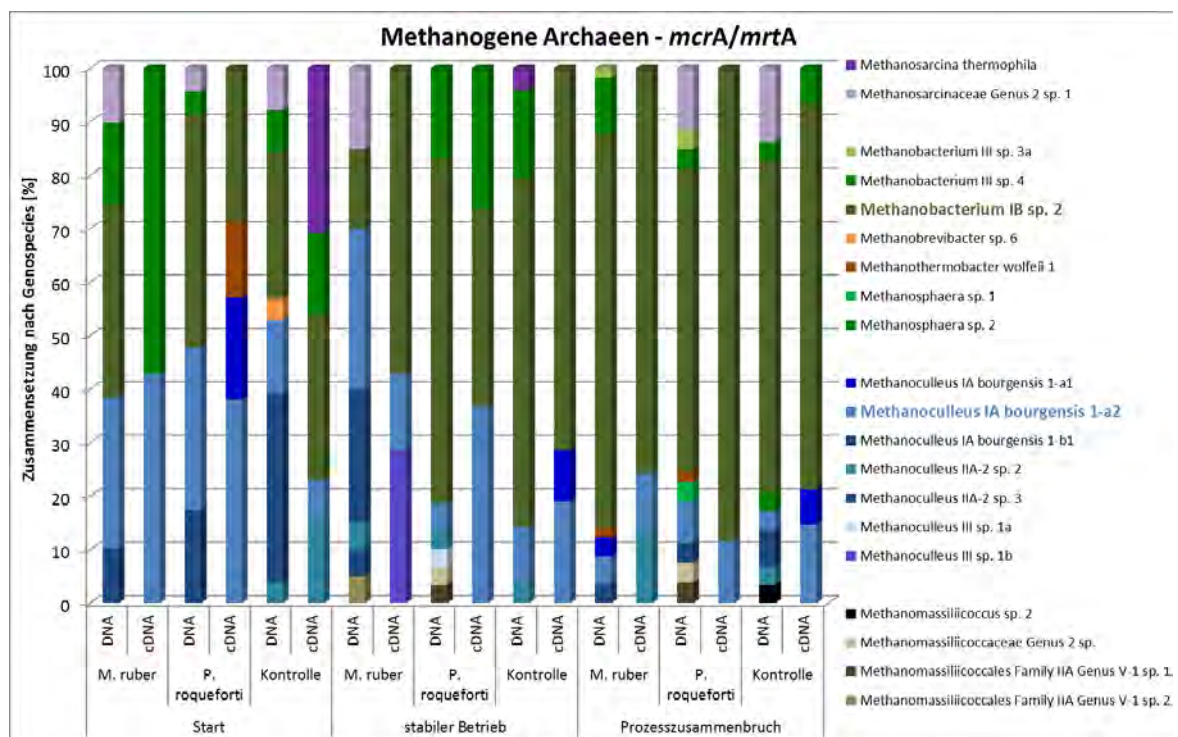


Abb. 48: Analyse der Gesellschaftszusammensetzung methanogener Archaeen auf DNA- und cDNA-Ebene in den Fermentern Myk1/2 (*Monascus ruber*), Myk3/4 (*Penicillium roqueforti*) und der Kontrolle (Myk5) zu verschiedenen Prozesszuständen

In allen Analysen waren strikt hydrogenotrophe ( $H_2$ -verwertende) methanogene Archaeen der Familien *Methanobacteriaceae* und *Methanomicrobiaceae* dominant. Methylotrophe (*Methanosphaera* spp.) und acetoklastische (Acetat-spaltende) Methanogene der Familie *Methanosarcinaceae* waren nur vereinzelt und eher zu Versuchsbeginn nachzuweisen.

Im stabilen Betrieb und im Prozesszusammenbruch waren sie in der aktiven Fraktion (cDNA-Ebene) nicht mehr zu finden. Die zu Versuchsbeginn noch stärker auftretenden *Methanoculleus* spp. (strikt hydrogenotroph) gingen mit zunehmender  $BR_{org}$  zurück. Dafür trat die Genospecies IB sp. 2 der Gattung *Methanobacterium* (strikt hydrogenotroph) immer stärker auf und war zu Versuchsende in allen Varianten auch in der aktiven Fraktion praktisch ausschließlich dominant (Abbildung 47).

Auch in anderen Untersuchungen wurden Vertreter der Gattung *Methanobacterium* in stark belasteten bzw. gestressten Prozesszuständen als dominante Population nachgewiesen. Sie gelten daher als Bioindikatoren für einen solchen Betriebszustand. Für die Praxis ergibt sich, dass ein Profil mit Dominanz der genannten *Methanobacterium* spp. den Betreiber zur Vorsicht mahnt. Der Prozess in seinem Fermenter ist stark belastet, möglicherweise sogar schon überlastet. Die Ursachen sollten ergründet und entsprechende Gegenmaßnahmen ergriffen werden.

Hinsichtlich des Einflusses der unterschiedlich verschimmelten Silagen ließ sich kein differenzierender Einfluss auf die Zusammensetzung der Gesellschaftsstruktur methanogener Archaeen feststellen (Abbildung 48). Es wird nun noch geprüft, ob ein solcher Einfluss auf die Gesellschaftsstruktur der *Bacteria* erkennbar ist, die ja der Methanogenese vorgelegerten Prozesse des Substratabbaus (Hydrolyse/Primärfermentation, Sekundärfermentation) durchführen.

Aktuell wird der Einfluss von zwei verschiedenen *Aspergillus* Stämmen auf den Biogasprozess in Laborfermentern getestet und parallel molekularbiologisch untersucht.

Projektleitung: Dr. M. Lebuhn  
Projektbearbeitung: B. Munk, V. Dollhofer, E. Madge-Pimentel  
Projektdauer: 2013-2016  
Finanzierung: BayStMELF & BayStMWi  
Projektpartner: ILT2a, ITE1b, TUM Lehrstuhl für Tierhygiene

## 2.4.10 NIR-Technologie zur Bestimmung der Backqualität

### Einleitung

Die spektroskopischen Schnellverfahren, insbesondere die Nahinfrarot-Spektroskopie (NIRS), haben in den letzten Jahrzehnten einen festen Platz bei der Untersuchung von Getreide, Mehl, Schrot und Ölsaaten eingenommen. Sie zeichnen sich durch einen hohen Probandurchsatz mit minutenschneller Analytik aus. Dieses Verfahren findet dementsprechend Anwendung im Getreidehandel und in Mühlen zur Qualitätsprüfung, Protein- und Feuchtebestimmung. Allein in Deutschland sind etwa 2.500 Geräte im Einsatz.

Ein weiterer Vorteil liegt in der simultanen Bestimmung mehrerer Parameter und einer zerstörungsfreien Messung. Die Nahinfrarot-Technologie bietet jedoch noch mehr Potential z.B. bei Fragen zur Backqualität: Hier ist die Bewertung von Weizenpartien im Lauf der letzten Jahre zunehmend schwieriger geworden, da der unmittelbare Zusammenhang zwischen Proteingehalt und der Backqualität nicht immer für alle Sorten zutrifft (Abbildung 49).



Abb. 49: Bestimmung von Backeigenschaften: Semmeln aus einem Backversuch mit verschiedenen Weizensorten

### Zielsetzung

Mit Hilfe der Nahinfrarot-Technologie sollten die Möglichkeiten und Grenzen einer schnellen Qualitätsbeurteilung der Klebereigenschaften von Mehl und ganzen Getreidekörnern untersucht werden, um die Qualitätsbeurteilung großer Probenzahlen zu ermöglichen. Dabei sollen neben den etablierten Parametern auch für den Backprozess wichtigen Kriterien, wie z.B. der Feuchtkleber, die Sedimentation, die Back- und Teigeigenschaften, das Backvolumen, die Wasseraufnahme, die Fallzahl und der Mineralstoffgehalt untersucht werden.

### Durchführung

Ganze Weizenkörner und die entsprechenden Mehle wurden im Wellenlängenbereich von 1108 bis 2492 nm gemessen. Durch die aufgenommene Lichtenergie werden, in Abhängigkeit von chemischen Strukturen und organischen Inhaltsstoffen der Probenmatrix, Kombinations- und Oberschwingungen der OH-, NH- und CH-Bindungen ausgelöst. Mit Hilfe einer geeigneten, bei AQU 2 entwickelten Kalibration kann nun auf die Menge der Inhaltsstoffe geschlossen werden.

### Ergebnisse

Eine wesentliche Grundlage der Backfähigkeit des Weizens ist die Funktionalität des Weizenklebers wie dem Wasserbindungsvermögen und die visko-elastischen Eigenschaften mit der Fähigkeit zur Bildung einer dreidimensionalen Teignetzstruktur. Entsprechend

bedeutsam ist die qualitative und quantitative Kleberbestimmung als Qualitätsparameter. Die Bildung des elastisch-plastischen Klebers beruht im Wesentlichen auf spezifischen Wechselwirkungen zwischen wasserunlöslichen Proteinfractionen, den Gliadinen und Gluteninen, die in Gegenwart von Wasser bei mechanischer Beanspruchung, über Schwefelbrücken, ein stabiles, dreidimensionales Netz aufbauen. Diese Hauptkomponenten des Klebers sind im Mehl messbar.

Während die Kalibration des Kornmaterials nur wenig zufriedenstellend war, erwies sich die Kalibration des Mehls mit einem Bestimmtheitsmaß von  $R^2 = 0,8008$  als sehr gut geeignet für die spektroskopische Schnellbestimmung und Schätzung von Kleber im Weizen (Abbildung 50).

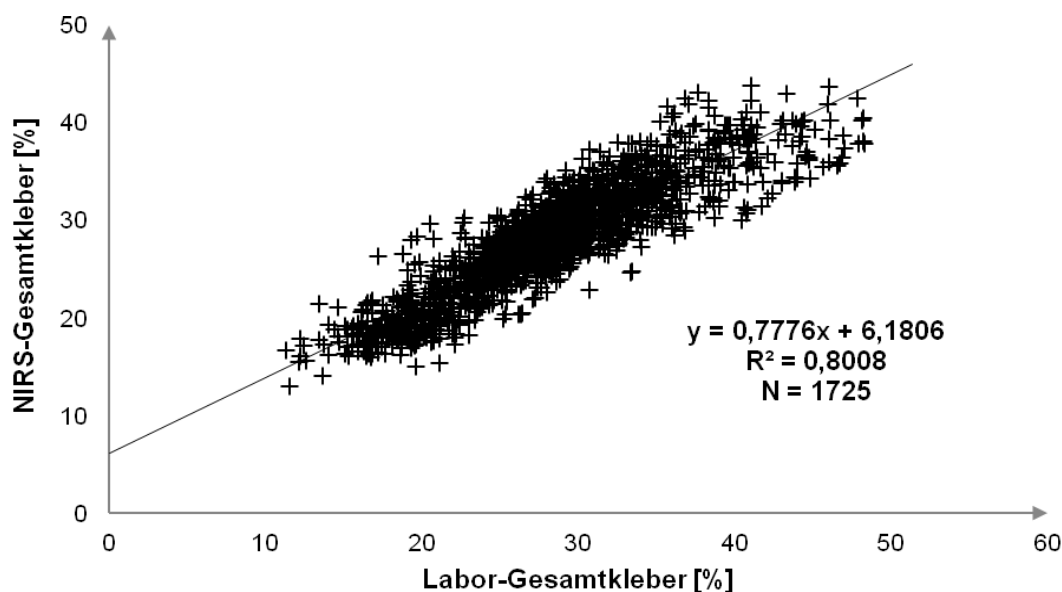


Abb. 50 : Korrelation von Klebergehalten in Weizenmehl die mittels Labor- und NIRS-Analytik bestimmt wurden.

Für Züchter ergibt sich aus den Kalibrationen von Korn und Mehl die Möglichkeit, mit dieser Methode auch Proben der frühen Generationen vermessen zu lassen. Für die Selektion werden schon zu einem frühen Zeitpunkt und ohne viel Kornmaterial mit diesen Methoden wertvolle Informationen z.B. über Protein-, Kleber- und Feuchtegehalte erhalten.

Die Vorteile der entwickelten Methode für die Züchter sind:

- Die Analytik auch großer Probenzahlen kann innerhalb kurzer Zeit durchgeführt werden
- Die Methode ist standardisierbar
- Die Laborkosten sind gering
- Die Methode ist zerstörungsfrei (bei NIR-Korn)
- Die Ergebnis-Reproduzierbarkeit ist hoch

Projektleitung: G. Henkelmann

Projektbearbeitung: S. Höck

Kooperation: Prof. Dr. C. Kuss (HSWT - Weihenstephan-Triesdorf),  
Dr. J. Rampl (Bayerischer Müllerbund), Dr. L. Hartl (IPZ 2c)

### 2.4.11 Optimierung der Knetzeit durch die Messung des Teigwiderstandes

#### Einleitung

Das Herstellen der Teige von Brot und Backwaren wurde bis Mitte bzw. Ende des 19. Jahrhunderts mit der Hand, ohne maschinelle Hilfe durchgeführt. Hier war das Handwerk im wörtlichen Sinne noch harte Arbeit. Erst im Jahr 1877 wurde ein Patent für eine Knet- und Mischmaschine erteilt, die dem Teigmacher die Arbeit erleichtern konnte. Im Lauf der Zeit wurden verbesserte Knetsysteme wie Hub-, Spiral und Wendelkneter entwickelt.

Immer war die Qualität der Backwaren auch ein Spiegelbild der guten Knetung (Abbildung 51). Unter Einbringung von Energie in den Teig, bilden die Kleberproteine Filme und Membranen aus. Gliadin und Glutenin (Eiweißbestandteile) sind dabei verantwortlich für die Dehnbarkeit und Elastizität des Teiges (Ausbildung eines Protein-Stärke-Gerüsts). Dieses Gerüst ermöglicht die von der Hefe gebildeten Gärgase festzuhalten.

Optimale Knetzeiten werden in der Regel durch das „Gefühl“ des Bäckers, durch Ausprobieren und durch die entstandenen guten oder schlechten Backergebnisse bestimmt. Da die verwendeten Getreidepartien durch die Sorten, klimatische Schwankungen, dem Anbaugbiet, unterschiedlichen Niederschlagsmengen und unterschiedlichen Böden unterscheiden, spielt in der Praxis auch die Erfahrung des Teigmachers eine große Rolle.

#### Zielsetzung

Die optimale Knetzeit für Weizenmehle ist für die Praxis, aber auch für das Laborversuchswesen, von erheblicher Bedeutung. Durch die Bestimmung des Knetoptimums lassen sich neue Züchtungen im Vergleich zu alten Sorten oder Ökosorten mit konventionell angebauten Sorten besser beurteilen. Dieses Ziel der Bestimmung der optimalen Knetzeit für Mehle sollte im Rahmen einer Bachelorarbeit von R. Friedrich (2015) durch die Messung der im Kneter erforderlichen Kraft, d. h. des Widerstands eines beliebigen Teiges, erfolgen.

#### Durchführung

Gemessen wurde die Widerstandsmessung im Teig durch die Stromaufnahme (Ampere). Zuerst wurde ein Referenzlauf mit einer Knetzeit von 6 Minuten mit einem bestimmten Kneter durchgeführt. Anschließend wurden die Messwerte des Referenzlaufes nach Excel exportiert und ein Diagramm erzeugt. Die Bestimmung der optimalen Knetzeit wurde durch Auswertung des Rapid-Mix-Tests (RMT) überprüft.

Da zu Beginn des Knetvorgangs sehr viele Schwankungen der Messwerte nicht zu verhindern sind, wurde ein gleitender Durchschnitt mit zwölf Werten erzeugt. Dieser glättet die Kurve und hilft, den Zeitpunkt genauer zu bestimmen, an dem diese erstmals eine negative Steigung aufweist. Der Punkt an dem die Kurve ihr Maximum erreichte, wurde als Zeitpunkt der bestmöglichen Klebnetzausbildung bzw. das Ende der Teigentwicklung ange-



Abb. 51: Backzutaten für den Rapid-Mix-Test (RMT) zur Bestimmung der Backqualität von Mehlen

sehen. An diesem Punkt wurde in das erzeugte Diagramm eine vertikale Gerade gezeichnet und die bis dahin benötigte Knetzeit bestimmt.

Zusätzlich wurde ein zweiter Zeitpunkt bestimmt, welcher zur Überprüfung des als optimal bestimmten Zeitpunktes und der Teigstabilität dient (=Kontrollteig). Somit entsteht ein Diagramm des Referenzlaufes mit zwei durch Geraden gekennzeichneten Zeitpunkten (Abbildung 52). Es wurden pro zu untersuchendem Mehl drei Teige hergestellt (Tabelle 15). Der Referenzteig wurde zunächst immer mit 6 Minuten gemessen.

Der zweite Teig wurde nach Bestimmung des Knetoptimums nochmals als Bestätigung des Knetoptimums gemessen, und ein weiterer, gleicher Teig wurde als sogenannter „Kontrollteig“ deutlich überknetet, um die Teigstabilität zu bestimmen. Beim Kontrollteig ist das Gebäckvolumen meist geringer als bei dem Teig mit der als optimal bestimmten Knetzeit. Die Brötchen des Referenzlaufes sollten das geringste Gebäckvolumen aufweisen.

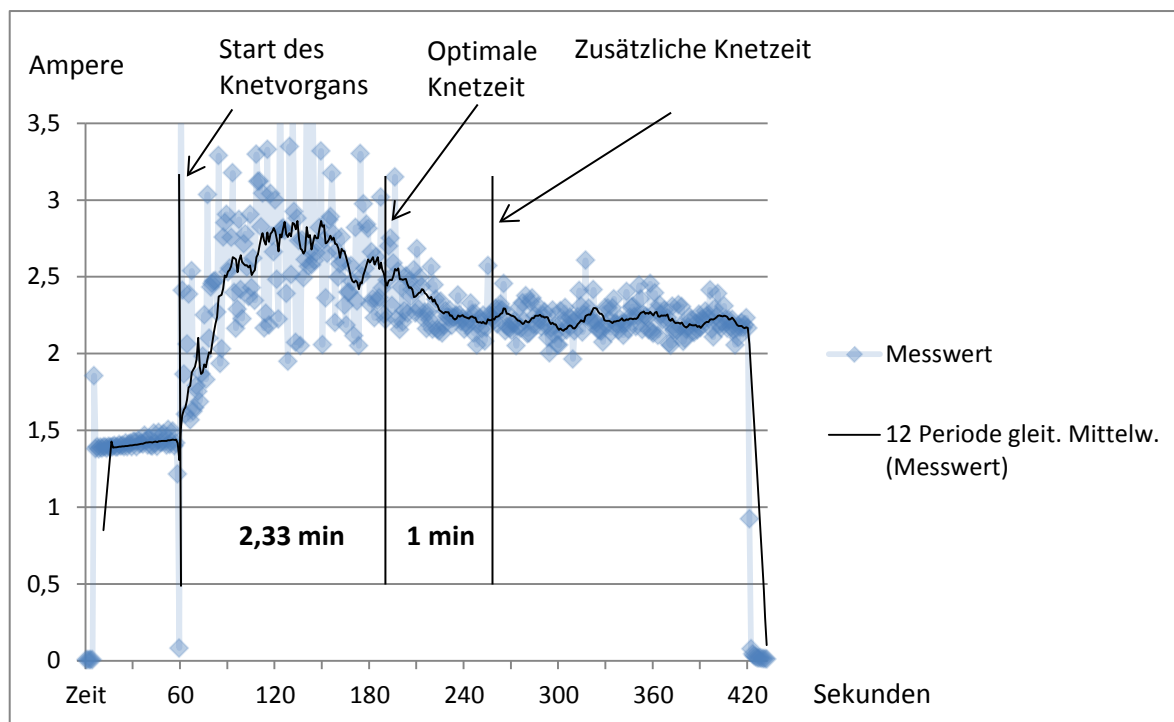


Abb. 52: Beispiel eines Knetdiagramms (Widerstandsmessung, Knetenergie) mit abgeleiteter optimaler Knetzeit. Dargestellt sind Einzelmesswerte sowie der gleitende Mittelwert aus 12 Messungen

## Ergebnisse

### Versuchsergebnisse der Sorte Kometus (A-Weizen)

Beim Referenzlauf der Sorte Kometus (Abbildung 52) lag der Zeitpunkt, an dem die Kurve (gleitender Mittelwert) eine deutliche negative Steigung aufwies, bei einer Knetzeit von 2 Minuten und 30 Sekunden. Dieser subjektiv ermittelte Zeitpunkt ist das Ende der Teigentwicklung und entspricht somit der optimalen Knetzeit. In einem weiteren Durchlauf wurde ein Teig mit einer Knetzeit von 2 Minuten und 30 Sekunden (optimale Knetzeit) hergestellt und das RMT-Volumen bestimmt.

Dieser Teig zeigte in dem anschließenden Backversuch ein Gebäckvolumen von 7.260 ml für den Teig mit der optimierten Knetzeit und 6.700 ml für den überkneteten Kontrollteig. Der Teig mit der optimierten Knetzeit wies das höchste Gebäckvolumen auf (Tabelle 2).

Zur Prüfung der prinzipiellen Eignung der Widerstandsmessung zur Bestimmung der optimalen Knetzeit bei Weizensorten bzw. Qualitätsgruppen wurden zwei repräsentative A-Weizensorten und ein C-Weizen gewählt.

*Tab. 15: Verwendete Weizensorten. Es wurden Weizensorten der Type 550 und ihre zugehörigen Qualitätsstufen verwendet.*

Weizensorte	Qualitätsgruppe
Akteur	E-Weizen
Julius	A-Weizen
Standardmehl	E/A-Weizen
Meister	A-Weizen
Kometus	A-Weizen
Rumor	B-Weizen
Colonia	B-Weizen
Hermann	C-Weizen

### Versuchsergebnisse der Sorte Meister (A-Weizen)

Der Referenzlauf der Weizensorte Meister mit den ermittelten optimalen Knetzeiten zeigte eine deutlich negative Steigung der Kurve bei einer Knetzeit von 2 Minuten und 40 Sekunden (Abbildung 52). Dieser grafisch ermittelte Zeitpunkt entsprach annähernd dem Ergebnis der A-Weizensorte Kometus, d.h. mit der Widerstandsmessung liefern vergleichbare Weizensorten und Teige vergleichbare Ergebnisse. Für alle drei Teige wurde das RMT-Volumen ermittelt: Der Referenzteig hatte ein Gebäckvolumen von 5.820 ml, der Teig mit der optimalen Knetzeit ein Volumen von 5.990 ml und der Kontrollteig ein Gebäckvolumen von 5.650 ml (Tabelle 16). Wie beim A-Weizen der Sorte Kometus steigerte auch bei der Sorte Meister die Anwendung der berechneten optimalen Knetzeit das Gebäckvolumen.

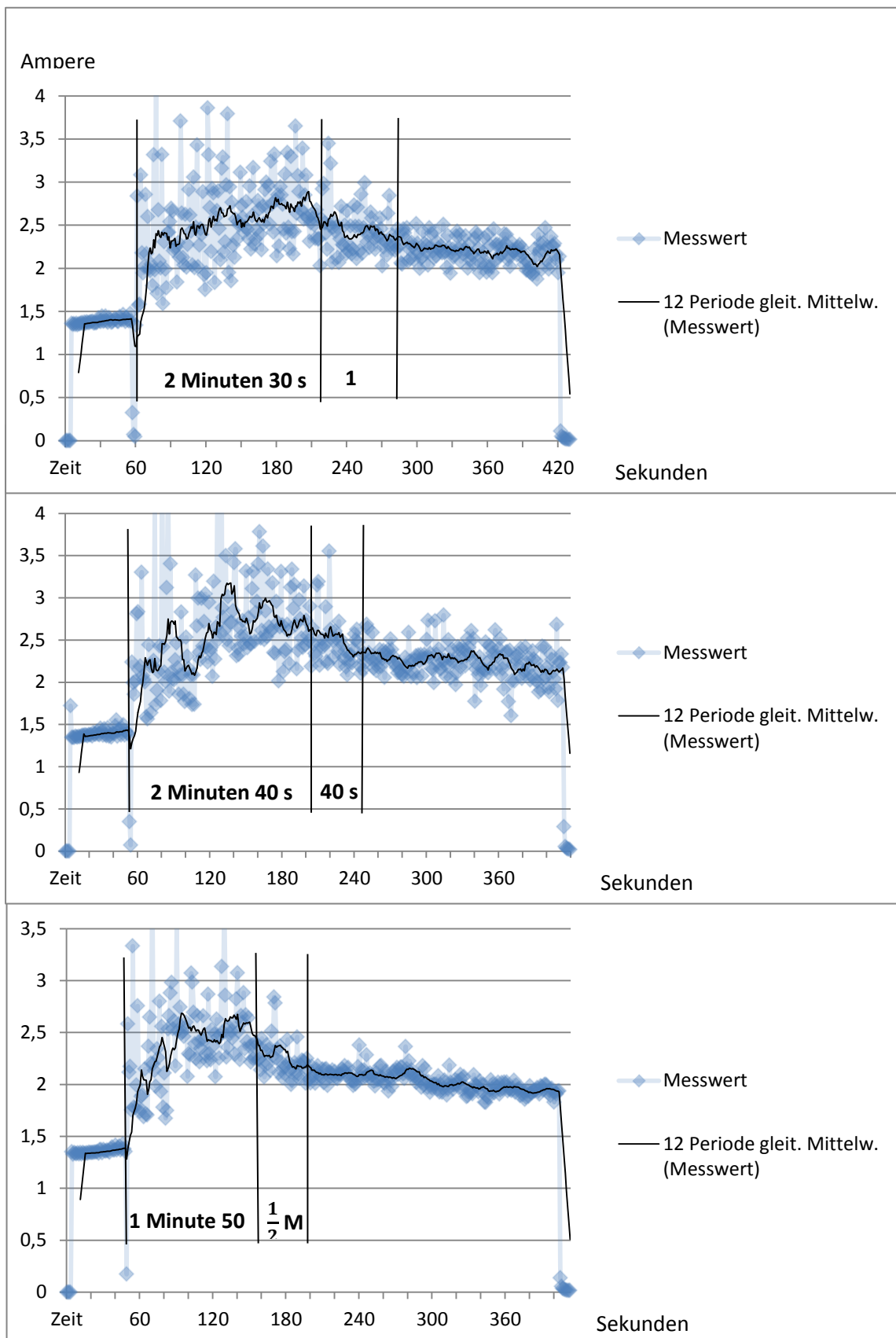


Abb. 53: Knetdiagramme (Widerstandsmessung - Stromstärke) mit abgeleiteter optimaler Knetzeit für die Weizensorten Kometa (oben), Meister (Mitte) und Hermann (unten). Dargestellt sind Einzelmesswerte sowie der gleitende Mittelwert aus 12 Einzelmessungen



Tab. 16: Ergebnisse des Rapid-Mix-Tests (RMT) zur Bestimmung der Backqualität in Abhängigkeit zu Knetzeiten für die Weizensorte Kometus, Meister und Hermann. Die optimale Knetzeit wurde durch Widerstandsmessungen bestimmt

	<b>Knetzeit</b>	<b>Teigtemperatur</b>	<b>Gebäckvolumen</b>	<b>Teigbeschaffenheit</b>
<b>Kometus</b>				
Referenzteig	6 min	29° C	7.080 ml	Trockener Teig, normaler Stand
Teig mit optimaler Knetzeit	2 min 30 s	28° C	7.260 ml	Leicht feuchter Teig, guter Stand
Kontrollteig	3 min 30 s	28° C	6.700 ml	Trockener Teig, guter Stand
<b>Meister</b>				
Referenzteig	6 min	28° C	5.820 ml	Sehr feuchter Teig, schlechter Stand
Teig mit optimaler Knetzeit	2 min 40 s	28° C	5.990 ml	Sehr feuchter Teig, schlechter Stand
Kontrollteig	3 min 20 s	28° C	5.650 ml	Feuchter Teig, schlechter Stand
<b>Hermann</b>				
Referenzteig	6 min	26° C	4.400 ml	Feuchter Teig, sehr schlechter Stand
Teig mit optimaler Knetzeit	2 min 10 s	23° C	3.970 ml	Sehr feuchter Teig, schlechter Stand
Kontrollteig	3 min 10 s	25° C	3.990 ml	Sehr feuchter Teig, schlechter Stand

### Versuchsergebnisse der Sorte Hermann (C-Weizen)

In der Gruppe der C-Weizen befinden sich meist Weizensorten, die sich back-technisch nicht oder nur schlecht eignen. Sie werden, wie z.B. die Sorte Hermann, als Futter- oder Brauweizen eingesetzt. Eine bewährte Standfestigkeit, zuverlässige Kornerträge in allen Lagen und eine hohe Resistenz zeichnen diese Sorte aus.

Der Rohprotein- und Feuchtkleberanteil ist geringer als in der Gruppe der A und E-Weizen. Der Sedimentationswert ist sehr gering und somit auch die Qualität bzw. Quellfähigkeit der Kleberproteine. Eine geringe Fallzahl und damit einhergehend hohe Enzymaktivität im Mehl sprechen zusätzlich für schlechte Backeigenschaften. Dennoch wurde dieser C-Weizen verwendet, um die Methode der Knetoptimierung zu prüfen und die optimale Knetzeit zu ermitteln (Abbildung 53).

Bei dieser Weizensorte lag der Zeitpunkt, an dem die benötigte Stromaufnahme des Knetters eine deutlich negative Steigung aufweist, bei einer Minute und 50 Sekunden (optimale Knetzeit). Weitere 30 Sekunden später, flacht die Kurve erkennbar ab und behält den leichten dauerhaften Abfall des Knetwiderstandes bei.

Von den untersuchten Weizensorten, wies der Referenzteig dieser Sorte das schlechteste Gebäckvolumen auf, was aufgrund der schlechten Werte für die Fallzahl und den Sedimentationswert zu erwarten war. Die Teigentwicklungszeit war die kürzeste aller unter-

suchten Sorten: Dies bestätigt die Beobachtung, dass die Teigentwicklungszeit bei schlechteren Weizensorten bzw. Qualitätskriterien, kürzer ist. Der schlechte Sedi-Wert machte sich vor allem bei der Oberflächenbeschaffenheit der Teige bemerkbar, da die Teige sehr feucht und damit auch schlecht für den RMT aufzuarbeiten waren.

Das bei optimaler Knetzeit erreichbare Gebäckvolumen lag im Bereich des Referenz- und Kontrollteigs. Dass hier nicht das maximale Gebäckvolumen bei der optimalen Knetung erreicht wurde, scheint daran zu liegen, dass bei Mehlen mit schlechten Klebereigenschaften die Verquellung der restlichen Mehlbestandteile wie der Stärke oder auch den Ballaststoffen, eine genauso wichtige Rolle wie die Klebereigenschaften spielen. Daher brauchen diese Teige für die Strukturbildung oft länger zum Quellen. Das zunächst beim maximalen Widerstand nur außen anhaftende Wasser benötigt Zeit, um in die Klebergerüste eingelagert zu werden. Solche Teige können dann sogar ein um etwa 10% höheres Gebäckvolumen erreichen.

### **Zusammenfassung**

Der Knetprozess hat bei der Herstellung von Weizenteigen eine sehr große Bedeutung, da bei diesem die für den Backprozess benötigten Eiweiß-Stärke-Gerüstverbindungen gebildet werden. Die in dieser Arbeit untersuchte Methode zur Bestimmung der optimalen Knetzeit, beruht auf dem Prinzip der Widerstandsmessung des Teiges. In den aufgezeichneten Diagrammen (Stromstärke) konnte die Teigentwicklungszeit sowie die Teigerweichung grafisch ermittelt werden. Das Ende der Teigentwicklungszeit wird als optimale Knetzeit betrachtet.

Für verschiedene Weizensorten der Qualitätsgruppen A, B und C wurden so die optimalen Knetzeiten bestimmt und nach einem Rapid-Mix-Test aufgearbeitet und abgebacken. Oft korreliert die optimale Knetzeit, insbesondere bei A und E-Weizen Sorten, auch mit einem hohen Gebäckvolumen. Nur bei sehr schlechten Weizensorten spielt eine längere Quellzeit oft eine positive Rolle für das Backvolumen.

Für gute Backweizensorten hat sich jedoch das Messsystem gut bewährt: hier sollten die Knetzeiten optimiert werden.

Die Berücksichtigung der optimalen Knetzeit könnte auch den züchterischen Erfolg voranbringen. Eine konstante Knetzeit, wie sie im Rapid-Mix-Test vorgegeben ist, unterschätzt oft die Qualität und das Backvolumen von ökologisch angebauten Sorten. Durch die Optimierung der Knetzeiten könnten die Sorten besser verglichen werden und die Backeigenschaften wesentlich besser differenziert werden.

### **Literatur**

Friedrich, René (2015); Bachelorarbeit zum Thema: „Optimierung der Knetzeit durch Messung des Knetwiderstandes“

Projektleitung: G. Henkelmann  
Projektbearbeitung: R. Friedrich  
Projektdauer: 2015  
Kooperation: Prof. Dr. C. Kuss, Prof. Dr. F. Werner  
(HSWT - Weihenstephan-Triesdorf),  
Dr. L. Hartl (IPZ 2c)

### 2.4.12 Untersuchungen zur Qualität tierischer Produkte

Der Aufgabenbereich AQU 3b beschäftigt sich mit der Analytik tierischer Produkte: Die Untersuchungen konzentrieren sich auf verschiedene Fleischqualitätsparameter. Im Vordergrund steht dabei die Analyse des Intramuskulären Fetts (IMF), also der Fettfraktion, die im Muskelfleisch eingelagert ist und gemeinhin als Marmorierung bezeichnet wird. Der Gehalt an intramuskulärem Fett korreliert als Leitparameter direkt mit verschiedenen Fleischqualitätsmerkmalen wie Geschmack, Zartheit, Aroma und Wasserbindungsvermögen. Beim Schwein liegt der angestrebte IMF-Gehalt bei 2,3 bis 2,5 %, beim Rindfleisch sollte er mindestens bei 3,5 % liegen. Spezielle Fleischrassen wie Angus, Wagyu) oder Kobe-Rinder haben deutlich erkennbare IMF-Gehalte bis zu 10 %. Der Kilo-Preis für ein Rippenstück, wie in Abbildung 54 dargestellt, liegt bei ca. 120 €. Das Filet vom Wagyu Rind hat einen Kilopreis bis zu 450 Euro und gilt unter Feinschmeckern als wahre Sensation.



Abb. 54: Extrem marmoriertes Fleisch vom Wagyu – Rind

Neben dem IMF-Gehalt spielt beim Schweinefleisch als Qualitätskriterium die Bestimmung des Tropfsaftverlustes unter Schutzgas-Atmosphäre eine bedeutende Rolle. Hier wird der Wasseraustritt beim Schweinefleisch analysiert, der während der Lagerung unter Schutzgasatmosphäre erfolgt. Diese Form der Lagerung findet im Lebensmitteleinzelhandel vornehmlich bei Discountern statt. Durch den hohen Kohlenstoffdioxidgehalt in der Verpackung wird die Haltbarkeit der Waren verlängert.

Für die Arbeit der Leistungsprüfungsanstalten (LPA) in Grub und Schwarzenau wurden im Berichtsjahr 2015 bei 7.772 Proben der IMF-Gehalt analysiert (LPA Grub 3963 Proben, LPA Schwarzenau 3.809 Proben). Bei den Proben aus der LPA Grub wurde zusätzlich der Tropfsaftverlust bestimmt. Die IMF-Bestimmung wurde mittels Nahinfrarot-Reflexionsspektrometrie (NIRS) durchgeführt. Die Absicherung der NIRS-Ergebnisse erfolgte bei 571 Proben mittels nasschemischer Referenzanalytik (Abbildung 55), Soxhletextraktion mit Petrolbenzin und vorangeschalteter Hydrolyse mit 4 M Salzsäure).



Abb. 55: Soxhlet-Extraktionsapparaturen für die Referenzanalytik. Die klassische Fettbestimmung dient der Absicherung der IMF-Untersuchung mittels NIRS

Bei Rindfleisch wurde zusätzlich zum IMF Gehalt die Zartheit bestimmt. Nach 14 tägiger Lagerung im Umluft-Kühlschrank wird das Rindfleisch unter standardisierten Bedingungen gegart bzw. gegrillt und bei 10 Teilproben pro

Scheibe am Instrongerät die Scherkraftaufwendung vermessen. Die Teilstückchen werden so präpariert, dass die Muskelfasern im Fleisch senkrecht von der stumpfen Schneide durchtrennt werden. Je weniger Kraft hierbei aufzuwenden ist, umso zarter ist das Fleisch.

Für die Institute für Tierzucht (ITZ) bzw. Tierernährung und Futterwirtschaft (ITE) wurden 143 Proben auf IMF, Zartheit, Lager- und Grillsaftverlust (LGV) sowie Fleischfarbe untersucht. Bei 70 Angus-Rindern wurde die Fettzusammensetzung untersucht. Insbesondere die einfach und mehrfach ungesättigten Fettsäuren einschließlich der Omega-3-, Omega-6- und der konjugierten Fettsäuren waren von Interesse. Insgesamt wurden mehr als 3.100 Fettsäuren qualitativ und quantitativ analysiert.

Das Institut für Fischerei (IFI) erteilte Untersuchungsaufträge im Rahmen der Forellen- und Karpfenwirtschaft mit 48 bzw. 102 Proben. Es wurden die Parameter IMF-, Protein-, Wasser-, Aschegehalt und in ausgewählten Proben zusätzlich die Phosphormengen und Fettsäurezusammensetzung analysiert.

In Zusammenarbeit mit der Hochschule Weihenstephan-Triesdorf wurden 34 Färsen auf IMF-Gehalt, Zartheit, Lager- und Grillverlust sowie Fleischfarbe analysiert.

Insgesamt wurden in 8.107 Fleischproben 17.800 Einzelparameter analysiert (Tabelle 17).

*Tab. 17: Überblick über Parameter und Untersuchungszahlen im Aufgabenbereich AQU 3b, Qualität tierischer Produkte*

Tierart	Parameterzahl											
	IMF NIRS	IMF nasschem.	Fettsäuren	TSV	pH	Zartheit	LGV	Farbe	Phosphor	Protein	Wasser	Asche
<b>Schwein</b>	7772	541		3690								
<b>Rind</b>	143	33	3150		172	176	344	172				
<b>Färsen</b>	34	7			34							
<b>Lamm</b>	8											
<b>Fisch</b>	126	99	1080						24	78	78	78

### 2.4.13 Futtermittelanalytik für das Versuchswesen

Im Laborbereich von AQU 3a werden Futtermittelanalysen im Rahmen von Versuchsanstellungen und Projekten für die Institute für Tierernährung und Futterwirtschaft (ITE), Landtechnik und Tierhaltung (ILT), Tierzucht (ITZ) und mittlerweile vermehrt für das Institut für Pflanzenzucht (IPZ) sowie für das Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung in Bayern e.V. (LKP) durchgeführt.

Die Proben (Abbildung 56) stammen aus Fütterungs- und Stoffwechselversuchen, aus Versuchsanstellungen zur Konservierung von Futtermitteln sowie aus verschiedenen Monitoring-Erhebungen zur Futterqualität und zu Aufwuchs- und Grünlandverbesserungsmaßnahmen.



Abb. 56: Typische Futtermittelproben bei der Abfüllung von Teilproben für die nachfolgende Laboranalytik

Ein Analysenschwerpunkt war die Bearbeitung von Proben aus dem Projekt OptiKuh mit den Standorten Grub, Triesdorf, Achselchwang und aus der Weideschule Kringell. Von Bedeutung waren auch Proben aus Fütterungsversuchen, die sich mit der Auswirkung verschiedener Faserkomponenten bzw. Fasergehalten in der Schweinefütterung und mit abgesenkten Eiweißkonzentrationen in der Schweinemast befassten (Abbildung 57). Darüber hinaus standen Analysen im Fokus, die in Zusammenhang standen mit Faktoren zur Stressminderung beim Ferkel und Schwein, mit DON-belastetem Futter in der Ferkelfütterung und in der Schweinemast sowie im Bereich Futterqualität mit Proben aus Maßnahmen zur DON Reduzierung in Körnermais.

Weitere Analysenanfragen kamen aus den Forschungsgebieten zur Strukturversorgung beim Rind, über den Einsatz verschiedener Milchaustauscher und deren Konzentrationen beim Braun- und Fleckvieh.

Detaillierte Darstellungen zu den Versuchsanstellungen sind im Jahresbericht 2015 von ITE aufgeführt.

Im Versuchswesen wurden 2.907 Proben auf 23.760 Einzelparameter untersucht. Die zu analysierenden Parameter waren je nach Futterart und Fragestellung sehr variabel kombiniert (Tabelle 18). Bei einigen Proben wurden bis zu 35 Einzelparameter ermittelt. Sammelproben kamen bei Rinderfütterungsversuchen zur Anwendung: Wöchentlich werden von den Komponenten der Futterration Einzelproben gezogen, getrocknet, vermahlen und zu einem späteren Zeitpunkt adäquate Mischproben für die Analytik hergestellt.



Abb. 57: Analysengeräte zur Bestimmung des Fasergehalts in Futtermittelproben

Tab. 18: Übersicht über Analysenparameter und Probenmatrices bei Versuchsproben des Berichtsjahres 2015

	Weender	Zu + St Chemisch	aNDFom Chemisch	ADFom Chemisch	GB Chemisch	ELOS Chemisch	Stick- stoff	Nitrat	Nur TS	Silier- kenn- werte	Ammoniak	pH-Wert
<b>Grünfutter</b>												
Wiesen/Weidegras	59	19	7	20	19	1		12				
Grünmais	121	43	73	52	50	55		27	4	56	56	12
Klee/Kleegras	11	9		9	9			1				
Luzerne/Luzernegras	1											
<b>Gärfuttermittel</b>												
Grassilagen	167	84	80	82	85	12		2	2	58	21	10
Klee-/Kleegrassilagen	11	6	3	6	6	1				3	2	
Luzerne-/Luzernegrassilagen	1									1	1	
Maissilagen	167	76	75	59	21	75		8	6	81	58	36
CCM, MKS, LKS	128	60	26	26	18	18				87	18	4
Ganzpflanzensilagen	38	23	23	23	23	21				7	4	
Sonstige Silagen	4	4	4	4	4	4						
<b>Heu</b>												
Gras - Heu	40	11	13	15	15	4			20			
Cobs	4		3	3	1			1				1
Stroh	16	6	13	6					12			1
<b>Hauptprodukte</b>												
Getreidekörner	25	9	6	6	2							
Maiskörner	15	7	6	6	1							
<b>Nebenprodukte</b>												
Rüben- Nebenprodukte	28	8	9	9	5	5		4		25	9	
Müllerei	2	1	2	2								
Molkerei	2	1										
Brauerei	13	11	11	1						4		
Sonstige Nebenprodukte	19	13	8	8				3	1	8	8	
<b>Eiweißfuttermittel</b>												
Erbсен/Ackerbohnen	2	2										
Sojabohnen/Lupinen	23	18	4	4	1							
Extraktionsschrot	39	24	20	20	9	5						
Kuchen	3	2	1	1								
<b>Kraffutter</b>												
Kraffutter Rind	35	21	27	27	23	2						
Minfutter Rind	0								1			
Kraffutter Schwein	216	184	101	101	7	7						56
Minfutter Schwein	1											
Geflügel	2	2						1				
Pferde, Schafe	10	1										
sonstige Mischungen	423	113	108	108	106	10	1	5	54	16	16	9
<b>TMR</b>												
Gülle, Ausscheidungen	210	25	15	15			105					
Probenzahlen	2365	788	628	585	370	179	106	64	129	346	193	129

Fortsetzung Tab. 18: Übersicht über Analysenparameter und Probenmatrices bei Versuchsproben des Berichtsjahres 2015.

	Anthron- zucker	Alkohol	Mineralstoffe Paket 1 RFA	Mineralstoffe Paket 2 RFA	Selen	Aminosäuren Chemisch - 5x	Aminosäuren Chemisch - 18x	Amino- säuren NIR	Mineralstoff Chemisch 7 Elemente	Mineralstoff Chemisch Ca,P,Na	Sammel- probe	Säure- bindungs- vermögen
<b>Grünfutter</b>												
Wiesen/Weidegras			24	13					1		11	
Grünmais	56	56										
Klee/Klee gras			9									
<b>Luze rne/Luze rnegras</b>												
<b>Gärfüttermittel</b>												
Grassilagen	13	22	20	7	7				4	21	119	
Klee-/Klee grassilagen		2	5								3	
Luze rne-/Luze rnegrassilagen		1										
Maissilagen	45	63	11	3	2	5			15	16	117	
CCM, MKS, LKS		70	1			9			8	3		
Ganzpflanzsilagen		2	2	1	1							
Sonstige Silagen												
<b>Heu</b>												
Gras - Heu			3							5	28	
Cobs			2			1			2			1
Stroh			1			3			6	5	25	1
<b>Hauptprodukte</b>												
Getreidekörner						2		9		5		
Maiskörner			2			2		1		5		
<b>Nebenprodukte</b>												
Rüben- Nebenprodukte	13	16	4	3								
Müllerei			1			1			1			
Molkerei			1			1						
Brauerei			12	4	4	1						
Sonstige Nebenprodukte	1	9	4			3			3			
<b>Eiweißfüttermittel</b>												
Erbsen/Ackerbohnen						1		1				
Sojabohnen/Lupinen			11			4		10	2	1		
Extraktionsschrot			3			1		15	11	5		
Kuchen			3			1						
<b>Kraftfutter</b>												
Kraftfutter Rind			9						6	3		
Minifutter Rind									2			
Kraftfutter Schwein			34			131	42		150	23		86
Minifutter Schwein						1			1			
Geflügel						1	1		1	1		
Pferde, Schafe			2						8			
sonstige Mischungen	9	10	2			7	6		8	21	165	
TMR			2							55	436	
<b>Gülle, Ausscheidungen</b>												
			4	4					4			
Probenzahlen	137	251	172	35	14	175	50	36	232	165	904	88

## Untersuchungen im Rahmen von Projektanstellungen

Die Registrierung und Anmeldung aller Projektproben erfolgt grundsätzlich elektronisch über das webFulab-Portal des Futtermittel-Laborsystems (Abbildung 58). Die Eingabemaske bietet zahlreiche Funktionalitäten und Auswahlmenüs zur Probenanmeldung bzw. Auswahl der gewünschten Analysenparameter, die im System in Form von Prüfpaketen hinterlegt sind.

Nutzern stehen hier auch weiter gehenden Hinweise zur korrekten Probenahme, Berechnungsformeln und Futtermitteldefinitionen zur Verfügung. Das webFulab-Portal dient auch der Ergebnismitteilung vom Labor an den Auftraggeber. Die umfangreiche Dokumentation im webFulab-System liefert dem Nutzer bzw. Projektansteller unter verschiedenen Menüpunkt zahlreiche Informationen zu aktiven Projekten oder einen Überblick über alle bisher durchgeführten Projekte mit den entsprechenden Analyseergebnissen in der Futtermitteldatenbank.

Im Berichtsjahr 2015 waren im webFulab 21 aktive Projekte angemeldet (Tabelle 19). Beim Anlegen der Projektzugänge wird neben der externen Projekt-Nummer (Projekt-ID) eine individuelle Projekt-PIN vergeben. Mit dieser PIN sind die zu erwartenden Probenzahlen und die Dauer des Projektes hinterlegt.

Damit ist gewährleistet, dass eine strukturierte und transparente Probenbearbeitung im Labor erfolgen kann, bei der die Probenzahlen limitiert und die Projektlaufzeit definiert ist. Der Systemadministrator hat zudem die Möglichkeit, Projektzugänge zu sperren, wenn die eintreffenden Projektproben die geplanten und angemeldeten Probenzahlen signifikant

überschreiten. Über die Projekt-Bezeichnungen können verschiedene Auswertungen z.B. für die Dokumentation von Analysenwerten oder Untersuchungskosten gemacht werden.

Zum Angebot der LfL | Publikationen | Impressum/Datenschutz



Bayerische Landesanstalt für  
Landwirtschaft






**webFuLab - Hauptmenü**













Willkommen beim Futtermittel-Laborsystem (FuLab)

Sie befinden sich hier im Hauptmenü der Anwendung FuLab. Von hieraus können Sie die einzelnen Seiten der Anwendung aufrufen. Klicken Sie dazu auf den Text neben den Bildern.

Ein paar allgemeine Anmerkungen zur Anwendung im Vorfeld.  
In der Anwendung werden Sie an vielen Stellen folgende kleine Grafiken antreffen:

- Informations-Symbol 
- Fragezeichen-Symbol 
- Achtungs-Symbol 

Sie können an diesen Stellen mit der Maus über die kleinen Grafiken fahren. Dann erscheinen weitere Informationen zu einer Probe, die aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht ständig angezeigt werden. Bei den anderen zwei Symbolen werden Hilfetexte bzw. Erläuterungen zu bestimmten Punkten angezeigt. Versuchen Sie es doch gleich einmal mit den drei Grafiken im Absatz hier darüber.

-  **Neue Probe anmelden**
-  **Hinweise zur Probenahme**
-  **Übersicht der Proben und Ergebnisse**
-  **Detailansicht, Vergleiche**
-  **Tüten-etiketten-druck**
-  **Formel-katalog**
-  **Alle Prüfpakete**
-  **Alle Futtermittel-Definitionen**
-  **Alle Inhaltsstoffe**
-  **Alle Projekte**
-  **Aktive Projekte**
-  **Abmelden**

Eine Anwendung der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)  
FuLab - Futtermitteldatenbank der LfL und LKV 1.20130817

Abb. 58: Hauptmenü-Seite des webFulab-Portals zur Probenanmeldung. Dargestellt sind ausgewählte Funktionalitäten der Futtermitteldatenbank bzw. des Futtermittel-Laborsystem



Im Hinblick auf Probenherkünfte wurde festgestellt, dass zunehmend Analysen für das Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung sowie für das Institut für Landtechnik und Tierhaltung durchgeführt werden.

Erstmalig wurden Untersuchungen für das Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung durchgeführt. Im Projekt LKP-Verbundberatung Grünland Bayern sind 590 Proben auf Trockenmasse, Nitrat, Nähr- und Mineralstoffe untersucht worden (Abbildung 59). Dieses Projekt läuft bis 2018 mit dem Ziel, Optimierungsmöglichkeiten in der Grünland- und Futterbauwirtschaft durch gezielte Verbundberatung zu evaluieren und umzusetzen.

Im Hinblick auf eine bedarfsgerechte Analytik wurden Analysenparameter zu Paketen zusammengefasst: Im Mineralstoffpaket 1 sind die Elemente Natrium, Kalium, Phosphor, Magnesium, Calcium, Kupfer und Zink enthalten, im Paket 2 die Elemente Schwefel, Chlor, Mangan und Eisen.

Das Aminosäurepaket 2 umfasst Lysin, Methionin, Threonin und Tryptophan. In ausgewählten Futtermitteln können die Aminosäuregehalte auch über AminoNir der Fa. Evonik bestimmt werden (Weizen, Gerste, Triticale, Körnermais sowie Soja- und Rapsprodukte; berichtet werden Lysin, Methionin, Cystin, Threonin und Tryptophan).

Im Berichtsjahr 2015 wurden in AQU 3 bei Projektproben insgesamt 23.662 Einzelparameter untersucht (Tabellen 19 und 20).



*Abb. 59: Optimierungsmöglichkeiten in der Grünland- und Futterbauwirtschaft: Vorbereitung der standardisierten Probenahme fläche (a) und Probenahme des Grünlandaufwuchses (b) für die Laboranalytik*

Tab. 19: Übersicht über die in 2015 aktiven Projekte mit Laborunterstützung von AQU 3

Id (intern)	Projektbezeichnung	Futtermittelklasse	Externe Projekt-Id	Pin	Projekt-Nr (für Futtermittel-Attribut)	Gültig ab	Gültig bis	Ansprechpartner
25	Laborinterne Proben	3 - P-Probe			AQU-intern	01.07.2013	01.07.2025	Dr. M.Schuster
138	Grünlandversuch Triesdorf EuroChem (NIGL)	3 - P-Probe			EXTERN-1	04.05.2016	31.12.2019	G. Ebersberger, H. Poupard, Markus Heinz
80	Haltungsveruch Bereich Rind von ILT	3 - P-Probe			ILT-Rind	26.09.2014	31.12.2018	Fr. R. Oberschätzl, Fr. S. Maier
20	Haltungsveruch Bereich Schwein von ILT	3 - P-Probe			ILT-Schwein	01.07.2013	31.12.2018	Dr. Jais
113	Züchtung bayr. Soja-Futtersorten - Kältetoleranz, Proteinertrag, Frühzeitigkeit	3 - P-Probe			IPZ-V31	01.04.2015	31.03.2018	Fr. Riedel (Projektleitung: Dr. Eder)
104	Versuch 431 Grünlandverbesserung Hr.Hartmann	3 - P-Probe			IPZ-V431	01.05.2015	31.12.2017	Hr. Hartmann
129	Fermentierung Schweinefutter	3 - P-Probe			ITE-FP-24	22.02.2016	22.02.2017	M. Schäffler
2	Aufwuchsuntersuchung	3 - P-Probe			ITE-FP-4	01.03.2013	31.12.2020	Dr. Ostertag, Herr Hitzelsberger
42	Schimmelsubstrat	3 - P-Probe			ITE-FP-8	01.11.2013	01.01.2017	Dr. Ostertag, Hr. Rößl, Hr. Hitzlsperger
9	Beratungsproben ITE3	3 - P-Probe			ITE-RA2013MM	01.07.2013	31.12.2016	Hr. Moosmeyer
11	Betriebsproben vom LVFZ Achselschwang	3 - P-Probe			LFL-Achselschwang	01.07.2013	31.07.2018	Betriebsleiter
12	Betriebsproben vom LVFZ Almesbach	3 - P-Probe			LFL-Almesbach	01.07.2013	31.12.2018	Betriebsleiter
17	Betriebsproben vom Versuchsbetrieb Grub	3 - P-Probe			LFL-Grub	01.07.2013	31.12.2018	Betriebsleiter
18	Betriebsproben vom Versuchsbetrieb Karolinenfeld	3 - P-Probe			LFL-Karolinenfeld	01.07.2013	31.12.2018	Betriebsleiter
13	Betriebsproben vom LVFZ Kitzingen	3 - P-Probe			LFL-Kitzingen	01.07.2013	31.12.2018	Betriebsleiter
14	Betriebsproben vom LVFZ Kringell	3 - P-Probe			LFL-Kringell	01.07.2013	31.12.2018	Betriebsleiter
15	Betriebsproben vom LVFZ Schwaiganger	3 - P-Probe			LFL-Schwaiganger	01.07.2013	31.12.2018	Dr. H. Schuster, Lisa Krues (Schwaiganger)
8	Betriebsproben vom LVFZ Schwarzenau	3 - P-Probe			LFL-Schwarzenau	01.07.2013	01.07.2018	Fr. Reindler
16	Betriebsproben vom LVFZ Spitalhof	3 - P-Probe			LFL-Spitalhof	01.07.2013	31.12.2018	Betriebsleiter
90	LKP - Verbundberatung GrünlandBayern	3 - P-Probe			LKP-GrünlandBayern	01.02.2015	31.12.2018	Fr. Matzka (LKP), Dr. H.Schuster (ITE)

Tab. 20: Übersicht über die bearbeiteten Projektproben nach Produkt und Untersuchungspaketen.

	Weender	Trocken- substanz	Silier- kenn- werte	Methan- gas- ausbeute	Nitrat	Mineral- stoffe RFA Paket 1	Mineral- stoffe RFA Paket 2	Selen	Amino- säuren Paket 2	Amino- säuren NIR
<b>Grünfütter</b>										
Wiesen/Weidegras	1037	307		24	429	449	448			
Grünmais	13				2	2				
Klee/Kleegrass	3									
Luzerne/Luzernegrass	9				5	6	6			
<b>Gärfüttermittel</b>										
Grassilagen	58	7	27	9		11	4			
Klee-/Kleegrassilagen	6		1	1		5				
Luzerne-/Luzernegrassilagen	2		1	1						
Maissilagen	32		23	14		2	1			
CCM, MKS, LKS	46		46			13				
Ganzpflanzensilagen	1		1	1						
<b>Heu</b>										
Gras - Heu	28	1				26	8	4		
Cobs	7					7	2			
Stroh	1					1	1			
<b>Hauptprodukte</b>										
Getreidekörner	139					113	3	2	3	126
Maiskörner	11					7	1		4	6
Rüben, Kartoffeln u. Ölsamen	2					2				
<b>Nebenprodukte</b>										
Rüben- Nebenprodukte	2					2	1			
Müllerei	1									
<b>Eiweißfuttermittel</b>										
Erbsen/Ackerbohnen	1					1			1	
Sojabohnen/Lupinen	17								2	15
Extraktionsschrot	12					10	1			7
Kuchen	1					1			1	
<b>Kraftfutter</b>										
Kraftfutter Rind	4					1	1			
Kraftfutter Schwein	22					22			21	
Minifutter Schwein	3					3				
sonstige Mischungen	9					9			2	
TMR	28					6	4			
Sonstige	1					1				
<b>Summe</b>	<b>1496</b>	<b>315</b>	<b>99</b>	<b>50</b>	<b>436</b>	<b>700</b>	<b>481</b>	<b>6</b>	<b>34</b>	<b>154</b>

#### 2.4.14 Kooperation mit dem LKV Futtermittellabor – Grundlagen für die Fütterungsberatung Bayern

Das Futtermittellabor des Landeskuratoriums der Erzeugerringe für tierische Veredelung in Bayern e.V. (LKV) in Grub kooperiert seit Jahrzehnten erfolgreich mit der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen der LfL. Das LKV-Labor hat seit 1990 ca. 410.000 Futterproben auf Inhaltsstoffe untersucht. Im Jahr 2015 war ein leichter Rückgang bei den Untersuchungszahlen zu verzeichnen (Abbildung 60). Eine mögliche Ursache dürfte die Gebührenerhöhung der seit 2008 nicht mehr angepassten Untersuchungskosten sein. Gerade die nasschemischen Analyseverfahren verteuerten sich dabei deutlich, so dass bei Futtermitteln, die nach diesen Verfahren untersucht werden, ein Rückgang der Probenzahlen um 25 % zu verzeichnen war (1.542 Proben in 2014; 1.148 Proben in 2015). Auch bei den Trockenmassebestimmungen für Biogasbetriebe war ein merklicher Abfall der Probenzahlen zu verzeichnen: Aufgrund der höheren Kosten gingen ca. 34 % weniger Proben ein.

Einen Einfluss auf die Probenmenge hatten auch die außerordentlichen Witterungsbedingungen in 2015: Durch die anhaltende Trockenheit war die Futtermittelqualität in manchen Regionen Bayerns eher mäßig, so dass die Landwirte auf die Untersuchung dieser minderwertigen Futterpartien verzichtet haben.

Insgesamt wurden 24.500 Proben untersucht. Dies entspricht einem Rückgang von insgesamt 14 %.

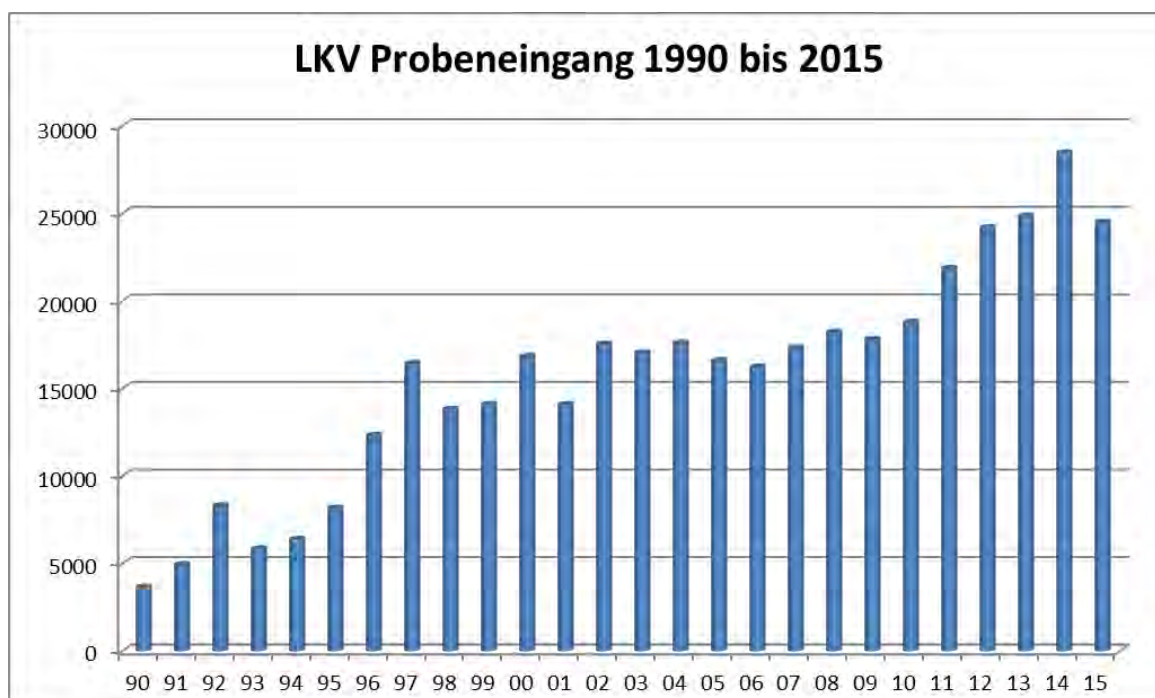


Abb. 60: Probeneingangshistorie der LKV-Futtermitteluntersuchung für die Jahre 1990 bis 2015

Tab. 21: Übersicht zu Probenarten im LKV-Labor für den Zeitraum 2011 bis 2015

Probenart	Probenzahlen				
	2011	2012	2013	2014	2015
Grünfutter	2.024	2.335	2.179	2.473	2.348
Gärfutter, davon	15.481	16.827	17.039	19.535	17.107
Grassilage	9.962	10.402	11.156	12.937	10.876
Maissilage	5.519	5.602	5.510	5.855	5.797
Heu	266	370	456	539	486
Cobs	272	264	267	405	242
Körnerfrüchte	777	1.130	1.256	1.427	1.260
Eiweißfuttermittel	238	335	316	379	323
Rinderfuttermittel	48	74	71	82	62
Allein- und Ergänzungsfuttermittel für Schweine	395	627	549	503	386
Gesamtmischrationen	105	162	190	196	195
Sonstige Futtermittel	1.085	175	141	358	254
Biogassubstrate	1.176	1.895	2.382	2.566	1.691
<b>Gesamtzahl</b>	<b>21.867</b>	<b>24.194</b>	<b>24.846</b>	<b>28.463</b>	<b>24.354</b>

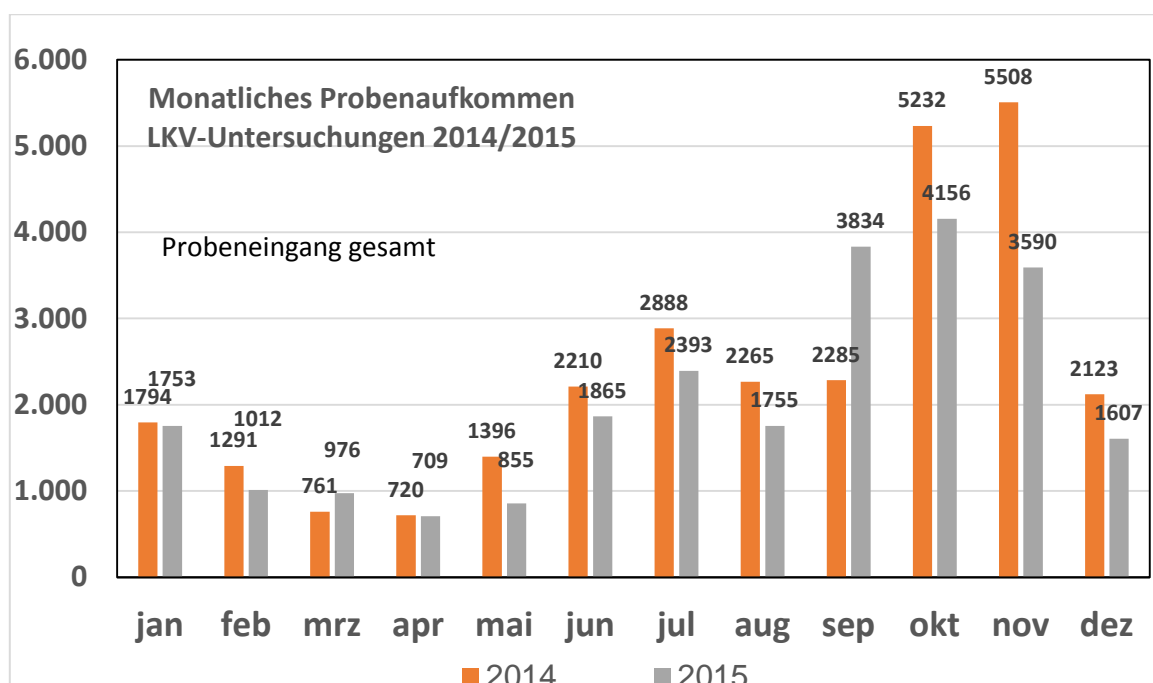


Abb. 61: Vergleich der monatlichen Probeneingangszahlen für die Jahre 2014 und 2015

Tab. 22: Probenarten und Analysenparameter der LKV-Futtermitteluntersuchungen für 2015

Produkt	Untersuchungspaket bzw. Parameter											
	Weender	Zucker	Stärke	aNDFo	ADFo	Gas- bildung	ELOS	Nur TS	Silier- kenn- werte	NH <sub>3</sub>	Biogas	Nitrat
<b>Grünfutter</b>												
Wiesen/Weidegras	1607	5			12	12		311			45	32
Getreide grün	67							49			4	
Grünmais	584	10	10	10			20	955			160	6
Klee/Kleegrass	122	10			10	5		1				3
Luzerne/Luzernegrass	28							1	1	1		2
Sonstige 1 - Grünfutter	7							1				
<b>Gärfuttermittel</b>												
Grassilagen	10320	30			41	24		38	299	53	371	251
Klee-/Kleegrassilagen	413	10			10	5		4	18	2	27	55
Luzerne- /Luzernegrassilagen	143	10			10	4			6	3	8	6
Maissilagen	5797	11	11	18			12	219	122	10	675	389
CCM, MKS, LKS	157	21	21					2	2		7	
Ganzpflanzensilagen	260	10			10	3		101	5		44	4
Sonstige Silagen	17										4	1
<b>Heu</b>												
Gras - Heu	486	10			10	4		1			2	
Cobs	242	10			10	5						3
Stroh	7	0										
Getreidekörner	1224	36	36					2			12	
Maiskörner	36										1	
Rüben, Kartoffeln u.	5											
<b>Nebenprodukte</b>												
Rüben- Nebenprodukte	42								1		8	
Müllerei	29										3	
Molkerei	25											
Brauerei	35							0	1	0	3	
Sonstige Nebenprodukte	14											
<b>Eiweißfuttermittel</b>												
Erbsen/Ackerbohnen	69										1	
Sojabohnen/Lupinen	30										2	
Extraktionsschrot	210	7	7	0							1	
Kuchen	14											
<b>Kraftfutter</b>												
Kraftfutter Rind	58											
Minfutter Rind	4											
Kraftfutter Schwein	340	6	6	0				1				
Minfutter Schwein	46											
Geflügel	3											
sonstige Mischungen	16							1				
TMR	195	12	12					4	3		10	3
Gülle	2									1		
Sonstige	9											
<b>Summe</b>	<b>22663</b>	<b>198</b>	<b>103</b>	<b>28</b>	<b>113</b>	<b>62</b>	<b>32</b>	<b>1691</b>	<b>458</b>	<b>70</b>	<b>1388</b>	<b>755</b>

Seit Untersuchungsbeginn im Jahr 1990 wurden ca. 405.000 Proben auf 4,8 Mio. Parameter untersucht.

Das monatliche Probeneingang ist geprägt von hohen Probenzahlen im Herbst: In Abbildung 61 ist das monatliche Probenaufkommen der Jahre 2014 und 2015 zusammengestellt. Durch verschiedene Faktoren gingen in 2015 in den Monaten Oktober und November 21 % bzw. 35 % weniger Proben ein. Bei den Grassilagen war ein Rückgang von 16 % zu verzeichnen.

Bei den Maissilagen stieg das Probenaufkommen um 3,3 % von 4993 Proben in 2014 auf 5162 Proben in 2015. Da die Qualität der Maissilagen in 2015 insbesondere beim Proteingehalt, der Rohfaser und der Stärke stark variierte, war das Interesse der Landwirte an einer Laboruntersuchung recht groß. Die Untersuchungszahlen liegen auf dem Niveau des Vorjahres.

Die Untersuchungszahlen bei Schweinefutter gingen um 30 % zurück, was im Wesentlichen auf die Anpassung der Untersuchungskosten zurück zu führen ist. Insbesondere die Nebenprodukte aus den Molkereien und Brauereien blieben in 2015 aus (Tabelle 21). Diese werden ausschließlich nasschemisch untersucht und die Kostenanhebung wirkt sich hier am stärksten aus.

Das Spektrum an durchführbaren Analysen wurde vom LKV auch im Berichtsjahr vielfältig in Anspruch genommen (Tabelle 22), wobei es bei verschiedenen Probenarten und Analysenparametern durch das veränderte Abrechnungsverfahren zu geringfügigen Verschiebungen gekommen ist.

Das Angebot des LKV-Analysenangebots umfasst kompakte Analysenpakete, die dem Landwirt eine Hilfestellung bei der Auswahl sinnvoller Parameter sind (Tabelle 23).

Das Mineralstoffpaket 1 beinhaltet die Elemente Natrium, Kalium, Magnesium, Phosphor, Calcium, Kupfer und Zink, das Paket 2 die Elemente Chlor, Schwefel, Mangan und Eisen. Die Elementbestimmung bei Mineralfuttermitteln erfolgt nach der amtlichen Methode mit saurem Druckaufschluss und Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) bzw. der Phosphorgehalt spektralphotometrisch.

Das Aminosäurepaket 1 beinhaltet ausschließlich Lysin, das Paket 2 die essentiellen Aminosäuren Lysin, Methionin, Threonin und Tryptophan (Abbildung 62).

Die Aminosäureanalyse über das NIR Netzwerk der Fa. Evonik ist für ausgewählte Alleinfuttermittel wie Getreide, Soja- und Rapsprodukte möglich. Es werden die Aminosäuren des Paketes 2 ausgegeben.

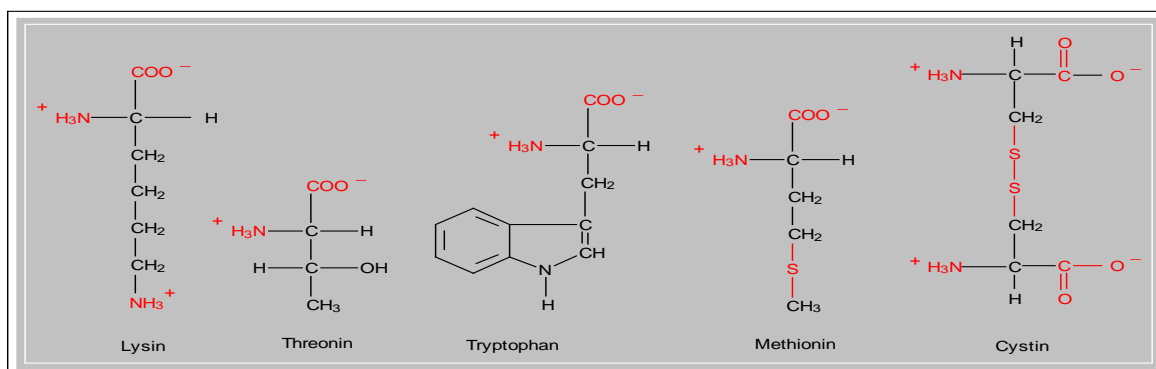


Abb. 62: Strukturformeln ausgewählter essentieller Aminosäuren

Tab. 23: Probenarten, Analysenparameter und Untersuchungspakete der LKV-Futtermitteluntersuchungen für das Berichtsjahr 2015

Produkt	Untersuchungspaket bzw. Parameter							
	RFA Mineralstoffe 1	RFA Mineralstoffe 2	AAS Mineralstoffe	Selen	Aminosäuren 1	Aminosäuren 2	Aminosäuren NIR	SBV
<b>Grünfutter</b>								
Wiesen/Weidegras	126	40				2		
Getreide grün								
Grünmais	9					1		
Klee/Kleegras	4	3						
Luzerne/Luzernegras	2	1						
Sonstige 1 - Grünfutter								
<b>Gärfuttermittel</b>								
Grassilagen	1137	133		46	2	6		
Klee-/Kleegrassilagen	89	15		6	1	2		
Luzerne-/Luzernegrassilagen	33	1		1				
Maissilagen	334	22		6	4	3		
CCM, MKS, LKS	3				39	7		
Ganzpflanzensilagen	12			1				
Sonstige Silagen								
<b>Heu</b>								
Gras - Heu	48	15		5		3		
Cobs	9	1		2	2	1		
Stroh	2							
Getreidekörner	33				1	1	672	
Maiskörner	2						18	
Rüben, Kartoffeln u.	1							
<b>Nebenprodukte</b>								
Rüben- Nebenprodukte	1							
Müllerei	5					2		
Molkerei	8				9	1		
Brauerei	3	1			4	1		
Sonstige Nebenprodukte	3				1			
<b>Eiweißfuttermittel</b>								
Erbsen/Ackerbohnen	2	1			2	4	16	
Sojabohnen/Lupinen	2				1	2	5	
Extraktionsschrot	4					1	92	
Kuchen	2					1	3	
<b>Kraftfutter</b>								
Kraftfutter Rind	10	1						
Minfutter Rind	4	0						
Kraftfutter Schwein	118	1		1	109	67		1
Minfutter Schwein	6	2	26		5	36		
Geflügelfutter	1		1		1	1		
sonstige Mischungen	8					2		
TMR	86	1						
Gülle	2	1						
Sonstige	1							
<b>Summe</b>	<b>2110</b>	<b>239</b>	<b>27</b>	<b>68</b>	<b>181</b>	<b>144</b>	<b>806</b>	<b>1</b>





Abb. 63: Aminosäureanalysator zur quantitativen Bestimmung relevanter Aminosäuren in Futtermitteln

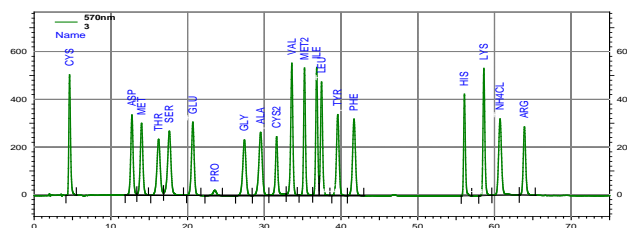


Abb. 64: Chromatogramm zur Analytik von Aminosäuren nach Proteinhydrolyse einer Futtermittelprobe

Im Hinblick auf eine wirtschaftliche und tiergerechte Mineralstoff- und Spurenelementversorgung und vor dem Hintergrund der neuen Gülleverordnung sollte die Mineralstoffuntersuchung noch stärker nachgefragt werden. Mit 2349 Untersuchungsanforderungen liegt der Anteil bei etwa 10 Prozent der eingegangenen Proben.

Bei den Bearbeitungszeiten zeigt sich deutlich der Unterschied zwischen den Hochdurchsatzverfahren und den nasschemischen Referenzanalysen. Während die Nährstoffbestimmung nach Weender mit der NIR Analyse im Mittel 4 Tage dauert, benötigen die nasschemischen Verfahren 12 Tage. Diese Zeiten verlängern sich jeweils um die Analysenzeiten für zusätzliche Parameter. Die längsten Bearbeitungszeiten haben die Proben, bei denen zusätzlich Aminosäuren mittels Nasschemie angefordert wurden (Abbildung 63, 64). Durch sehr kurze Bearbeitungszeiten zeichnen sich die Proben mit Gärsäure- bzw. Ammoniak-Anforderungen aus (Tabelle 24): Diese Bestimmungen werden aus der Frischprobe analysiert.

Tab. 24: Mittlere Bearbeitungszeiten bei verschiedenen Analysenanforderungen bei LKV Proben im Berichtsjahr 2015. In Abhängigkeit vom Analysentyp – NIR-Schnellmethode bzw. nasschemischer Referenzanalytik (CHE) – und angeforderter Zusatzanalysen ergeben sich unterschiedliche Bearbeitungszeiten.

Klasse	Mittelwert in Tagen	Anzahl Proben
nur TM	2	1691
nur NIR Weender	4	17430
NIR + mind. Selen	10	67
NIR + mind. AS chem.	16	233
NIR + mind. Nitrat	5	769
NIR +Mineralstoffe RFA	5	1751
NIR + mind. AS NIR	5	117
NIR + mind. Gärsäuren	4	233
NIR + mind. Ammoniak	4	12
nur CHE Weender	12	674
CHE + mind. Selen	19	2
CHE + mind. AS chem.	19	96
CHE + mind. Nitrat	13	10
CHE+Mineralstoffe	15	77
CHE+ mind. AS NIR	13	43
CHE+ mind. Gärsäuren	13	5
CHE + mind. Ammoniak		0

Einen großen Beitrag zur Verkürzung der Bearbeitungszeiten haben die Probenanmeldung über das webFulab System (Abbildung 65) und die konsequente Automatisierung der Arbeitsabläufe durch das eingeführte Labordatensystem Praefekt der Fa. Pragmatis (Neufahrn) geleistet.

Es wurden alle Arbeits- und Laborprozesse mit den Labormitarbeitern kritisch analysiert, in Teilprozesse zerlegt und die sinnvolle Unterstützung durch moderne LIMS-Lösungen geprüft. Die Labormitarbeiter werden über das LIMS konsequent bei jeder Probe individuell über anstehende Arbeitsschritte, Methodenvorgaben und mögliche Analysenprobleme informiert. Neben kürzeren Bearbeitungszeiten hat sich durch die Einführung dieses Systems mit Barcode-Unterstützung (Abbildung 66, 67, 68), integrierter Plausibilitätskontrolle und dem Wegfall manueller Datenverarbeitungsschritte die Ergebnissicherheit und Analysenqualität weiter verbessert.



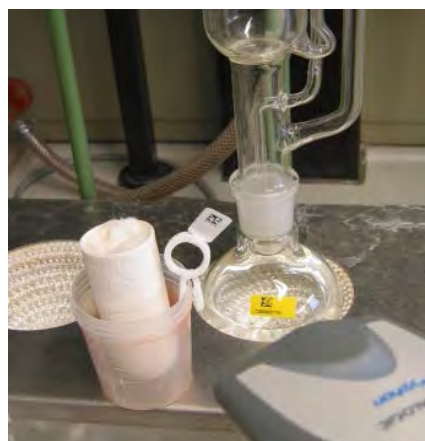
*Abb. 65: Einscannen des Probenetiketts beim Probeneingang*



*Abb. 66: Druck von Etiketten für die Analysenproben*



*Abb. 67: Barcodekennzeichnung von Laborgefäßen*



*Abb. 68: Barcode-kontrollierter Gefäßwechsel bei der Fettbestimmung*

### 3 Veröffentlichungen und Fachinformationen

#### 3.1 Veröffentlichungen

Callaghan, T.-M., Dollhofer, V.; Lebuhn, M.; Griffith, G.W. (2015): Global diversity of the Neocallimastigomycota. Proc. 9th International Symposium on Anaerobic Microbiology (ISAM9), June 25-27, 40 - 40

Dollhofer, V., Podmirseg, S. M., Callaghan, T. M., Griffith, G. W., Fliegerová, K (2015): Anaerobic fungi and their potential for biogas production. Biogas Science and Technology, Adv. Biochem. Eng. Biotechnol., 151, Hrsg.: Guebitz, G., 41 - 61

Dollhofer, V., Nast, M., Kinker, I., Dorn-In, S., Dandikas, V., Bauer, J., Lebuhn, M. (2015): Anaerobe Pilze im Biogasprozess. KTBL-Schrift, 508, Biogas in der Landwirtschaft - Stand und Perspektiven, Hrsg.: Kuratorium für Technik und Bauwesen in der Landwirtschaft e.V. (KTBL), 108 - 118

Dollhofer, V., Kinker, I., Lebuhn, M. (2015): Screening for cellulolytic active novel anaerobic fungi, Conference proceedings of the 6th Congress of European Microbiologists (FEMS 2015), Hrsg.: Federation of Microbiological Societies, 2310 - 2310

Dollhofer, V., Dandikas, V., Lichti, F., Lebuhn, M. (2015): Verbesserung der Effizienz von Biogasanlagen durch anaerobe Pansenpilze - Abschlussbericht des Teilvorhabens der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft an das StMELF und StMWi

Friedrich, R. (2015): Optimierung der Knetzeit durch Messung des Knetwiderstandes, Bachelorarbeit, Hrsg.: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)

Fröschle, B., Lebuhn, M. (2015): Clostridium botulinum – Vorkommen und Verhalten im Biogasprozess. KTBL-Schrift, Biogas in der Landwirtschaft- Stand und Perspektiven, Hrsg.: Kuratorium für Technik und Bauwesen in der Landwirtschaft e.V. (KTBL), 436 - 437

Fröschle, B., Heiermann, M., Lebuhn, M., Messelhäusser, U., Plöchl, M. (2015): Hygiene and Sanitation in Biogas Plants. Biogas Science and Technology, Adv. Biochem. Eng. Biotechnol., 151, Hrsg.: Guebitz, G., 63 - 99

Fröschle, B., Messelhäusser, U., Höller, C, Lebuhn, M. (2015): Pathogenic Clostridium spp. in biogas processes, Conference proceedings of the 6th Congress of European Microbiologists (FEMS 2015), Hrsg.: Federation of Microbiological Societies

Fröschle, B., Messelhäusser, U., Höller, C., Lebuhn, M. (2015): Fate of Clostridium botulinum and incidence of pathogenic clostridia in biogas processes. Journal of Applied Microbiology, 119(4), 936 - 947

Fröschle, B., Messelhäuser, U., Höller, C.; Lebuhn, M. (2015): Verhalten von EHEC und krankheitserregenden Clostridien in Biogasanlagen - Abschlussbericht zum Forschungsvorhaben N/11/30 an das StMELF und StMUV

Griffith, G. W., Dollhofer, V., Callghan, T. M. (2015): Fungal diversity notes 1–110: taxonomic and phylogenetic contributions to fungal species - *Neocallimastix cameroonii*. *Fungal Diversity*, Volume 72, Issue 1, 229 - 234

Huber, S., Höller, C.; Lebuhn, M.; Messelhäuser, U. (2015): Detection of MRSA and ESBL producing bacteria in biogas plants. *Proceedings of the 3rd International Symposium on the Environmental Dimension of Antibiotic Resistance*, 17–21 May 2015, 70 - 71

Lebuhn, M., Höller, C.; Fröschle, B.; Madge-Pimentel, E.; Messelhäuser, U.; Zucker, R. (2015): Verhalten von EHEC und krankheitserregenden Clostridien in Biogasanlagen - Abschlussbericht zum Forschungsvorhaben, Abschlussbericht des Verbundvorhabens an das StMELF und das StMUV

Lebuhn, M., Munk, B. (2015): Mikrobiologische Prozessoptimierung in der Biogastechnologie – Diagnostik der mikrobiellen Populationen und Identifizierung von Schlüsselorganismen in Biogas-Fermentern - Abschlussbericht des Teilvorhabens der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft an das StMELF und StMWi

Lebuhn, M., Munk, B. (2015): Presence versus activity of microbes – what rules the biogas process?. *Proc. 9th International Symposium on Anaerobic Microbiology (ISAM9)*, June 25-27, 40 - 40

Lebuhn, M., Weiß, S.; Munk, B.; Guebitz, G.M (2015): Microbiology and Molecular Biology Tools for Biogas Process Analysis, Diagnosis and Control. *Adv. Biochem. Eng. Biotechnol.*, 151, doi: 10.1007/978-3-319-21993-6\_3, Hrsg.: *Biogas Science and Technology* (G.M. Guebitz, ed.), 1 - 40

Munk, B., Lebuhn, M. (2015): Occurrence and activity of methanogenic Archaea in agricultural biogas plants. *Conference proceedings of the 6th Congress of European Microbiologists (FEMS 2015)*

Vogt, Ch., Henkelmann, G. (2015): Labordienstleistung als Basis einer effektiven Biomassenutzung - Innovative Biomassenutzung, *Agrarwissenschaftliches Symposium 6. Tagungsband*, Hrsg.: Hans Eisenmann-Zentrum der Technischen Universität München, Freising, 75 - 77

Zihl, T. (2015): Untersuchungen zur Backfähigkeit von Buchweizen für die Herstellung von Brot und Kleingebäck, Bachelorarbeit, Hrsg.: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)

## 3.2 Veranstaltungen, Tagungen, Vorträge und Kooperationen

### 3.2.1 Vorträge

Dollhofer, V., Kinker, I., Dandikas, V., Lebuhn, M.: 'Anaerobe Pilze im Biogasprozess', Potsdam, 23.09.2015, FNR/KTBL-Kongress „Biogas in der Landwirtschaft - Stand und Perspektiven“, FNR/KTBL

Dollhofer, V., Lebuhn, M.: 'Biogasproduktion mit anaeroben Pilzen - Stand und Perspektiven', München, 09.12.2015, Jour Fixe – StMELF/StMWi Bayern, Statusseminar AS Regenerative Energien, StMELF

Dollhofer, V., Munk, B., Lebuhn, M.: 'Schimmelsubstrat - Molekularbiologie', Freising, 03.12.2015, 9. Projekttreffen Schimmelsubstrat, TUM

Friedrich, R.: 'Optimierung der Knetzeiten durch Messungen des Knetwiderstandes', Freising, Lange Point 4, 04.11.2015, Abschlusspräsentation zur Bachelorarbeit, LfL

Füglein, R.: 'Untersuchungen zur Back- und Braugerstenqualität', Freising, 13.05.2015, Ausbildungsabschnitt der Q4, Fachrichtung Pflanzenbau, LfL

Henkelmann, G.: 'Probenahme, Laboranalytik, Analysenparameter im Biogasprozess', Freising, 07.01.2015, Biogas Forum, LfL

Henkelmann, G.: 'Backqualität', HSWT, Freising, 27.04.2015, TUM

Henkelmann, G.: 'Die Messung von Protein in pflanzlichen Rohstoffen.', Freising, 13.05.2015, Ausbildungsabschnitt der Q4, Fachrichtung Pflanzenbau, LfL

Henkelmann, G.: 'Probenmanagement bei AQU', Freising, 16.06.2015, LfL

Henkelmann, G.: 'Qualitätssicherung und Untersuchungswesen', Freising, 30.06.2015, LfL

Henkelmann, G.: 'Qualitätssicherung und Untersuchungswesen', Freising, 08.07.2015, LfL

Henkelmann, G., Fischer-Kaiser, K.: 'Eigene Messungen von flüssigen Fermenterhalten und Gärresten', Freising, 08.01.2015, Biogas Forum, LfL

Kinker, I., Lerch, B.; Huber, B., Lebuhn, M.: 'Bedeutung und Verbleib von Clostridium difficile und anderen neuartigen Erregern in landwirtschaftlichen Biogasanlagen', Freising, 01.12.2015, 1. Statusseminar „Clostridium difficile“, LfL

Lebuhn, M.: 'Bakterien und Archaeen / Mikrobiologie im Fermenter, Thermodynamik und Störungen, Hygienisierung und Gärprodukt', Freising, 07.01.2015, Biogas Forum Bayern Ausbildungsmodul 2, Biogas Forum Bayern

Lebuhn, M.: 'PCR-based approaches for biogas process diagnosis', Innsbruck, 12.03.2015, Mikrobiologisches Seminar, LS Mikrobiologie der Universität Innsbruck, Universität Innsbruck

Lebuhn, M.: 'Bedarfsgerechte Energiebereitstellung durch Mikrobiologische Methanisierung (MikMeth) - Teilvorhaben Mikro- und Molekularbiologie', Garching, 09.06.2015, Kick-off-meeting des Verbundvorhabens "MikMeth", TUM

Lebuhn, M.: 'Presence versus activity of microbes – what rules the biogas process?', Portoroz, 26.06.2015, 9th International Symposium on Anaerobic Microbiology (ISAM9), University of Ljubljana

Lebuhn, M.: 'Molecular process diagnosis and early warning systems of process failure in biogas systems', Konstanz, 06.07.2015, Mikrobiologisches Fachseminar der Universität Konstanz, Universität Konstanz

Lebuhn, M.: 'Mikrobiologie in der landwirtschaftlichen Biogasproduktion', Freising, 23.07.2015, TUM-Seminar Ökologische Mikrobiologie in der Praxis, TUM

Lebuhn, M.: 'Intensivierung des anaeroben Abbaus von Lignocellulosefasern zur Methanproduktion durch hydrolytische Mikroorganismen?', Pöhl, 26.10.2015, 20. Treffen des BMK BioMethan-Kuratoriums, des BRM und der FEE „Innovationen zur Effizienzsteigerung bei Biogas- und regenerativen Erdgasersatztechnologien“, BRM / FEE

Lebuhn, M.: 'Quantitative molecular biology tools to analyze microbial guilds and their specific activities (focus on agricultural biogas production)', Garching, 30.11.2015, Colloquium Series of the Chair of Urban Water Systems Engineering Research, TUM

Lebuhn, M.: 'MikMeth, Teilprozessdiagnose und Clostridium difficile - Projektvorstellung', München, 09.12.2015, Jour fixe des StMELF und StMWi, StMELF

Munk, B., Lebuhn, M.: 'Mikrobielle Gemeinschaften in einphasigen Systemen', Freising, 17.03.2015, 5. BMBF-PTJ Statusseminar Biogas-Marker, 17.+18.3.2015, TUM

Munk, B., Lebuhn, M.: 'Biogas-Marker - Bioindikatoren der Biogasfermentation - TP2: Mikrobielle Gemeinschaften in einphasigen Systemen', Berlin, 14.09.2015, BMBF-PTJ BCN-Netzwerktreffen, Beuth Hochschule Berlin

Munk, B., Lebuhn, M.: 'Biogas-Marker Teilprojekt 2: Mikrobielle Gemeinschaften in einphasigen Systemen', Berlin, 15.09.2015, 6. BMBF-PTJ Statusseminar Biogas-Marker, 15.09.2015, Beuth Hochschule Berlin

Munk, B., Lebuhn, M.: 'Schimmelsubstrat - Molekularbiologische Untersuchungen', Grub, 14.07.2015, 8. Projekttreffen Schimmelsubstrat, LfL

Schuster, M.: 'Allgemeines aus dem Futtermittellabor', Grub, 27.03.2015, Gruber Seminar, LfL

Strauß, G.: 'Maskierte Mykotoxine in fermentierten Lebens- und Futtermitteln: biochemische, mikrobiologische und analytische Aspekte', Freising, 17.03.2015, Arbeitsbesprechung Institut für Pflanzenbau, LfL

Strauß, G.: 'Getreide und Mais als Träger von Mykotoxinen in der Schweinefütterung – aktuelle Situation', Ulm-Seligweiler, 23.04.2015, Fachtagung der Bayerischen Arbeitsgemeinschaft Tierernährung und Landesarbeitskreis Fütterung (BAT, LAF), BAT und LAF

Strauß, G.: 'Qualitätssicherung in der Analytik von Braugerste', Freising, 26.06.2015, Tagung IPZ, LfL

Strauß, G.: 'Entstehung maskierte Mykotoxine in fermentierten Pflanzenmaterialien: mikrobiologische, biochemische und analytische Aspekte', Bonn, 25.03.2015, Deutsches Maiskomitee; AS Futtermittelkonservierung und Fütterung, Uni Bonn

Strauß, G.: 'Schwerpunktthema der nächsten Direktorenkonferenz', Rostock, 12.05.2015, Direktorenkonferenz, VDLUFA

Strauß, G.: 'Vorstellung AQU - Zentrale Analytik', Freising, 04.05.2015, Ausbildung Anwärtler 4. QE, LfL

Strauß, G.: 'online Messung von Ammonium und Nitrat im Boden', Freising, 23.07.2015, LfL

Strauß, G.: 'Vitamin B12', Freising, 07.09.2015, Besprechung, LfL

Ziehl, T.: 'Buchweizen - Backen', LfL, Freising, 22.04.2015, AQU 2

### **3.2.2 Fachinformationen**

Munk, B., Lebuhn, M.: 'Einfluss verpilzter Einsatzstoffe auf den Biogasprozess und die hygienische Beschaffenheit von Gärresten - Schimmelsubstrat', Schimmelsubstrat

Munk, B., Lebuhn, M.: 'Biogas-Marker TP2', Freising

Munk, B., Bauer, C. Lebuhn, M.: 'Mikrobiologische Diagnose relevanter Teilprozesse in der Biogasproduktion und Frühwarnsysteme, 1. Zwischenbericht - Teilprozess-Diagnose', Freising, 22.12.2015, Teilprozess-Diagnose

Dollhofer, V., Kinker, I., Lebuhn, M.: 'Screening for cellulolytic active anaerobic fungi', Maastricht, 09.06.2015, 6th Congress of European Microbiologists (FEMS 2015), Federation of European Microbiological Societies

Fröschle, B., Lebuhn, M.: 'Clostridium botulinum – Vorkommen und Verhalten im Biogasprozess', Potsdam, 23.09.2015, FNR/KTBL-Kongress, KTBL

Fröschle, B., Messelhäusser, U., Höller, C., Lebuhn, M.: 'Pathogenic Clostridium spp. in biogas processes', Maastricht, 07.06.2015, 6th Congress of European Microbiologists (FEMS 2015), Federation of European Microbiological Societies (FEMS)

Fröschle, B., Lebuhn, M.: 'Keimschleuder Biogasanlage?', Grub, 05.07.2015, LfL - Tag der offenen Tür, LfL

Lebuhn, M., Munk, B.; Fröschle, B.; Dollhofer, V.: 'Mikrobiologie – Optimierung eines Kraftwerks der Zukunft', Grub, 05.07.2015, LfL - Tag der offenen Tür, LfL

Munk, B., Lebuhn, M.: 'Occurrence and activity of methanogenic Archaea in agricultural biogas plants', Maastricht, 6th Congress of European Microbiologists (FEMS 2015), 7. – 11. Juni 2015, Federation of European Microbiological Societies (FEMS)

Kinker, I., Dollhofer, V., Lebuhn, M., Hopf, N.: 'Effiziente anaerobe Pilze für die Biogasproduktion aus rohfaserreichen Substraten', Freising

### 3.2.3 Führungen, Exkursionen

Datum	OE	Thema/Titel	Gäste	Anzahl
17.12.2015	AQU 1c	Mikrobiologie, Molekularbiologie, Labor	HSWT Studenten	32
09. u. 10.11.2015	AQU/L	VDLUFA Tagung – Direktorenkonferenz	LUFÄ Direktoren	13
23.07.2015	AQU 1c	Biogastechnologie und Mikrobiologie	TUM Studenten	12
11.06.2015	AQU 2a	Kleinmälzanlage	Brauer und Mälzer	5
10.06.2015	AQU 2a	Malzanalytik	TUM Getränke-technologie	4



### 3.2.4 Diplomarbeiten und Dissertationen

Name	Thema/Titel Dissertation /Diplomarbeit	Zeitraum	Betreuer, Zusammen- arbeit
Friedrich, Rene	Bachelorarbeit zum Thema: „Optimierung der Knetzeit durch Messung des Knetwi- derstandes“	27.04.-31.10.2015	Frau Prof. Kuss, (Hochschule Weihenstephan- Triesdorf (HSWT, Fachbereich Le- bensmitteltechno- logie), G. Henkelmann (Bayerische Lan- desanstalt für Landwirtschaft, AQU 2)
Zihl, Tobias	Bachelorarbeit zum Thema: „Buchweizen und Backeigen- schaften“	07.01.-31.07.2015	Frau Prof. Kuss, (Hochschule Weihenstephan- Triesdorf (HSWT, Fachbereich Le- bensmitteltechno- logie), G. Henkelmann (Bayerische Lan- desanstalt für Landwirtschaft, AQU ), Prof. Zeller, TU- München (emer.)

### 3.2.5 Aus- und Fortbildung, Praktika

Praktikant	Thema/Titel	Zeitraum/Ort	Betreuer/OrgE
Schüler	Rohstoffqualität Pflanzlicher Pro- dukte	19.01.-23.01.2015 Freising	Henkelmann, Gün- ter. Fuchs, Monika AQU 2
Gastwissenschaftler	Anaerobe Pilze	11.02.-13-03-2015 Freising	Lebuhn, Michael, Dollhofer, Veronika AQU 1c
Schülerin	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	20.07.-24.07.2015 Grub	Schuster, Manfred AQU 3

Auszubildende	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	06.07.-10.07.2015 Grub	Schuster, Manfred AQU 3
Gastwissenschaftlerin	Anaerobe Pilze	02.02.-04.02.2015 Freising	Lebuhn, Michael, Dollhofer, Veronika AQU 1c
Auszubildende	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	05.10.-11.12.2015 Grub	Schuster, Manfred AQU 3
Schüler	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	13.04.-17.04.2015 Grub	Schuster, Manfred, Renne, Haik AQU 3
ATA-Auszubildende	Futtermittelanalytik, Fleischqualität	07.01.-26.06.2015 Grub	Schuster, Manfred AQU 3
Schüler	Futtermittelanalytik	23.02.-27.02.2015 Grub	Schuster, Manfred AQU 3a
Schülerin	Futtermittelanalytik	02.03.-13.03.2015 Grub	Schuster, Manfred AQU 3a

### 3.2.6 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“
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 Botanische 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: Futtermitteluntersuchung
Strauß, G.	VAAM
Strauß, G.	VDLUFA - Fachgruppe VIII - Analytik
Strauß, G.	VDLUFA, Fachgruppe VI - Futtermittel
Strauß, G.	VDLUFA, Direktorenkonferenz

### 3.2.7 Abkürzungsverzeichnis

AAS	Atom-Absorptions-Spektrometrie
AB	Aufgabenbereich
ABB	Abteilung Berufliche Bildung
AbfKlärV	Abfallklärschlammverordnung
AbfZustV	Abfallzuständigkeitsverordnung
ADF	Säuredetergenzfaser
ADF <sub>om</sub>	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
aNDF <sub>om</sub>	organische Neutraldetergenzfaser
AOX	Adsorbierbare organisch gebundene Halogene
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
ATP	Adenosintriphosphat
AVB	Abteilung Versuchsbetriebe
AZV	Abteilung Zentrale Verwaltung
BfUL	Staatliche Betriebsgesellschaft für Umwelt und Landwirtschaft
BioAbfV	Bioabfallverordnung
BMBF	Bundesministerium für Bildung und Forschung
BMWi	Bundesministerium für Wirtschaft und Energie
BR <sub>org</sub>	Organische Raumbelastung
CCM	Corn-Cob-Mix
cDNA	Komplementäre DNA
CFA	Continuous-Flow-Analysis
CHE	Nasschemische Referenzanalytik
DAD	Diode array detector (Photodiodenzellen-Detektor)
DAkKS	Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH
DC	Dünnschichtchromatographie
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
ELISA	Enzyme linked immunosorbent assay
ELOS	Enzymlösliche organische Substanz
ELSD	Evaporative Light Scattering Detector (Lichtstreuendetektor)
EN	Europäische Norm
EPEC	enteropathogene Escherichia coli
EU	Europäische Union
EVG	Endvergärungsgrad
FAN	Freier Aminostickstoff
FAPAS	The Food and Environment Research Agency, UK
FID	Flammenionisationsdetektor
FG	Fachgruppe
FMA	Fachmodul Abfall
FOS	Flüchtige organische Säuren
FS	Frischsubstanz
GB	Gasbildung
GC	Gaschromatographie
GdCH	Gesellschaft Deutscher Chemiker e.V.
GF-AAS	Graphitrohr-AAS
HDR	Heterodisulfid-Reduktase
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
IAG	International Analytical Group
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
ITE	Institut für Tierernährung und Futterwirtschaft
ITZ	Institut für Tierzucht
KErn	Kompetenzzentrum für Ernährung
KS	Klärschlamm
KULAP	Kulturlandschaftsprogramm
L <sub>FM</sub>	Liter
LAGA	Länderarbeitsgemeinschaft Abfall
LANUV	Landesamt für Natur, Umwelt und Verbraucherschutz Nordrhein-Westfalen
LAWA	Bund-/Länder-Arbeitsgemeinschaft Wasser
LCB	lignocellulosereicher Biomasse

LC-MS	Liquid chromatography–mass spectrometry (Flüssigchromatographie mit Massenspektrometrie-Kopplung)
LFGB	Lebensmittel- und Futtermittelgesetzbuch
LfL	Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft
LGL	Bayerisches Landesamt für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit
LGV	Lager- und Grillsaftverlust
LHL	Landesbetrieb Hessisches Landeslabor
LIMS	Laborinformations- und Managementsystem
LKP	Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung in Bayern e.V.
LKS	Lieschkolbensilage
LKV	Landeskuratorium der Erzeugerringe für tierische Veredelung in Bayern e.V.
LPA	Leistungsprüfungsanstalt
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
mcrA/mrtA	
MJ ME	umsetzbare Energie Rind
MJ NEL	Netto-Energie-Laktation
MKS	Maiskolbensilage
MPN	Most probable number
mRNA	messenger-Ribonukleinsäure, Boten-RNA
mTSB	modifiziertem Tryptose Soja Bouillon
MP	Methanproduktivität
MW	Mittelwert
NaWaRo	Nachwachsende Rohstoffe
NDF	Neutraldetergenzfaser
NDFom	organische Neutraldetergenzfaser
NfE	Stickstofffreie Extraktstoffe
NG	Nachgärer
NIR	Nah-infra-rot
NIRS	Nah-infra-rot-Spektroskopie
NIT	Nah-infra-rot-Transmissionsspektroskopie
NL	Normliter
N <sub>min</sub>	Verfügbare 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
PFOS	Perfluorooctansulfonat
PIAF	Planung, Information und Auswertung von Feldversuchen
ppb	parts per billion (µg/kg)
PTFE	Polytetrafluorethylen
QM	Qualitätsmanagement
QMB	Qualitätsmanagement-Beauftragte/r
QMS	Qualitätsmanagementsystem
qPCR	quantitativen real-time PCR

QS	Qualitätssicherung
R <sup>2</sup>	Bestimmtheitsmaß
rDNA	ribosomale DNA
Rel. Vgl. Stabw	relative Vergleichsstandardabweichungen
ReSyMeSa	Recherchesystem Messstellen und Sachverständige
RF	Rohfaser
R <sub>f</sub>	Retentionsfaktor
RFA	Röntgenfluoreszenzanalytik, Röntgenfluoreszenzspektrometrie
RMT	Rapid-Mix-Test
RNB	ruminale N-Bilanz
RNA	Ribonukleinsäure
RP	Rohprotein
rRNA	Ribosomale RNA
RSD	Relative Standardabweichung
RT-qPCR	Realtime-qPCR
RV	Ringversuch
SBV	Säurebindungsvermögen
SG	Sachgebiet
SMA	Spezifische methanogen Aktivität
St	Stärke
StMELF	Bayerisches Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten
TAC	Total anorganic carbon (anorganisch gebundener Kohlenstoff)
TGD	Tiergesundheitsdienst
TiHy	Tierhygiene
TKG	Tausendkorngewicht
TKM	Tausendkornmasse
TM	Trockenmasse
TMR	Totale Mischration
TS	Trockensubstanz
TSV	Tropfsaftverlust
TU	Technische Universität
TUM	Technische Universität München
UK	United Kingdom
UMK	Umweltministerkonferenz
USE	Ultraschall-Schnell-Extraktion
UV	Ultraviolettes Licht
VAAM	Vereinigung für Allgemeine und Angewandte Mikrobiologie
VDLUFA	Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten
VT	Versuchstag
VZ	Verhältniszahl
webFuLab	Onlineanwendung zur Futteruntersuchung
ZEA	Zearalenon
ZIFO	Zielwert-Futter-Optimierung
Zu	Zucker
Abkürzungen der chemischen Elemente: siehe Lehrbücher der Chemie	