

근적외선분광법을 이용한 옥수수 사일리지의 소화율 및 에너지 평가

박형수 · 이종경* · 이효원** · 김수곤*** · 하종규****

Prediction of the Digestibility and Energy Value of Corn Silage by Near Infrared Reflectance Spectroscopy

Hyung Soo Park, Jong Kyung Lee*, Hyo Won Lee**, Su Gon Kim*** and Jong Kyu Ha****

ABSTRACT

This study was carried out to explore the accuracy of Near Infrared Reflectance Spectroscopy (NIRS) for the prediction of digestibility and energy value of corn silages. The spectral data were regressed against a range of digestibility and energy parameters using modified partial least squares(MPLS) multivariate analysis in conjunction with first and second order derivatization, with scatter correction procedure(SNV-Detrend) to reduce the effect of extraneous noise. Calibration models for NIRS measurements gave multivariate correlation coefficients of determination(R^2) and standard errors of cross validation of 0.92(SECV 1.73), 0.91(SECV 1.13) and 0.93(SECV 1.74) for *in vitro* dry matter digestibility(IVDMD), *in vitro* true digestibility(IVTD), and cellulase dry matter digestibility(CDMD), respectively. The standard error of prediction(SEP) and the multiple correlation coefficient of validation(R^2_v) on the validation set($n=39$) was used in comparing the prediction accuracy. The SEP value was 0.80(TDN), 0.01(NEL), and 0.01(ME). The relative ability of NIRS to predict digestibility and energy value was very good for CDMD, total digestible nutrients(TDN), net energy for lactation(NEL) and metabolizable energy(ME). This paper shows the potential of NIRS to predict the digestibility and energy value of corn silage as a routine method in feeding programmes and for giving advice to farmers.

(Key words : NIRS, Quality, Digestibility, Energy value, Corn silage)

I. 서 론

일반적인 조사료 품질평가 방법은 대부분 하나의 성분을 분석하기 위해 여러 종류의 분석 과정을 거쳐야 하는 등 시간적 또는 경제적인 비용 부담이 크다. 특히 조사료의 소화율 분석법은 숙련된 기술과 분석에 소요되는 시간이 많이 요구되어 실제로 현장에서 분석 결과를

활용하기에 어려운 점이 많다. 따라서 보다 신속하면서 동시에 여러 성분들을 분석할 수 있는 조사료의 품질 평가 기술 개발이 필요한 실정이다.

근적외선 분광법 (Near Infrared Reflectance Spectroscopy : NIRS)의 이용은 1970년대 초 조사료 성분분석에서 처음으로 실용화되었고 (Norris 등, 1976; Shenk 등, 1976), 이후 그 응용범위를

난지농업연구소 (National Subtropical Agriculture Institute)

* 축산연구소 (National Livestock Research Institute)

** 한국방송통신대학교 (Korea National Open University)

*** 천안연암대학 (Cheonan Yonam College)

**** 서울대학교 (Seoul National University)

Corresponding author : Hyung Soo Park, National Institute of Subtropical Agriculture, Rural development Administration, Jeju 690-150, Korea. E-mail : anpark@rda.go.kr.

확대하여 농업, 식품 및 사료분야 뿐만 아니라 현재는 생화학, 의학, 석유화학, 제약, 고분자 및 섬유분야에 널리 이용되고 있다.

조사료의 소화율은 NDF나 ADF와 같은 섬유소 성분의 함량에 의해서 영향을 받고 또한 리그닌과 헤미셀룰로스 사이의 화학결합의 형태에 의해서도 영향을 받는다(O'Keeffe 등, 1987). 근적외선 분광법을 이용한 조사료의 소화율 분석에 대한 연구 보고에서 Bertrand 등(1987)은 알팔파(Alfalfa)의 *in vitro* 건물소화율 (IVDMD)을 SEP = 2.22%, R² = 0.89로 분석하였고, Smith 및 Flinn (1991)은 혼파목초의 cellulase에 의한 건물소화율 (CDMD)를 SEP = 2.53%, R² = 0.86의 오차범위 내에서 분석 가능하였다고 보고하였다. 또한 De Boever 등 (1996)과 Baker 등 (1994)은 화분과 목초 사일리지의 *in vivo* 소화율을 각각 SEP = 2.9%, R² = 0.75와 SEP = 2.35%, R² = 0.82로 분석한 결과를 보고하였으며, Givens 등 (1991)은 근적외선 분광법을 이용하여 곡류의 짚에 대한 소화율의 분석결과를 각각 SEP = 3.71%, R² = 0.65로 보고하였다.

또한 근적외선 분광법을 이용한 조사료 및 사료의 에너지 평가는 Berglund 등(1990)은 화분과 및 두과의 건초와 사일리지의 대사 에너지 (ME)를 각각 SEP = 0.45, 0.61 및 0.55, 0.70 오차로 측정된 결과를 보고 하였고, De Boever 등 (1996)은 옥수수 사일리지의 대사에너지와 NEL을 각각 SEP = 0.33% R² = 0.71 및 SEP = 2.26%, R² = 0.88로 분석한 연구결과를 보고하였다.

하지만 국내의 근적외선 분광법을 이용한 조사료의 사료가치 평가에 대한 연구는 극히 미진한 실정이며 더욱이 조사료의 에너지 및 소화율 측정에 관한 연구는 거의 이루어지지 않고 있는 실정이다.

따라서 본 연구는 옥수수 사일리지의 사료가치를 기존의 습식분석법 보다 신속하고 정확하게 분석하기 위하여 근적외선 분광법을 이용한 옥수수 사일리지의 소화율 및 에너지 평가 가능성을 타진하기 위하여 수행되었다.

II. 재료 및 방법

1. 옥수수 사일리지 시료 수집

옥수수 사일리지 시료는 경기도 일원에서 옥수수 사일리지를 제조하는 120여 농가에서 대략 1 kg씩 120점을 수집하였으며 수집시 옥수수의 숙기상태, 수확일 및 첨가제의 사용여부를 기록하였다. 수집된 시료는 -20℃ 냉동고에 보관하였다.

2. 옥수수 사일리지의 NIR 스펙트럼 수집

시료는 스펙트럼 수집을 위해 65℃ 순환식 열풍건조기에서 72시간 동안 건조한 후 근적외선 흡광스펙트럼 측정시에 입자크기에 의한 영향을 최소화하기 위해 1 mm 체를 가진 Cyclotec sample mill (Tecator, Rodgau, Germany)로 분쇄하여 밀폐된 플라스틱 용기에 보관하였다. 분쇄된 시료는 직경 55 mm인 원형 시료컵에 약 5 g 정도를 충전하여 근적외 영역의 스펙트럼이 측정 가능한 Near Infrared Spectrophotometer (NIRSystems 6,500, Silver Spring, MD, USA)를 이용하여, 400-2,500 nm의 범위에서 매 2 nm의 간격으로 반사도를 측정 후 검량식 유도를 위해서 흡광도 (log 1/R : absorbance)로 변환시켜 수집하였다.

3. 옥수수 사일리지의 소화율 및 에너지 분석

(1) 소화율 분석

1) IVDMD (*In vitro* dry matter digestibility)

In vitro 건물소화율 분석은 Tilley 및 Terry법 (1963)을 Moore (1970)가 수정한 방법을 이용하였으며 Buffer solution은 Mchougall's artificial saliva를 이용하였고 인공누관이 부착된 Holstein 젖소로부터 아침사료를 급여하기 이전에 위액을 채취하고 소화액으로 사용하였으며 48시간 경과 후 Pepsin + HCl을 처리하였다. 소화율의 측

정시 여과는 1-G2 glass filter를 통과할 수 있도록 진공펌프를 이용하였으며 소화 중 Centrifuge tube는 50 ml를 사용하였다.

2) IVTD (*in vitro* true digestibility)

옥수수 사일리지의 IVTD 분석은 Goering 및 Van Soest(1970) 분석법을 Coors 등(1997)이 수정한 방법으로 Daisy II(ANKOM)를 이용하여 *In vitro* 건물소화율과 동일한 조건에서 분석한 후 남은 잔재물을 다시 NDF 분석법과 동일하게 분석한 후 남은 잔량을 계산하였다.

3) CDMD (DM digestibility determined by cellulase)

섬유소 분해효소인 cellulase에 의한 소화율 분석으로 De Boever 등(1986)의 방법으로 시료 0.3 g을 Pepsin + HCl 용액으로 40℃에서 24시간 동안 배양 후 전분을 가수분해하기 위하여 80℃에서 45분 배양 후 여과하였다. 여과된 잔량은 30 ml cellulase(*Trichoderma viride*; Onozuka R-10, Maruzen Chem. Co. Japan)-buffer 용액을 첨가한 후 40℃에서 24시간 배양하여 다시 여과하였다. 이 과정에서 여과된 잔량을 원시료의 차에 의해 소화율을 구하였다.

(2) 에너지 가치 분석

시료의 TDN, ME 및 NEL에 대한 분석은 Pennsylvania State University에서 제시한 옥수수 사일리지의 에너지 가치 산출법 (Anonymous, 1981) 을 이용하여 계산하였다.

Net Energy of Lactation (NEL) = 1.044 - (.0124 × ADF)

Metabolizable Energy (ME) = .01642 × TDN

Total Digestible Nutrients (TDN) = 31.4 + (53.1 × NEL)

4. 검량식 작성과 검증

총 120개 시료의 스펙트럼을 scoring하여 global H가 3 이상의 값을 갖는 시료를 1차적으로 제거시킨 다음 시료선발에서 neighborhood H값이

0.6의 범위에 있는 73개 파장을 검량식 작성에 이용하였다. 처리기법에 따라 유도된 검량식의 정확성을 검증하기 위하여 각각 미지의 39개 시료를 검정용 (validation) 데이터로 사용하였다.

검량식 작성 알고리즘은 시료의 스펙트럼에서 입자의 크기나 수분에 의한 물리적 성질에 의한 산탄효과를 Standard Normal Variate and Detrending(SNV-D) 전처리 기법을 이용하여 보정한 후 변형부분최소제곱법 (Modified Partial Least Square)을 이용하여 분석하였다. 또한 모든 통계적 처리는 상업용 프로그램인 WINISI (Foss NIRsystem, USA) ver. 1.50을 이용하였다.

작성된 검량식의 평가에는 검량식 결정계수 (Determination Coefficient, R²), SEC (Standard Error of Calibration), SECV (Standard Error of Cross Validation)가 이용되었으며 최적의 검량식은 SECV가 가장 낮은 값을 갖는 것을 선택하였다. 또한, 작성된 검량식을 검증하기 위하여 검량식 작성에 이용되지 않은 미지시료를 이용하여 검량식을 검증하였다. 예측된 값들에 대한 정확도는 SEP (Standard Error of Prediction)로 나타내었다.

III. 결과 및 고찰

1. NIR 스펙트럼의 특성

옥수수 사일리지의 가시 영역, 근적외선 영역의 스펙트럼과 2차 미분 스펙트럼은 Fig. 1과 Fig. 2에서 보는 바와 같다. 옥수수 사일리지 시료의 가시광선 영역에서의 흡수 스펙트럼은 608과 660 nm 근처에서 흡수가 나타나는데 이는 엽록소 a와 b의 흡수에 기인하는 것으로 여겨진다 (Jacquemoud 및 Baret, 1990; Penuelas 및 Filella, 1998). 근적외선 영역에서의 흡수 스펙트럼을 살펴보면 소화율에 관련된 파장대역은 Valdes 등(1987)이 1,722~2,336 nm를 제시했으며 Williams(1987)는 2,294 nm를 제시하였다. 사료 및 조사료의 에너지 가치에 관련된 파장 대역에서 대사에너지는 1,658~1668nm에

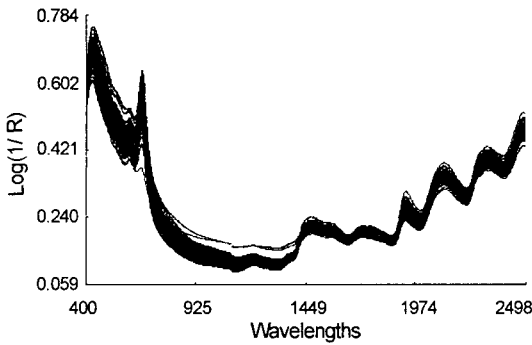


Fig. 1. Visible and near-infrared spectrum of corn silage.

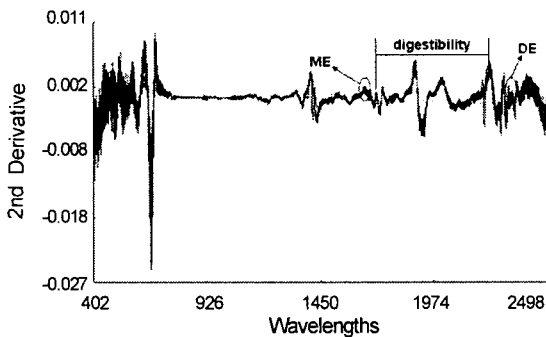


Fig. 2. Second derivatives of visible and near-infrared spectrum of corn silage.

서 흡수가 주로 일어나고 (Givens 등, 1997), 가소화 에너지의 경우 2,322과 2,330nm에서 주로 일어난다고 보고하였다 (Shenk, 1992).

2. 옥수수 사일리지의 소화율 및 에너지 특성

검량식 작성과 검증에 이용되는 옥수수 사일리지의 소화율 및 에너지의 함량 범위, 평균 및 표준편차는 Table 1에서 보는 바와 같다. 강력한 검량식을 유도하기 위한 calibration set는

측정하려는 성분의 화학적 및 스펙트럼의 차이 (Williams, 1987)와 검량식에 의해서 측정될 수 있는 물리화학적 특성의 차이까지 모두 포함할 수 있는 집단이어야 한다고 했다 (Williams 및 Cordiero, 1985). 또한 Valdes 등(1990)은 우수한 검량식을 작성하기 위해서는 calibration set의 구성면에서 모집단을 대표할 수 있는 고른 분포와 넓은 범위를 가지고 있어야한다고 했다. 이는 강력한 검량식을 작성하기 위해서는 검량식 작성 세트의 중요성을 강조한 표현으로서 검량식 작성 세트의 범위가 넓으면 그 만큼 넓은 범위의 성분이 측정가능하다. 또한 넓은 범위를 가진 검량식 세트라 할지라도 성분에 대한 분포빈도가 고르지 못하면 그 만큼 측정 능력이 떨어지게 된다.

옥수수 사일리지의 총 시료($n=112$)의 소화율 함량의 분포를 보면 *in vitro* 건물소화율이 53.6~80.2%로 변이가 가장 크게 나타났으며 *in vitro* true digestibility (IVTD) 함량이 59.4 ~ 84.7%로 가장 작게 나타났다.

3. 검량식 작성 및 검증

옥수수 사일리지 시료의 calibration set의 근적외선 스펙트럼을 측정하여 얻은 흡광도 데이터와 각 항목별 실험실 습식 분석치를 이용하여 검량기법과 스펙트럼 전처리 방법에 따라 검량식을 작성하였다. 작성된 검량식의 예측 능력 평가는 검량식 결정계수 (R^2), SEC (Standard Error of Calibration), SECV (Standard Error of

Table 1. The range in digestibility and energy value of the 112 corn silage

Constituents	Total set($n=112$)			Calibration set($n=73$)			Validation set($n=39$)		
	Range	Mean	SD	Range	Mean	SD	Range	Mean	SD
Digestibility (% DM)									
IVDMD	53.6~80.2	70.1	4.71	54.8~79.9	70.4	4.81	65.0~80.2	70.1	3.84
IVTD	59.4~84.7	73.9	3.91	64.0~83.6	74.1	3.86	68.4~84.7	73.9	3.41
CDMD	57.1~75.7	67.8	4.02	57.3~75.7	4.2	4.31	60.8~74.8	68.0	3.32
Energy value									
TDN (% DM)	62.3~73.8	68.4	2.65	62.3~73.8	68.4	2.75	63.7~73.1	68.5	2.32
NEL (Mcal/kg, DM)	0.58~0.80	0.7	0.05	0.58~0.80	0.7	0.05	0.61~0.79	0.7	0.04
ME (Mcal/kg, DM)	1.02~1.21	1.12	0.04	1.02~1.21	1.12	0.05	1.05~1.20	1.1	0.04

Cross-Validation) 그리고 R^2_{cv} (Coefficient of Determination for Cross Validation)가 이용되어 지는데 결정계수(R^2 , R^2_{cv})는 높을수록, SEC와 SECV는 낮을수록 우수한 검량식이라고 하였다 (Shenk 및 Westerhaus, 1991; Adesogan 등, 1998).

(1) 소화율

옥수수 사일리지의 소화율 분석방법에 따른 검량식 작성 및 검증 결과는 Table 2와 Fig. 3에서 보는 바와 같다. 근적외선 분광법을 이용한 옥수수 사일리지의 *in vitro* 건물소화율에 대한 검량식 작성에 대한 예측은 $SECV = 1.73\%$, $R^2_{cv} = 0.83$ 으로 나타났으며 검증 결과는 $SEP = 1.57\%$, $R^2_v = 0.70$ 으로 나타났다. 본 연구의 결과는 Park 등(1997)이 근적외선 분광법을 이용하여 목초 사일리지의 organic matter digestibility (OMD)를 예측한 결과 ($SECV = 2.20\%$, $R^2_{cv} = 0.90$) 보다 다소 낮게 나타났다. 또한 Bertrand 등(1987) 및 O'Keeffe 등(1987)도 각각 MPLS

기법을 이용하여 목초 사일리지와 알팔파 사일리지의 IVDMD를 $SEP = 2.96\%$ ($R^2_v = 0.72$), $SEP = 2.22\%$ ($R^2_v = 0.89$)로 측정된 결과를 보고하였다. 한편 O'Keeffe 등(1987)은 사일리지의 IVDMD를 측정하기 위한 Tilley 및 Terry (1963) 법의 측정 표준편차는 0.85%인데 반해 근적외선 분광법의 측정에 대한 표준편차는 0.77%로 근적외선 분광법의 우수성을 보고하였다.

In vitro true digestibility (IVTD) 는 소화율과 가소화 NDF를 평가하는데 사용되어지는데 옥수수 사일리지의 IVTD 측정을 위한 검량식 작성 결과는 $SECV = 1.13\%$, $R^2_{cv} = 0.88$ 로 비교적 예측능력이 우수한 검량식으로 판단되었으며 작성된 검량식의 검증 결과는 $SEP = 1.07\%$, $R^2_v = 0.73$ 로 비교적 양호 측정 능력을 나타내었다.

옥수수 사일리지의 cellulase digestibility (CDMD)에 대한 검량식 작성 및 검증 결과는 $SECV = 1.74\%$, $R^2 = 0.93$ 으로 다른 소화율 분석법보다 우수한 예측 능력을 보였으며 작성된 검량식의

Table 2. The calibration and validation statistics for the prediction of digestibility of corn silage

Constituents	Calibration				Validation	
	SEC ¹⁾	R ²	SECV ²⁾	R ² _{cv} ³⁾	SEP ⁴⁾	R ² _v ⁵⁾
Digestibility (% DM)						
IVDMD	1.22	0.92	1.73	0.83	1.57	0.70
IVTD	0.97	0.91	1.13	0.88	1.07	0.73
CDMD	1.20	0.93	1.74	0.91	1.48	0.77

1) Standard error of calibration, 2) Standard error of cross validation, 3) Multiple correlation coefficient of cross validation, 4) Standard error of prediction, 5) Multiple correlation coefficient of validation.

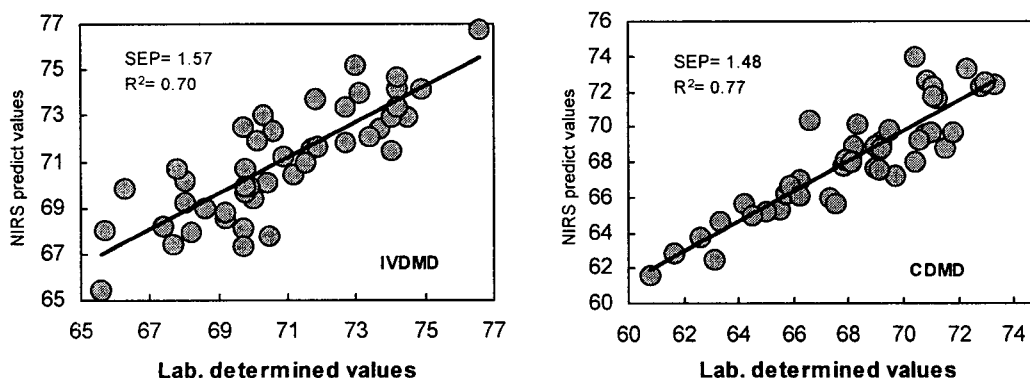


Fig. 3. Relationships between laboratory determined and NIRS predicted IVDMD and CDMD values of corn silage.

검증 결과는 SEP=1.48%, R²_v=0.77로 나타났다. Jocelyne 등(1996)은 반추가축 사료에 대한 CDMD 검량식 작성 결과는 SECV=1.18, R²=0.91로 본 연구결과와 비슷한 결과를 보고하였다. 반면 Smith 및 Flinn(1991)은 혼파목초의 cellulase에 의한 건물소화율(CDMD)를 SEP=2.53%, R²=0.86으로 분석하여 본 연구 결과보다 다소 낮게 나타났다. CDMD에 대한 근적외선분광법의 결과가 우수한 것은 다른 소화율 실험법보다 분석시 실험 오차 즉 반추동물의 요인이 적은데서 기인된 것으로 정확한 습식분석치의 확보가 정확한 검량식 작성에 중요한 하나의 요인이라고 생각된다.

근적외선 분광법을 이용한 소화율 측정에 대한 본 연구결과를 보면 IVDMD의 경우 습식 분석과정에서 실제 반추위액을 사용함으로써 실험동물의 요인으로 인하여 습식분석치의 실험오차가 크게 반영되어 다른 소화율 분석법보다 예측 정확성이 다소 떨어지는 경향을 보였

다. 따라서 근적외선 분광법을 이용한 소화율 측정에 관한 검량식 작성은 성분이 다양한 많은 수의 시료 확보와 정확하고 일관된 조건에서 분석된 정확한 실험실 데이터가 확보되어야 한다고 생각된다.

(2) 에너지가

옥수수 사일리지의 에너지 측정에 따른 검량식 작성 및 검증 결과는 Table 3과 Fig. 4에서 보는 바와 같다. 옥수수 사일리지의 total digestible nutrition(TDN) 함량을 측정하기 위해 작성된 검량식 및 검증 결과는 SECV=0.69%, R²_{cv}=0.94로 나타났으며 미지시료를 이용하여 검증한 결과는 SEP=0.80%, R²_v=0.85로 우수한 평가 능력을 나타냈다.

NEL과 ME를 측정하기위해 작성된 검량식의 상호검증(SECV) 결과는 0.02 Mcal(R²_{cv}=0.93, R²_{cv}=0.90)로 나타났으며 작성된 검량식의 검증 (SEP) 결과는 0.01 Mcal (R²_v=0.88)로 나타

Table 3. The calibration and validation statistics for the prediction of energy value of corn silage

Constituents	Calibration				Validation	
	SEC ¹⁾	R ²	SECV ²⁾	R ² _{cv} ³⁾	SEP ⁴⁾	R ² _v ⁵⁾
Energy Value						
TDN (% DM)	0.48	0.97	0.69	0.94	0.80	0.85
NEL (Mcal/kg, DM)	0.01	0.97	0.02	0.93	0.01	0.88
ME (Mcal/kg, DM)	0.01	0.94	0.02	0.90	0.01	0.88

¹⁾ Standard error of calibration, ²⁾ Standard error of cross validation, ³⁾ Multiple correlation coefficient of cross validation, ⁴⁾ Standard error of prediction, ⁵⁾ Multiple correlation coefficient of validation.

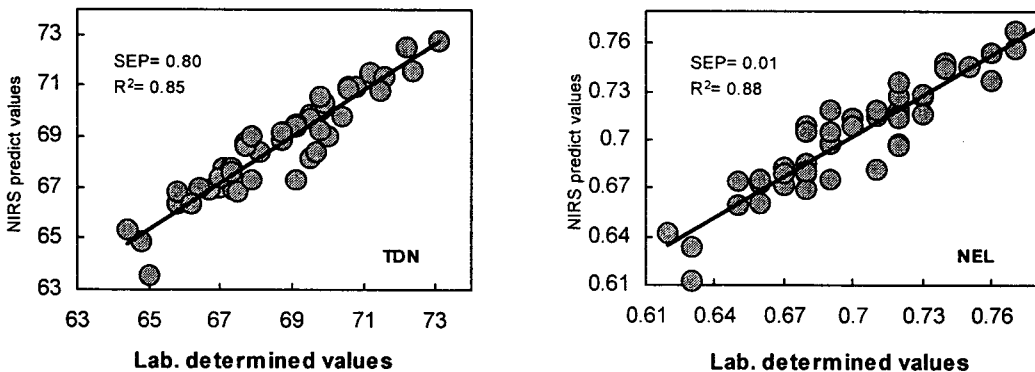


Fig. 4. Relationships between laboratory determined and NIRS predicted TDN and NEL value of corn silage.

났다. De Boever 등(1996; 1997)은 NIRS를 이용하여 목초 사일리지의 NEL 함량을 예측하였는데 $SECV = 0.34$ MJ/kg 오차로 측정할 수 있음을 보고하였으며 또한 옥수수 사일리지의 NEL 함량을 측정하였는데 $SEC = 0.23$ MJ/kg 오차로 측정 가능하다고 하였다. 또한 Jocelyne 등(1996)은 근적외선분광법을 이용하여 돼지의 배합사료 내 ME를 평가하였는데 검량식의 상호검증 결과($SECV$)를 0.43 MJ/kg, $SEP = 0.37$ MJ/kg의 오차로 측정 가능하였다. 본 시험의 옥수수 사일리지의 에너지 평가 결과는 위의 연구결과보다 다소 우수한 측정결과를 보였는데 이는 검량식 작성에 사용된 시료집단의 ME와 NEL 함량의 범위가 작고 또한 시료내 에너지 함량이 농후사료에 비해 소량존재하기 때문에 시료집단의 편차가 작아서 상대적으로 측정오차가 낮게 나타난 것으로 생각되어진다.

IV. 요약

본 시험의 목적은 옥수수 사일리지의 소화율 및 에너지가치를 신속하고 정확하게 평가하는 방법으로서 근적외선분광법(NIRS)의 이용성을 확대하고 동시에 더욱 정확한 검량식을 유도하기 위하여 수행되었다. 112점의 옥수수 사일리지 시료를 이용하여 근적외선분광기를 이용하여 스펙트럼을 수집하였다. 검량기법은 변형부분최소자승회귀법(MPLS), 산란보정법은 SNV-D 또한 1,4,4,1 수처리 방법을 이용하여 검량식을 작성하였다. 옥수수 사일리지의 소화율 측정방법에 따른 근적외선분광법의 예측 능력은 IVDMD, IVTD 및 CDMD 함량에서 각각 $SEP = 1.57\%$ ($R^2v = 0.70$), $SEP = 1.13\%$ ($R^2v = 0.73$) 및 $SECV = 1.74\%$ ($R^2v = 0.77$)로 나타났으며 에너지를 예측하기 위한 검량식 작성 및 검증 결과는 TDN, NEL 및 ME 함량에서 각각 $SECV = 0.69\%$ ($R^2v = 0.85$), $SECV = 0.02\%$ ($R^2v = 0.88$) 및 $SECV = 0.02\%$ ($R^2v = 0.88$)로 비교적 양호한 결과를 나타냈다.

V. 인용 문헌

- Adesogan, A.T., E. Owen, and D.I. Givens. 1998. Prediction of the *in vivo* digestibility of whole crop wheat from *in vitro* digestibility, chemical composition, *in situ* rumen degradability, *in vitro* gas production and near infrared reflectance spectroscopy. *Anim. Feed Sci. Technol.* 74:259-272.
- Anonymous. 1981. Proceedings 41st Semiannual Meeting. Am. Feed Manufacturers Association. Lexington, Ky. pp. 16-17.
- Baker, C.W., D.I. Givens, and E.R. Deaville. 1994. Prediction of organic matter digestibility *in vivo* of grass silage by near infrared reflectance spectroscopy: effect of calibration method, residual moisture and particle size. *Anim. Feed Sci. Technol.* 50:17-26.
- Berglund, I., K. Larsson, and W. Indberg. 1990. Estimation of metabolizable energy for ruminants by near infrared reflectance photometry using multivariate methods. *J. Sci. Food Agric.* 52:339-349.
- Bertrand, D., M. Lila, V. Furtoss, P. Robert, and G. Downey. 1987. Application of principal component analysis to the prediction of lucerne forage protein content and *in vitro* dry matter digestibility by NIR spectroscopy. *J. Sci. Food Agric.* 41:299-307.
- Coors J.G., K.A. Albrecht and E.J. Bures. 1997. Ear-fill effects on yield and quality of silage corn. *Crop Sci.* 37:243-247.
- De Boever, J.L., B.G. Cottyn, F. Buysse, F.W. Wainman and J.M. Vanacker. 1986. The use of an enzymatic technique to predict digestibility, metabolizable and net energy of compound feedstuffs for ruminants. *Anim. Feed Sci. Technol.* 14:203-214.
- De Boever, J.L., B.G. Cottyn, D.L. De Brabander, J.M. Vanacker, and C.V. Boucque. 1996. Prediction of the feeding value of grass silages by chemical parameters, *in vitro* digestibility and near infrared reflectance spectroscopy. *Anim. Feed Sci. Technol.* 60: 103-115.
- De Boever, J.L., B.G. Cottyn, D.L. De Brabander, J.M. Vanacker, and C.V. Boucque. 1997. Prediction

- of the feeding value of maize silages by chemical parameters, *in vitro* digestibility and NIRS. *Anim. Feed Sci. Technol.* 66:211-212.
10. Givens, D.I., C.W. Baker, A.R. Moss and A.H. Adamson. 1991. A comparison of near infrared reflectance spectroscopy with three *in vitro* techniques to predict the digestibility *in vivo* of untreated and ammonia-treated cereal straws. *Anim. Feed Sci. Technol.* 35:83-94.
 11. Givens, D.I., J.L. De Boever, and E.R. Deaville. 1997. The principles, practices and some future applications of near infrared spectroscopy for predicting the nutritive value of foods for animals and humans. *Nutr. Res. Rev.* 10:83-114.
 12. Goering H.K. and P.J. Van Soest. 1970. Forage fiber analysis (Apparatus, reagents, procedures, and some applications). Washington, DC: USDA-ARS Agric. Handb. 379.
 13. Jacquemoud, S. and F. Baret. 1990. Prospect: A model of leaf optical properties spectra. *Remote Sensing Environ.* 34:75-91.
 14. Jocelyne Aufrere, Dominique Graviou, C. Demarquilly, J.M. Perez and J. Andrieu. 1996. Near infrared reflectance spectroscopy to predict energy value of compound feeds for swine and ruminants. *Anim. Feed Sci. Technol.* 62:77-90.
 15. Moore, J. E. 1970. Procedure for the two-stage *in vitro* digestion of forage. In L. E. Harrison(ed.) *Nutrition research technique for domestic and wild animals.* Utah State Univ., Logan, USA.
 16. Norris, K.H., R.F. Barnes, J.E. Moore, and J.S. Shenk. 1976. Predicting forage quality by near infrared reflectance spectroscopy. *J. Anim. Sci.* 43: 889-897.
 17. O'Keeffe, M., G. Downey and J.C. Brogan. 1987. The use of near infrared reflectance spectroscopy for predicting the quality of grass silage. *J. Sci. Food Agric.* 38: 209-216.
 18. Park, R.S., F.J. Gordon, R.E. Agnew, R.J. Barnes, and R.W.J. Steen. 1997. The use of near infrared reflectance spectroscopy on dried samples to predict biological parameters of grass silage. *Anim. Feed Sci. Technol.* 68: 235-246.
 19. Penuelas, J. and I. Filella. 1998. Visible and near infrared reflectance techniques for diagnosing plant physiological status. *Trends in Plant Science.* 3:151-156.
 20. Shenk, J.S., M.O. Westerhaus, and M.R. Hoover. 1976. Analysis of forages by infrared reflectance. *J. Dairy Sci.* 62:807-812.
 21. Shenk, J.S. 1992. NIRS analysis of natural agricultural products. In K.I. Hildrum, T. Isaaksson, T. Naes, and A. Tandberg (Eds.) *Near Infra-red Spectroscopy. Bridging the gap between data analysis and NIR applications.* London: Ellis Horwood. pp. 235-240.
 22. Shenk, J.S. and M.O. Westerhaus. 1991. Population definition, sample selection, and calibration procedures for near infrared reflectance spectroscopy. *Crop Sci.* 31:469-474.
 23. Smith, K.F. and P.C. Flinn. 1991. Monitoring the performance of a broad-based calibration for measuring the nutritive value of two independent populations of pasture using near infrared reflectance (NIR) spectroscopy. *Aust. J. Exp. Agric.* 31:205-210.
 24. Tilley, I.M.A. and R.A. Terry. 1963. A two-stage technique for the *in vitro* digestion of forage crops. *J. Bri. Grassl. Soc.* 18:104-111.
 25. Valdes, E.V., G.E. Jones, and G.J. Hoekstra. 1990. Effect of growing year and application of a multi-year calibration for predicting quality parameters by near infrared reflectance spectroscopy in whole-plant corn forage. *Can. J. Plant Sci.* 70:747-755.
 26. Valdes, E.V., R.B. Hunter, and L. Pinter. 1987. Determination of quality parameters by near infrared reflectance spectroscopy in whole-plant corn silage. *Can. J. Plant Sci.* 67: 747-754.
 27. Williams, P.C. 1987. Variables affecting near-infrared reflectance spectroscopic analysis. In P. Williams and K. Norris (Eds.) *Near-Infrared Technology in the agricultural and food industries.* St. Paul, MN: Am. Assoc. of Cereal Chemists Inc. pp. 143-167.
 28. Williams, P.C. and H.M. Cordiero. 1985. Effect of calibration practice on correction of errors induced in near-infrared protein testing of hard red spring wheat by growing location and season. *J. Agric. Sci.(Cambridge)* 104:113-123.