

## Raps im ökologischen Landbau – Qualitätsbewertung mit Hilfe der Nah-Infrarot-Spektroskopie (NIRS)

### Oil seed rape in Organic farming – evaluation of the quality by near infrared spectroscopy

K. Aulrich<sup>1</sup> und H. Böhm<sup>1</sup>

**Keywords:** food quality, crop farming, oil seed rape

**Schlagwörter:** Lebensmittelqualität, Pflanzenbau, Raps

#### Abstract:

*The demand for organic oil seed rape is very high. The reason is, rape oil plays an important role in human nutrition and rape cake in animal nutrition. The range of variation in the quality of oil seed rape required a fast and easy analytical method for the determination of the main ingredients. Near-infrared spectroscopy (NIRS) is known for its rapidity and accuracy and may become a useful tool in predicting the quality of organic growing oil seed rape. The aim of the investigations was to evaluate the ability of NIRS to predict the content of oil and fatty acids in full fat oil seed rape without any preparation. Spectra from 125 rape samples were scanned in the spectral range from 1000 to 2500 nm and used to develop NIRS equations. Two-third of the samples were used in the calibration set and the remaining samples in the validation set. NIRS equations were calculated by partial least square regression and different pretreatments of spectra. Prediction was successful for oil content ( $r=0.97$ ) with an standard error of prediction of 0.42. The fatty acids were also successfully predicted with regression coefficients from 0.86 to 0.97 with exception of the erucic acid. But the content of erucic acid is quite low, the prediction of the content was not satisfying. The obtained results indicated that the NIRS could be successful used in the prediction of ingredients in oil seed rape without sample preparation and therefore for the fast assessment of product quality in oil seed rape.*

#### Einleitung und Zielsetzung:

Raps aus ökologischem Anbau wird stark nachgefragt, da er aufgrund der Fettsäurezusammensetzung ein wertvolles Öl für die Humanernährung liefert und andererseits der Rapspresskuchen ein hochwertiges Futtermittel darstellt. Dieses wird künftig an Bedeutung gewinnen, da die EU-VO 2092/91 ab 2011 den Einsatz ausschließlich ökologisch erzeugter Futtermittel in der ökologischen Tierhaltung vorschreibt. Die Qualitätsbewertung des ökologisch erzeugten Rapses erfordert eine zeitnahe, leistungsstarke und möglichst kostengünstige Analytik der wichtigsten Inhaltsstoffe. Hier bietet sich die NIRS an, die aufgrund ihrer Schnelligkeit, Zuverlässigkeit und geringen Kosten seit Jahren Einzug in weite Bereiche der Lebens- und Futtermittelanalytik hält (WANG et al. 2004). So wird mit der NIRS erfolgreich Qualitätskontrolle in der Mühlenindustrie betrieben (MIRALBES 2004), die Fettsäuremuster in Schweine- (GONZALEZ-MARTIN et al. 2003) oder Kaninchenfleisch (PLA et al. 2007) und Eigelb (ZOTTE et al. 2006) geschätzt oder Inhaltsstoffe in Futtermitteln (AULRICH & BÖHM 2005, XICCATO et al. 2003) bestimmt, um nur einige Anwendungen zu nennen. Ein weiterer Vorteil der NIRS in der Qualitätskontrolle von Raps wäre gegeben, wenn es möglich wäre, die Bestimmung der Inhaltsstoffe durch Messung der Ganzkörner

---

<sup>1</sup>Institut für ökologischen Landbau, Bundesforschungsanstalt für Landwirtschaft, Trenthorst 32, 23847 Westerau, Deutschland, k.aulrich@fal.de, herwart.boehm@fal.de

vorzunehmen. Dadurch könnte der enorme Aufwand, der für die Probenvorbereitung im Besonderen für die Fettsäureanalytik erforderlich ist, deutlich reduziert werden.

Ziel der Untersuchungen war es daher, Kalibrierungen für den Ölgehalt und die Fettsäuren im Raps zu erstellen und diese auf ihre Güte zur Vorhersage der genannten Inhaltsstoffe zu prüfen.

### **Methoden:**

In den Jahren 2003 und 2004 wurden Anbau- und Sortenversuche mit Raps in 4-facher Wiederholung auf dem Versuchsbetrieb des Instituts für ökologischen Landbau der FAL in Trenthorst angelegt. Die Sortenversuche wurden in Kooperation mit der Landwirtschaftskammer Schleswig-Holstein durchgeführt. Nach der Ernte erfolgte die Reinigung und Nach Trocknung der Proben bei ca. 30 °C. Anschließend wurden die Proben NIR-spektroskopisch als auch mittels klassischer Analytik untersucht. Dazu erfolgte die Aufnahme der NIR-Spektren der Ganzkörner am FT-NIR-Spektrometer (NIRLab 200, Fa. Büchi, Essen) im Spektralbereich von 1000-2500 nm mit einer Schrittweite von 1 nm in diffuser Reflexion. Jede Probe wurde dreimal gescannt und daraus das Mittelwertspektrum gebildet.

Für die Referenzanalytik wurden die Proben 16 h bei 105 °C getrocknet. Im Anschluss daran erfolgte die Bestimmung des Ölgehaltes in den Ganzkörnern durch magnetische Kernresonanzspektroskopie (NMR) nach den Vorschriften der VDLUFA (1997). Die Fettsäuren wurden nach Homogenisierung der Proben, Extraktion des Fettes und Veresterung der Fettsäuren gaschromatographisch mit einem Flammenionisationsdetektor bestimmt (VDLUFA 1997).

Die mit Hilfe der Referenzanalytik ermittelten Daten dienen der Erstellung der Kalibrationsgleichungen für die Schätzung des Ölgehaltes und der Gehalte der einzelnen Fettsäuren.

Zwei Drittel der aufgenommenen Spektren und die dazu gehörenden Referenzdaten wurden für den Kalibrationsdatensatz und ein Drittel für den Validationsdatensatz verwendet. Nach Export der spektralen Daten in das Softwarepaket NIRCal (Fa. Büchi, Essen) wurde für jeden zu schätzenden Inhaltsstoff das beste mathematische Modell ermittelt, wobei sich die PLS (Methode der partiellen kleinsten Fehlerquadrate) als geeignet für alle Inhaltsstoffe herauskristallisierte. Im weiteren wurden verschiedene Ableitungen, Glättungen und Normalisierungen für jeden Inhaltsstoff einzeln geprüft und das Optimum der Vorhersage bestimmt. Zur Beurteilung der Güte der Vorhersage wurden der Standardfehler der Kalibration (SEE), der Standardfehler der Validation (SEP), die Regressionskoeffizienten von Kalibration ( $R_K$ ) und Validation ( $R_V$ ) herangezogen.

### **Ergebnisse und Diskussion:**

Mit den für die Untersuchungen zur Verfügung stehenden 125 Rapsproben wurden die in Tab. 1 aufgeführten Ergebnisse erhalten. Der Ölgehalt im Raps, der bei den Referenzproben in der Spannbreite von 45 und 58% lag, konnte mit einem Schätzfehler von 0,42% vorhergesagt werden. Die Regressionskoeffizienten für Kalibration und Vorhersage betragen 0,97 und können als sehr gut eingeschätzt werden. Auch die Vorhersagequalitäten für die überwiegende Anzahl der Fettsäuren sind als sehr gut einzuschätzen. So ist der Fehler der Vorhersage des Ölsäuregehaltes mit 0,34% bei Gehalten von 59-65% sehr gering, auch der Regressionskoeffizient von 0,97 belegt die Güte der vorangegangenen Kalibration. Die ungesättigten Fettsäuren können mit der erstellten Kalibration erfolgreich geschätzt werden, was an den geringen Fehlern von 0,38% für Linolsäure bzw. 0,2% für Linolensäure deutlich wird. Lediglich die Vorhersage der Erucasäuregehalte ist unbefriedigend, die allerdings mit 0,006-0,9% sehr gering sind und zudem stark schwanken.

Die erreichten Schätzgenauigkeiten für den Ölgehalt und die Fettsäuren mit Ausnahme der Erucasäure liegen auf dem Niveau der bisher publizierten Daten (PLA et al. 2007, ZOTTE et al. 2006).

Tab. 1: Statistische Kennzahlen zur Beurteilung der Schätzgenauigkeit (SEE: Standardfehler der Kalibrierung, SEP: Standardfehler der Validation,  $R_K$ : Regressionskoeffizient der Kalibrierung,  $R_V$ : Regressionskoeffizient der Validation) der erstellten Kalibrationsgleichungen zur Vorhersage des Ölgehaltes und der Fettsäuregehalte in Raps.

Inhaltsstoff	Spannbreite (%)	Kalibrierung (n=89)		Validierung (n=36)	
		SEE	$R_K$	SEP	$R_V$
Ölgehalt	45-58	0,42	0,97	0,42	0,97
Palmitinsäure C16:0	3,9-4,8	0,082	0,87	0,085	0,86
Stearinsäure C18:0	1,67-2,27	0,033	0,96	0,044	0,95
Ölsäure C18:1	59,6-65,6	0,34	0,95	0,34	0,97
Linolsäure C18:2	16,4-21,4	0,24	0,97	0,38	0,97
Linolensäure C 18:3	7,75-10,67	0,15	0,98	0,20	0,97
Eicosansäure C 20:0	0,51-0,70	0,02	0,89	0,02	0,89
Eicosensäure C 20:1	0,94-1,67	0,06	0,90	0,06	0,91
Behensäure C 22:0	0,19-0,41	0,01	0,94	0,01	0,89
Erucasäure C 22:1	0,006-0,9	0,1	0,55	0,09	0,58
Lignocerinsäure C 24:0	0,001-0,07	0,009	0,84	0,009	0,84
Nervonsäure C 24:1	0,19-0,49	0,017	0,93	0,018	0,91

### Schlussfolgerungen:

Die erstellten Kalibriergleichungen sind gut geeignet, den Ölgehalt und die langkettigen Fettsäuren in Raps mit Hilfe der NIRS vorherzusagen. Eine Ausnahme bildet die Erucasäure, die bisher nicht zufriedenstellend geschätzt werden kann, hier muss durch Vergrößerung des Stichprobenumfangs an der Güte der Vorhersage gearbeitet werden.

Eine aufwendige Probenvorbereitung entfällt, da es möglich ist, Raps in Form von Ganzkörnern NIR-spektroskopisch zu untersuchen. Damit bietet sich die NIRS an, Raps einfach und schnell direkt nach der Ernte auf seine Qualität zu prüfen.

### Danksagung:

Wir danken Frau Christel Methner und Herrn Dirk Hillegeist vom Institut für Pflanzenbau und Grünlandwirtschaft der FAL Braunschweig herzlich für die freundliche Unterstützung bei der Fettsäureanalytik und der Ölgehaltsbestimmung mittels NMR.

### Literatur:

Aulrich K., Böhm H. (2005): Schätzung von Inhaltsstoffen einheimischer Leguminosen mit Hilfe der Fourier-Transform Nah-Infrarot-Spektroskopie (NIRS). In: Heß J., Rahmann G. (Hrsg): Ende der Nische. Beiträge zur 8. Wissenschaftstagung Ökologischer Landbau, Kassel, 1.-4. März 2005. Kassel, S. 377-378.

Miralbes C. (2004): Quality control in the milling industry using near infrared transmittance spectroscopy. Food Chem 88: 621-628.

Pla M., Hernandez P., Arino B., Ramirez J. A., Diaz I. (2007): Prediction of fatty acid content in rabbit meat and discrimination between conventional and organic production systems by NIRS methodology. Food Chem 100: 165-170.

Wang D. J., Zhou X. Y., Jin T. M., Hu X. N., Zhong J. E., Wu Q. T. (2004): Application of near-infrared spectroscopy to agriculture and food analysis. Spectrosc Spect Anal 24: 447-450.

9. Wissenschaftstagung Ökologischer Landbau.

Beitrag archiviert unter <http://orgprints.org/view/projects/wissenschaftstagung-2007.html>

Xiccato G., Trocino A., De Boever J. L., Maertens L., Carabano R., Pascual J. J., Perez J. M., Gidenne T., Falcao-E-Cunha L. (2003): Prediction of chemical composition, nutritive value and ingredient composition of European compound feeds for rabbits by near infrared reflectance spectroscopy (NIRS). *Anim Feed Sci Technol* 104: 153-168.

Zotte A. D., Berzaghi P., Jansson L.-M., Andrighetto I. (2006): The use of near-infrared reflectance spectroscopy (NIRS) in the prediction of chemical composition of freeze-dried egg yolk and discrimination between different *n*-3 PUFA feeding sources. *Anim Feed Sci Technol* 128: 108-121.

VDLUFA (1997): Methodenbuch Band III. Die chemische Untersuchung von Futtermitteln. VDLUFA-Verlag, Darmstadt.

Archived at <http://orgprints.org/9709/>