

Project: 505.3070

Ontwikkeling van (snelle) analysemethoden in het kader van het onderzoekprogramma

"Plant aardige technische oliën als nieuwe landbouwgrondstoffen voor de industrie" -

Nationaal Olieprogramma

Plv. projectleider: H.J. van der Kamp

Rapport 92.19

April 1992

BEPALING VAN HET OLIEGEHALTE VAN HET ZAAD VAN CRAMBE
ABYSSINICA, EUPHORBIA LAGASCAE, DIMORPHOTHECA PLUVIALIS
EN LIMNANTHES ALBA MET LAGE RESOLUTIE PULS NMR

H.J. van der Kamp, J.J. van Oostrom en F.P.F. Groenendijk

Afdeling: Algemene Chemie

DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT-DLO)

Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen

Postbus 230, 6700 AE Wageningen

Telefoon 08370-75400

Telex 75180 RIKIL

Telefax 08370-17717

Copyright 1992, Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten.
Overname van de inhoud is toegestaan, mits met duidelijke bronvermelding.

VERZENDLIJST

INTERN:

directeur
afdelingshoofden
projectleider
afdeling Algemene Chemie (4x)
programmabeheer en informatieverzorging (2x)
circulatie
bibliotheek (3x)
dr. ir. A. Lommen

EXTERN:

Dienst Landbouwkundig Onderzoek, ir. C. Eerkens
Directie Milieu, Kwaliteit en Voeding
Directie Wetenschap en Technologie, dr. ir. J.P.M. Papenhuijzen
Directie Industrie en Handel, ir. J.A. Cornelese
Directie Akker- en Tuinbouw, ir. C.M.M. van Winden
Centrum voor Plantenveredelings- en Reproductie Onderzoek,
ir. L.J.M. van Soest en ir. F. Mulder
Instituut voor Agrotechnologisch Onderzoek, drs. B.G. Muuse en L.A.M. van Zeeland
Centrum voor Agrobiologisch Onderzoek, ir. W. Meijer
Proefstation voor de Akkerbouw en de Groenteteelt in de Vollegrond, ir. G. Borm
Instituut voor Mechanisatie, Arbeid en Gebouwen, ir. A. Bouman
Cebeco Handelsraad Rotterdam, ir. N.M. Knottnerus
Landbouwuniversiteit Wageningen, dr. H. van As

ABSTRACT

Bepaling van het oliegehalte van het zaad van *Crambe abyssinica*, *Euphorbia lagascae*, *Dimorphotheca pluvialis* en *Limnanthes alba* met lage resolutie puls NMR

Determination of the oil content of the seeds of *Crambe abyssinica*, *Euphorbia lagascae*, *Dimorphotheca pluvialis* and *Limnanthes alba* by low resolution pulsed NMR (in Dutch)

Report 92.19

April 1992

H.J. van der Kamp, J.J. van Oostrom en F.P.F. Groenendijk

DLO-State Institute for Quality Control of Agricultural Products (RIKILT-DLO)
PO Box 230, 6700 AE Wageningen, The Netherlands.

6 figures, 2 references, 2 annexes

Pulsed nuclear magnetic resonance (NMR) has been used for rapid nondestructive determination of the oil content of the seeds of *Crambe abyssinica*, *Euphorbia lagascae*, *Dimorphotheca pluvialis* and *Limnanthes alba*. Samples were measured using two minispec pc 20 (Bruker) instruments fitted with a 13 mm RTA or a 40 mm RTA probehead. The measurements were made using a spin-echo technique with experiment definition modules EDM 321 A (fat).

Samples were divided in representative subsamples using a Retsch Laboratory Turning Tube Divider because the different seed types were very inhomogenous.

Using the NMR with a 13 mm RTA probehead it can be stated that with a 95% confidence the determined oil content of *Crambe abyssinica* has been within $\pm 1.2\%$, of *Euphorbia lagascae* within $\pm 0.92\%$, of *Limnanthes alba* within $\pm 1.1\%$ of the values obtained by the reference method.

Using the NMR with a 40 mm RTA probehead it can be stated that with a 95% confidence the determined oil content of *Crambe abyssinica* has been within $\pm 0.72\%$, of *Euphorbia lagascae* within $\pm 0.40\%$, of *Dimorphotheca pluvialis* winged achenes (disc achenes) within $\pm 1.1\%$ of *Dimorphotheca pluvialis* unwinged achenes (ray achenes) within $\pm 1.2\%$ of the values obtained by the reference method. *Dimorphotheca pluvialis* must be measured at a temperature of 40°C. With the reference method the oil content is determined by grinding the seeds in petroleum ether (40-60) using a ball-mill followed by Soxhlet extraction.

Keywords: *Crambe abyssinica*, *Euphorbia lagascae*, *Dimorphotheca pluvialis*, *Limnanthes alba*, oil content, low resolution pulsed NMR.

VOORWOORD

Het ATO-DLO heeft de Minispec PC20 met de 40mm monstercup beschikbaar gesteld voor het meten van de diverse zaden. Hiervoor hartelijk dank.

SAMENVATTING

In het kader van het agrificatie-onderzoekprogramma van het Ministerie van LNV "Plantaardige technische oliën als nieuwe landbouwgrondstoffen voor de industrie" (Nationaal Olieprogramma) zijn de mogelijkheden onderzocht om het oliegehalte van *Crambe abyssinica*, *Euphorbia lagascae*, *Dimorphotheca pluvialis* en *Limnanthes alba* met lage resolutie Nuclear Magnetic Resonance (NMR) te bepalen. Met NMR is het mogelijk snel en niet-destructief het oliegehalte van zaden te bepalen. In dit onderzoek is extra aandacht besteed aan het maken van een representatief analysemonster uit het aangeboden monster.

Het oliegehalte is gravimetrisch bepaald na malen en extractie met petroleum-ether.

De NMR-metingen zijn uitgevoerd met 2 puls-NMR-apparaten (Minispec pc20 van Bruker) met verschillende monstercups (13mm en 40mm) waarbij gemeten wordt aan 3ml of 30ml zaad.

Het splitsen van de aangeboden monsters in representatieve submonsters met het Retsch-monsterverdeelapparaat is van grote invloed op de nauwkeurigheid waarmee het oliegehalte met NMR bepaald kan worden, in het bijzonder wanneer gemeten wordt aan een kleine hoeveelheid monster zoals bij de 13 mm NMR (monstercup van 3ml) het geval is. De olie bepaling met de 40mm NMR (monstercup van 30ml) is nauwkeuriger dan met de 13mm NMR hetgeen ook de verwachting was. De keuze van het te gebruiken apparaat is dan ook afhankelijk van de hoeveelheid zaad die beschikbaar is. Wel geldt voor beide apparaten dat de absolute hoeveelheid olie in de monstercup een grote invloed heeft op de nauwkeurigheid waarmee het oliegehalte kan worden bepaald.

Met de Minispec pc20 met 13mm monstercup kan het oliegehalte van *Crambe abyssinica* bepaald worden met een nauwkeurigheid (95% betrouwbaarheidsinterval) van $\pm 1.2\%$, van *Euphorbia lagascae* met een nauwkeurigheid van $\pm 0.92\%$ en van *Limnanthes alba* met een nauwkeurigheid van $\pm 1.1\%$.

Met de Minispec pc20 met 40mm monstercup kan het oliegehalte van *Crambe abyssinica* bepaald worden met een nauwkeurigheid (95% betrouwbaarheidsinterval) van $\pm 0.72\%$, van *Euphorbia lagascae* met een nauwkeurigheid van $\pm 0.40\%$, van *Dimorphotheca pluvialis* vleugels met een nauwkeurigheid van $\pm 1.1\%$ en van *Dimorphotheca pluvialis* kegels met een nauwkeurigheid van $\pm 1.2\%$.

Het meten van *Dimorphotheca pluvialis* vleugels en kegels met NMR kan alleen met voldoende nauwkeurigheid geschieden wanneer de monsters gedurende minimaal 1 uur bij 40°C worden geplaatst.

()

()

INHOUD	<u>blz</u>
ABSTRACT	1
VOORWOORD	2
SAMENVATTING	3
1 INLEIDING	7
2 MONSTERMATERIAAL	7
3 METHODEN VAN ONDERZOEK	8
3.1 Monstervoorbereiding	8
3.2 Bepaling van het oliegehalte (klassiek)	8
3.3 NMR	8
4 RESULTATEN EN DISCUSSIE	8
4.1 Crambe abyssinica	8
4.2 Euphorbia lagascae	10
4.3 Dimorphotheca pluvialis	12
4.3.1 Vleugels	12
4.3.2 Kegels	13
4.4 Limnanthes alba	14
5 CONCLUSIES	15
LITERATUUR	15
BIJLAGEN	
A GEBRUIKTE STATISTISCHE FORMULES	
B INSTELLINGEN NMR	

()

()

1 INLEIDING

In het kader van het agrificatie-onderzoekprogramma van het Ministerie van LNV "Plantaardige technische oliën als nieuwe landbouwgrondstoffen voor de industrie - Nationaal Olie Programma" (NOP) wordt onderzoek verricht naar een aantal oliehoudende gewassen.

In dit kader is in 1991 een oriënterend onderzoek gestart naar de mogelijkheden om het oliegehalte van *Dimorphotheca pluvialis*, *Crambe abyssinica* en *Euphorbia lagascae* met lage resolutie Nuclear Magnetic Resonance (NMR) en Nabij Infrarood Reflectie Spectroscopie (NIRS) te bepalen (van der Kamp e.a.). Uit de resultaten van dit onderzoek bleek dat zowel met NMR als NIRS er goede mogelijkheden zijn om het oliegehalte van de diverse zaden snel en niet-destructief te bepalen. Wel bestond de indruk dat de (on)nauwkeurigheid van de oliegehaltebepaling in grote mate bepaald wordt door inhomogeniteit van het aangeleverde monstermateriaal.

Daarom is onderzocht welke invloed de monsternamen en met name het maken van representatieve submonsters heeft op de nauwkeurigheid waarmee het oliegehalte in *Crambe abyssinica* bepaald kan worden.

Vervolgens zijn de mogelijkheden onderzocht om met NMR het oliegehalte van *Euphorbia lagascae*, *Dimorphotheca pluvialis* (vleugels en kegels) en *Limnanthes alba* te bepalen. De NMR-metingen zijn uitgevoerd met 2 puls-NMR-apparaten (Minispec pc20 van Bruker met een monstercup van 13mm en 40mm) waarbij gemeten wordt aan 3ml of 30ml zaad.

2 MONSTERMATERIAAL

Al het monstermateriaal is afkomstig uit veldproeven uitgevoerd door het Centrum voor Plantenveredelings- en Reproductieonderzoek (CPRO).

De *Crambes* zijn afkomstig van een veldproef in 1990 (RIKILT-nrs. 54323-54344 m.u.v. 54329, 54336 en 54343) en van een veldproef uit 1991 (RIKILT-nrs. 53635-53668 m.u.v. 53655). Uit de monsters afkomstig van de veldproef 1991 zijn de onthulde zaden verwijderd door zeven.

De *Euphorbia*'s zijn afkomstig van een veldproef in 1991 (RIKILT-nrs 54939-55006) uitgevoerd op de Broekemahoeve (zavel) en gedeeltelijk op de Born (zandgrond).

De *Dimorphotheca*'s zijn afkomstig van een veldproef in 1991 uitgevoerd op de Born (zandgrond, RIKILT-nrs 50052-50098) en van een veldproef (RIKILT-nrs 50391-50420) uitgevoerd op de Broekemahoeve (zavel). Van elke herkomst is een monster gevleugeld en ongevleugeld zaad (kegels) geoogst.

De monsters *Limnanthes* zijn afkomstig van een veldproef in 1991 (RIKILT-nrs 54900-54918) uitgevoerd op de Broekemahoeve (klei). De monsters zijn afkomstig van 4 herkomsten die in de winter of in de zomer zijn uitgezaaid. De monsters (RIKILT-nrs 55007-55015) zijn afkomstig van zaadvermeerderingen uitgevoerd op diverse locaties.

3 METHODEN VAN ONDERZOEK

3.1 Monstervoorbereiding

Alle monsters zijn gesplitst, tenzij anders vermeld, met een Retsch-monsterverdeelapparaat waardoor het monster in 8 representatieve submonsters wordt verdeeld. Zowel voor NMR als voor de klassieke olie bepaling is met dit apparaat een submonster gemaakt met het juiste gewicht. Dit betekende dat de opsplitsing 2 tot 3 maal op hetzelfde monster moest worden uitgevoerd tot het juiste gewicht was bereikt (eventueel m.b.v. meerdere submonsters).

3.2 Bepaling van het oliegehalte (klassiek)

Van de monsters is in enkelvoud het oliegehalte gravimetrisch bepaald conform intern voorschrift A 104. De zaden worden in petroleum-ether in een kogelschudmolen (Prolabo) vermalen. Vervolgens wordt met petroleum-ether de olie geëxtraheerd, het oplosmiddel afgedampt en het oliegehalte bepaald na drogen bij 80°C onder vacuüm tot constant gewicht.

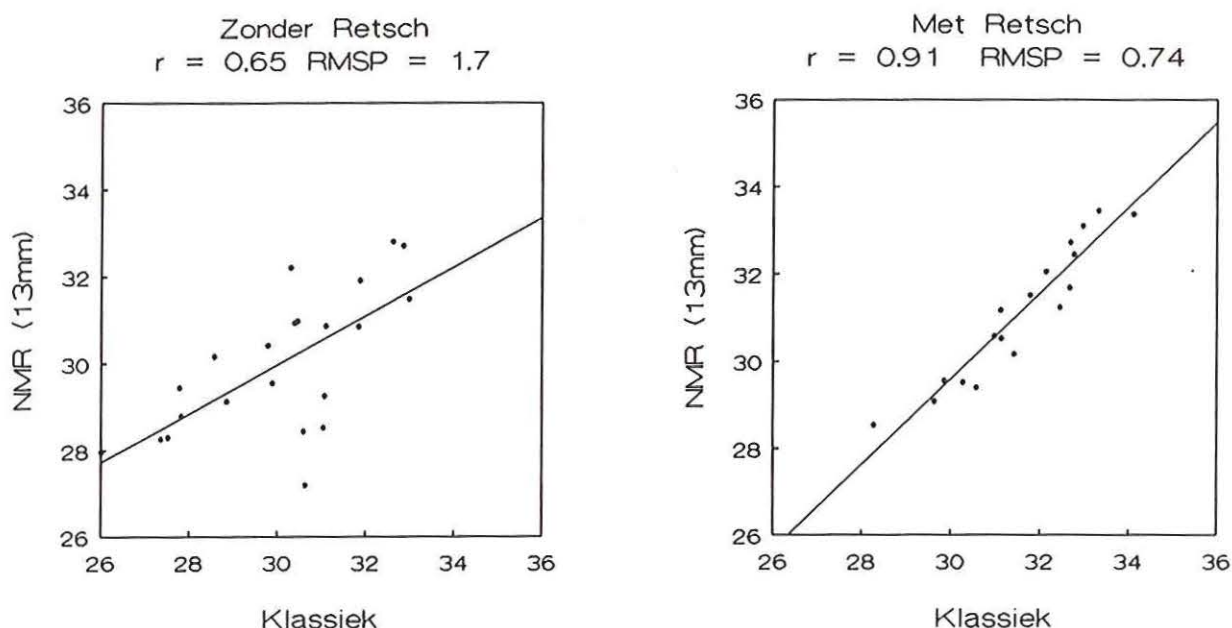
3.3 NMR

De NMR-metingen zijn uitgevoerd op twee puls-NMR-apparaten (Bruker) nl. Minispec pc20 met een 13mm monstercup (13mm NMR) en een Minispec pc20 met een 40mm monstercup (40mm NMR) gebruikmakend van de applicatieprom EDM 3.2.1.A. Hierbij wordt het NMR-signaal gemeten volgens de spin-echomethode. Op de 13mm NMR wordt aan 3ml zaad gemeten terwijl op de 40mm NMR aan 30ml zaad gemeten wordt. In bijlage B zijn de instellingen opgenomen van de 13mm NMR en de 40mm NMR voor de diverse zaden.

4 RESULTATEN EN DISCUSSIE

4.1 *Crambe abyssinica*

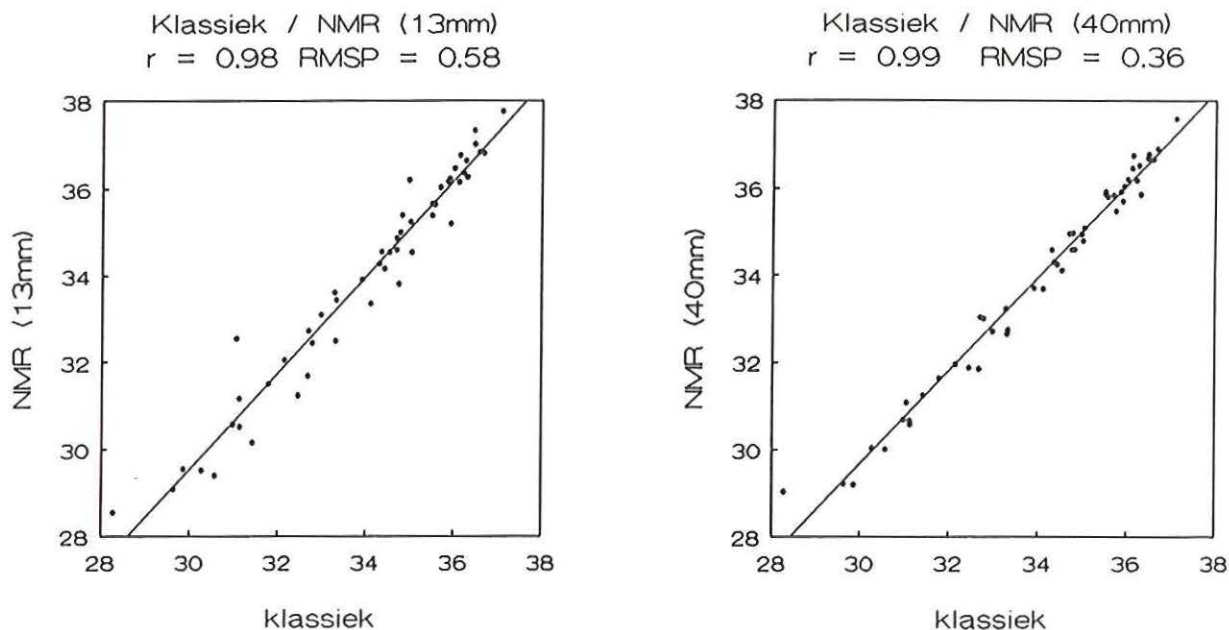
In figuur 1 zijn de klassiek bepaalde oliegehaltes uitgezet tegen de met NMR bepaalde oliegehaltes van een aantal monsters *Crambe*. De monsters zijn niet of wel opgesplitst in submonsters met de Retsch voor zowel de klassieke olie bepaling als de NMR-meting.



Figuur 1: Oliegehaltes van Crambe bepaald met 13mm NMR uitgezet tegen de klassiek bepaalde gehalten zonder en met gebruik van de Retsch-monsterverdeelapparaat.

Bij het oriënterend onderzoek (van der Kamp e.a.) is voor het oliegehalte bepaald met NMR een binnenmonstervariatie (zie bijlage A voor de gebruikte statistische formules) gevonden van 2.1% ($n=22$) zonder Retsch. De binnenmonstervariatie ($n=18$) met gebruik van de Retsch bedraagt 1.2%. Uit deze metingen blijkt dat het maken van representatieve submonsters van groot belang is voor het bepalen van het oliegehalte in Crambe. Dit geldt voor zowel de NMR-metingen als voor de klassieke bepaling.

Vervolgens zijn de 52 monsters Crambe, die over de Retsch zijn gesplitst, gemeten met zowel de 13mm NMR (meting aan 0.8 gram zaad) als de 40mm NMR (meting aan 8 gram zaad). Uit de 52 monsters zijn 9 monsters geselecteerd met een zo groot mogelijke spreiding in oliegehaltes. Met deze monsters zijn ijklijnen opgesteld waarop de andere monsters voorspeld zijn. In figuur 2 zijn de klassiek bepaalde oliegehaltes uitgezet tegen de met de 13mm NMR en 40mm NMR bepaalde oliegehaltes.



Figuur 2: Oliegehaltes van Crambe bepaald met de 13mm NMR en de 40mm NMR uitgezet tegen de klassiek bepaalde gehalten.

Tussen de klassiek en de met de 13mm NMR en 40mm NMR bepaalde oliegehaltes zijn correlatiecoëfficiënten van resp. 0.98 en 0.99 met een RMSP van resp. 0.58% en 0.36% gevonden. Het meten aan een grotere hoeveelheid monster (40mm NMR) geeft betrouwbaarder analysere-sultaten hetgeen ook de verwachting was.

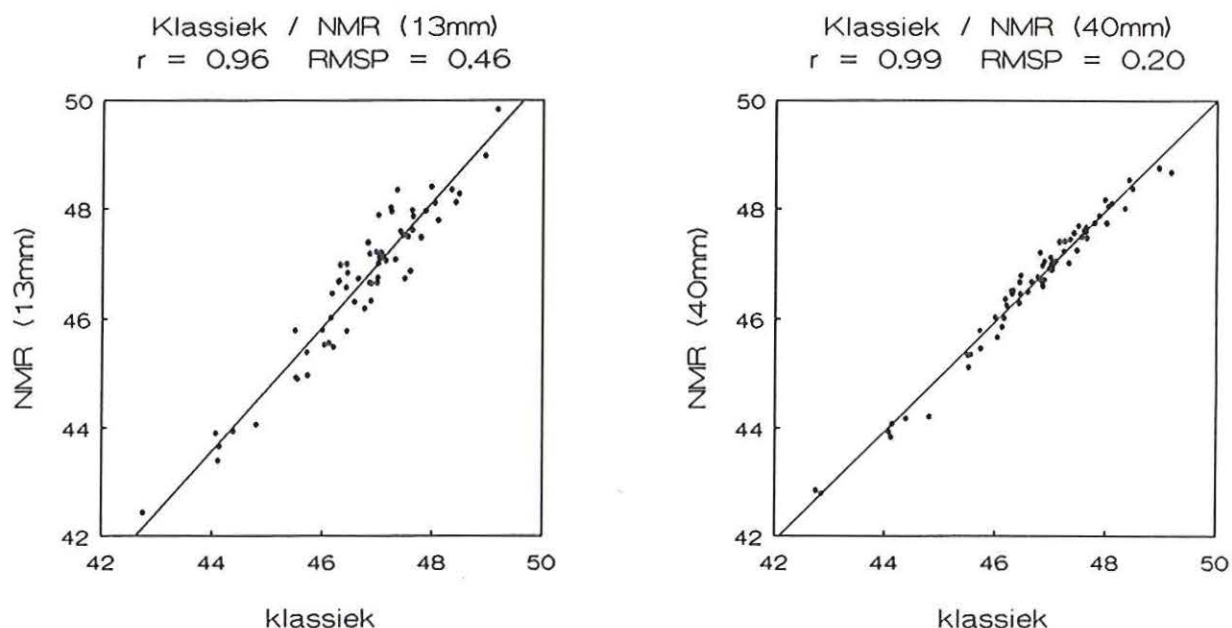
Uit het onderzoek blijkt dat het oliegehalte van Crambe met de 13mm NMR resp. de 40mm NMR bepaald kan worden met een nauwkeurigheid van $\pm 1.2\%$ resp. $\pm 0.7\%$ (95% betrouwbaarheidsinterval).

4.2 Euphorbia lagascae

Voor de 13mm NMR metingen (meting aan 2 gram zaad) zijn de monsters 54939-54967 in duplo uitgesplitst met de Retsch, de monsters 54968-55006 in enkelvoud.

Voor de 40mm NMR metingen (meting aan 20 gram zaad) zijn de monsters 54939-54953 in duplo uitgesplitst met de Retsch, de monsters 54954-54973 in enkelvoud. De monsters 54974-55006 zijn direct ingewogen zonder uitsplitsen.

De monsters zijn berekend op geselecteerde ijklijnmonsters. In figuur 3 zijn de klassiek bepaalde oliegehaltes uitgezet tegen de met NMR bepaalde oliegehaltes.



Figuur 3: Oliegehaltes van Euphorbia bepaald met de 13mm NMR en 40mm NMR uitgezet tegen de klassiek bepaalde gehalten.

Tussen de klassiek en de met de 13mm NMR (alle monsters over de Retsch) en 40mm NMR (gedeelte van de monsters niet over de Retsch) bepaalde oliegehaltes zijn correlatiecoëfficiënten van resp. 0.96 en 0.99 met een RMSP van resp. 0.46% en 0.20% gevonden.

Op de 40mm NMR zijn een aantal monsters gemeten met en zonder uitsplitsen over de Retsch. Met uitsplitsen van de monsters over de Retsch is een RMSP van 0.16 ($n=35$) gevonden, zonder uitsplitsen een RMSP van 0.24 ($n=33$). Of deze verbetering het vele extra werk van het uitsplitsen rechtvaardigt is zeer de vraag.

De binnenmonstervariatie berekend uit de duplometingen, bedraagt voor de 13mm NMR 0.75 ($n=29$) en voor de 40mm NMR 0.23 ($n=15$).

Uit het onderzoek blijkt dat het oliegehalte van Euphorbia met de 13mm NMR resp. de 40mm NMR bepaald kan worden met een nauwkeurigheid van $\pm 0.9\%$ resp. $\pm 0.4\%$ (95% betrouwbaarheidsinterval).

4.3 Dimorphotheca pluvialis

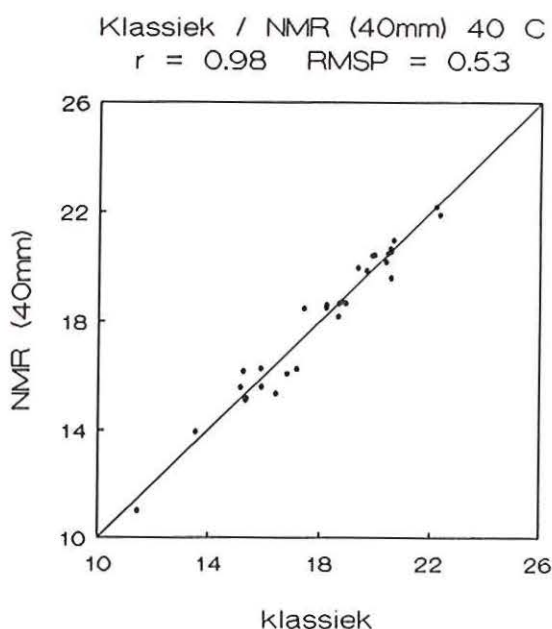
4.3.1 Vleugels

Uit het oriënterende onderzoek (van der Kamp e.a.) is gebleken dat de 13mm NMR niet geschikt is voor het bepalen van het oliegehalte van de vleugels van Dimorphotheca omdat aan een te klein monster gemeten wordt (ca. 0.2 gram). De binnenmonstervariatie is zodanig dat geen betrouwbare bepalingen kunnen worden uitgevoerd.

Uit experimenten met de 40mm NMR bleek dat de temperatuur van het zaad van grote invloed is op het NMR-signaal. Het NMR-signaal neemt sterk toe naarmate de temperatuur hoger wordt terwijl een afname van het signaal werd verwacht (van Ginkel). Waarschijnlijk heeft de toename van het NMR-signaal te maken met een verandering in de vast-vloeibaar verhouding in de Dimorphotheca-olie.

Bij het meten aan vleugels moet het signaal maximaal versterkt worden waardoor een slechte signaal-ruisverhouding wordt verkregen.

Met de 40mm NMR is er gemeten aan 38 monsters vleugels nadat de monsters gedurende ca. 1 uur in een stoof bij 40°C zijn geplaatst. Er kan aan ca. 2,5 gram zaad gemeten worden. In figuur 4 zijn de klassiek bepaalde oliegehaltes uitgezet tegen de met NMR bepaalde oliegehaltes.



Figuur 4: Oliegehaltes van Dimorphotheca vleugels bepaald met 40mm NMR uitgezet tegen de klassiek bepaalde gehalten.

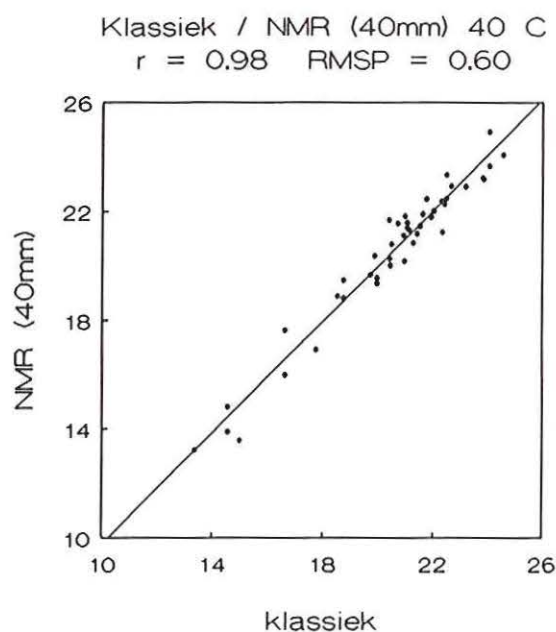
Tussen de klassiek en de met de 40mm NMR bepaalde oliegehaltes is een correlatiecoëfficiënt van 0.98 en een RMSP van 0.53% gevonden.

De binnenmonstervariatie berekend uit de duplometingen, bedraagt voor de 40mm NMR 0.56% (n=36).

Uit het onderzoek blijkt dat het oliegehalte van *Dimorphotheca* (vleugels) met de 40mm NMR bepaald kan worden met een nauwkeurigheid van $\pm 1.1\%$ (95% betrouwbaarheidsinterval).

4.3.2 Kegels

De monsters zijn bij 40°C in enkelvoud gemeten op de 40mm NMR (meting aan 7.5 gram zaad) en zijn berekend op geselecteerde ijklijnmonsters. In figuur 5 zijn de klassiek bepaalde oliegehaltes uitgezet tegen de met NMR bepaalde oliegehaltes.



Figuur 5: Oliegehaltes van *Dimorphotheca* kegels bepaald met 40mm NMR uitgezet tegen de klassiek bepaalde gehalten.

Tussen de klassiek en de met de 40mm NMR bepaalde oliegehaltes is een correlatiecoëfficiënt van 0.98 en een RMSP van 0.60% gevonden.

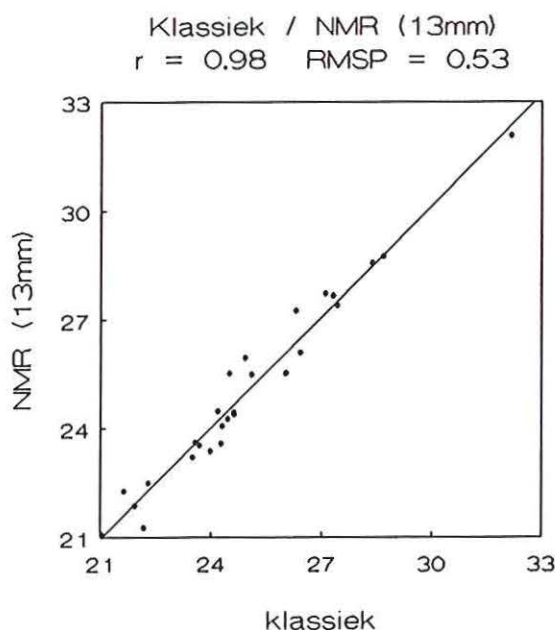
De binnenmonstervariatie berekend uit de duplometingen, bedraagt voor de 40mm NMR 0.64 (n=37).

Uit het onderzoek blijkt dat het oliegehalte van *Dimorphotheca* kegels met de 40mm NMR bepaald kan worden met een nauwkeurigheid van $\pm 1.2\%$ (95% betrouwbaarheidsinterval).

4.4 *Limnanthes alba*

28 Monsters *Limnanthes* (monsternummers 54900-54918 en 55007-55015) zijn met de Retsch uitgesplitst, hiervan 18 monsters in duplo.

De monsters zijn alleen gemeten op de 13mm NMR (meting aan 1.5 gram zaad) omdat er te weinig monstermateriaal was voor meting op de 40mm NMR. In figuur 6 zijn de klassiek bepaalde oliegehaltes uitgezet tegen de met NMR bepaalde oliegehaltes.



Figuur 6: Oliegehaltes van *Limnanthes* bepaald met 13mm NMR uitgezet tegen de klassiek bepaalde gehalten.

Tussen de klassiek en de met de 13mm NMR bepaalde oliegehaltes is een correlatiecoëfficiënt van 0.98 en een RMSP van 0.53% gevonden.

De binnenmonstervariatie bedraagt voor de 13mm NMR 1.40% (n=18).

Uit het onderzoek blijkt dat het oliegehalte van *Limnanthes* met de 13mm NMR bepaald kan worden met een nauwkeurigheid van $\pm 1.1\%$ (95% betrouwbaarheidsinterval).

5 CONCLUSIES

Het splitsen van de aangeboden monsters in representatieve submonsters met het Retsch-monsterverdeelapparaat is van grote invloed op de nauwkeurigheid waarmee het oliegehalte met NMR bepaald kan worden. Dit geldt in het bijzonder wanneer gemeten wordt aan een kleine hoeveelheid monster zoals bij de 13mm NMR (monstercup van 3ml) het geval is. De olie bepaling met de 40mm NMR (monstercup van 30ml) is nauwkeuriger dan met de 13mm NMR hetgeen ook de verwachting was. De keuze van het apparaat waarop gemeten wordt is dan ook afhankelijk van de beschikbare hoeveelheid zaad.

Voor beide apparaten geldt dat de absolute hoeveelheid olie in de monstercup een sterke invloed heeft op de nauwkeurigheid waarmee het oliegehalte kan worden bepaald.

Met de 13mm NMR kan het oliegehalte van *Crambe abyssinica* bepaald worden met een nauwkeurigheid (95% betrouwbaarheidsinterval) van $\pm 1.2\%$, van *Euphorbia lagascae* met een nauwkeurigheid van $\pm 0.92\%$ en van *Limnanthes alba* met een nauwkeurigheid van $\pm 1.1\%$.

Met de 40mm NMR kan het oliegehalte van *Crambe abyssinica* bepaald worden met een nauwkeurigheid (95% betrouwbaarheidsinterval) van $\pm 0.72\%$, van *Euphorbia lagascae* met een nauwkeurigheid van $\pm 0.40\%$, van *Dimorphotheca pluvialis* vleugels met een nauwkeurigheid van $\pm 1.1\%$ en van *Dimorphotheca pluvialis* kegels met een nauwkeurigheid van $\pm 1.2\%$.

Het meten van *Dimorphotheca pluvialis* vleugels met NMR kan alleen met voldoende nauwkeurigheid geschieden wanneer de monsters gedurende minimaal 1 uur bij 40°C worden geplaatst.

LITERATUUR

Ginkel, L. van

NMR aan oliehoudende zaden

Vakgroep Moleculaire Fysica, LU, Wageningen (1988)

Kamp, H.J. van der; F.P.F. Groenendijk; J.J. van Oostrom; R. Frankhuizen

Oriënterend onderzoek naar de bepaling van het oliegehalte in *Dimorphotheca pluvialis*, *Crambe abyssinica* en *Euphorbia lagascae* met NMR en NIRS.

Rapport 91.52, RIKILT, Wageningen (1991)

GEBRUIKTE STATISTISCHE FORMULES.

RMSP (Root Mean Square error of Prediction) = standaarddeviatie van de verschillen tussen de met NMR voorspelde en met de klassieke methode gevonden gehalten van de toetsset.

$$RMSP = \sqrt{\frac{\sum (x - y)^2}{(n - 1)}}$$

waarin x = klassiek gevonden gehalten

y = NMR voorspelde gehalten

n = aantal monsters

r = correlatiecoëfficiënt

$$r = \frac{\sum (x_i y_i - n \bar{x} \bar{y})}{\sqrt{(\sum x_i^2 - n \bar{x}^2)(\sum y_i^2 - n \bar{y}^2)}}$$

waarin x = klassiek gevonden gehalten

y = NMR voorspelde gehalten

n = aantal monsters

Binnenmonstervariatie: 2.8 x s.d. van de verschillen in oliegehalte door n monsters in duplo af te wegen en vervolgens het oliegehalte te bepalen met NMR op één ijklijn.

Instellingen 13mm NMR.

Zaad	Attenuator	Aantal metingen**	Inweeg
Euphorbia	35	10	2 gram
Crambe	25	10	0.8 gram
Limnanthes	29	10	1.5 gram

Instellingen 40mm NMR

Zaad	Attenuator	Aantal metingen**	Inweeg
Euphorbia	28	9	20 gram
Crambe	19	9	8 gram
Dimorph. vleugels	0	25	2.5 gram
Dimorph. kegels	7	9	7.5 gram

Overige instellingen: Dur 01 en Dur 02: 13mm NMR 3000, 40mm NMR 3500

Mode: Diode

RD: 2

Offset: 0

** Aantal metingen wordt ingesteld met de parameter Enhancement. Deze parameter werkt voor de 13mm NMR en de 40mm NMR verschillend. Met het aantal metingen wordt aangegeven hoe vaak het apparaat aan hetzelfde monster heeft gemeten om tot het uiteindelijke signaal te komen.