

**Staatliche Fachschule für
Lebensmitteltechnik Berlin**

Technikerarbeit

Gelbpigmentgehalt in Dinkel

-

Widerfindung und Ermittlung geeigneter Methoden

von

Christine Gundermann

Dolomitenstraße 89

13187 Berlin

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	4
2	Allgemeiner Teil	5
3	Material, Methode	7
3.1	Untersuchungsmaterial	7
3.2	Geräte	7
3.2.1	NIR	7
3.2.2	Lab- Farbmessung	8
3.2.3	Photometer	10
3.3	Dünnschichtchromatographie	11
3.4	Farbmessung	12
3.4.1	NIRS	12
3.4.2	Lab-Farbmessung	13
3.5	Photometer	13
3.6	Dünnschichtchromatographie	13
4	Ergebnis	15
4.1	Schnellmethoden	15
4.1.1	NIRS	15
4.1.2	Lab- Farbmessung	17
4.1.3	Photometer	18
4.1.4	Vergleich der Schnellmethoden	19
4.2	Dünnschichtchromatographie	22
5	Diskussion	26
6	Zusammenfassung	29
7	Summary	30
8	Abbildungsverzeichnis	31

9	Diagrammverzeichnis	32
10	Literaturverzeichnis	33
11	Anhang	35

Abkürzungen

dest. Wasser:

destilliertes Wasser

NIRS:

Nah Infrarot Spektroskopie

DC:

Dünnschichtchromatographie

1 Einleitung

Diese Technikerarbeit befasst sich mit dem Thema Gelbpigmentgehalt im Dinkel und stellt ein Teilprojekt des Forschungsprojektes „Erstellung eines Leitfadens zur Verarbeitung und zum Anbau von ökologischem Dinkel“ der Bundesforschungsanstalt Detmold dar.

Einst das meist angebaute Getreide in Europa wurde die Getreideart Anfang des 20. Jahrhunderts fast vollständig vom einfach zu verarbeitenden Weizen verdrängt. Doch in den letzten Jahren, besonders im Bio-Backbereich, kommen wieder verstärkt Dinkelprodukte auf den Markt. Deswegen ist es für den Bäcker sowie für die Mühlen immer wichtiger die Backfähigkeit des Dinkels zu verbessern sowie die Besonderheiten auch in anderen Lebensmittelbereichen auszunutzen.

In diesem Teilprojekt geht es speziell um den Gelbpigmentgehalt von Dinkel. Dabei soll ermittelt werden, wie hoch der Gelbpigmentgehalt im Dinkel ist und ob es unter den verschiedenen Dinkelsorten Unterschiede im Gelbpigmentgehalt gibt. Daneben soll geprüft werden, ob der Gelbpigmentgehalt durch Umweltbedingungen z.B. verschiedene Erntejahre oder Standort beeinflusst wird. Ebenso sollen geeignete Methoden zur Charakterisierung des Gelbpigmentgehaltes gefunden werden.

2 Allgemeiner Teil

Dinkel ist eine geschichtsträchtige Getreideart. Einst als Kunstpflanze im südlichen Teil Asiens bekannt, verbreitete Dinkel sich schnell in ganz Mittel- und Nordeuropa. Dinkel wurde dadurch zu einem der wichtigsten Handelsgetreide in Europa. Auch die Namensgebung von Städten wie z.B. Dinkelsbühl belegen eine einst hohe Wertschätzung des Getreides. Im 20. Jahrhundert wurde Dinkel jedoch von dem ertragsreicheren, besser züchtbaren sowie in seiner Verarbeitung einfacherem Weizen nahezu verdrängt. Doch seit einigen Jahren erlebt der Dinkel eine „come back“. Gefördert wird dies durch die ansteigende Weizenunverträglichkeit in der Bevölkerung. Hier fungiert Dinkel als Alternative. Ebenso wird Dinkel im ökologischen Anbau genutzt, da Dinkel ein raueres Klima verträgt und weniger anfällig für Getreidekrankheiten ist.

In Deutschland liegen die Hauptanbaugebiete in Baden- Württemberg und in Franken. Die Sorten Franckenkorn, Oberkulmer Rotkorn sowie Schwabenkorn sind die so genannten Ursorten, auch als „reinen Sorten“ bezeichnet. [1]

Ein hoher Anteil an Gelbpigmenten wurde in Hartweizen sowie im Einkorn festgestellt. Besonders bei Hartweizen ist der Gelbpigmentgehalt ein wichtiges Qualitätsmerkmal in der Teigwarenindustrie, da die gelbe Farbe des Endproduktes stark von der Menge der vorhandenen Pigmente abhängt. Auch ist er in ernährungsphysiologischer Sicht interessant, in welchen Mengen sich Gelbpigmente bzw. Carotin im Getreide befinden. Diese wirken durch ihre antioxidative Wirkung unter anderem darmkrebsvorbeugend.

Gelbpigmente setzen sich zum größten Teil aus Carotinen sowie Xanthopyll zusammen. Trotzdem ist die genaue Zusammensetzung sowie das Mengenverhältnis aller Stoffe noch nicht erforscht.

1912 vermutete Monier- Williams, dass die gelbe Farbe des Weichweizens auf das Vorhandensein von Carotin zurückzuführen ist. In seinem Versuch verglich er durch Lichtabsorption im Bereich von 440 nm die Extinktion

des Weichweizens mit einer Extinktion von Möhren. 1935 fanden Markley und Bailey Carotinoide im Durumweizen und belegten das die Mehrheit der Carotinoide Xanthophylle sind. Dies wurde über die Jahre immer wieder bestätigt. [2]

Vermutet wird, dass die qualitativen sowie die quantitativen Unterschiede des Gelbpigmentgehaltes abhängig sind von den Sorten sowie den Anbaufaktoren z.B. Temperatur und UV- Einwirkung, der Verarbeitung und den Lagerbedingungen des Getreides. [3]

3 Material, Methode

3.1 Untersuchungsmaterial

Als Untersuchungsmaterial standen insgesamt 24 Dinkelschrotte zur Verfügung. Diese Teilten sich auf in drei Dinkelsorten: Frankenkorn, Schwabenspelz und Baden Württemberg Gold. Die Sorten kamen aus vier Anbauregionen in Deutschland: Rettna, Neuhof, Gadegast und Nossen, aus den Erntejahren 2006 und 2007.

Die Dinkelschrott- Muster wurden in einer Retschmühle kleiner als 500 µm vermahlen und mit Druckluft entspelzt. Anschließend wurden nach den ICC- Standardmethoden 110/1, 104/1 sowie 105/2 untersucht.

3.2 Geräte

In diesem Abschnitt werden alle Geräte vorgestellt, die in der Versuchsreihe zum Einsatz kamen.

3.2.1 NIR



Abb 1: NIR- System

Durch die Wechselwirkung bestimmter Molekülgruppen und den Einfluss von elektromagnetischen Wellen im Nahen Infrarotbereich können bestimmte Einzelkomponenten zumeist organischer Stoffe, z.B. OH- NH- CH- CO- Bindungen, qualitativ und quantitativ bestimmt werden. Dabei

absorbieren die Inhaltsstoffe der Substanz einen Teil der Infrarotstrahlung. Die Restenergie wird durch Detektoren erfasst und in mathematische Werte umgewandelt. Bei der Reflektionsmessung wird das Ergebnis im Verhältnis zu einer weißen Keramikscheibe gemessen und in totaler Reflexion angegeben.

Entdeckt wurde die NIR- Strahlung bereits um 1800 von W. Herschel. Aber erst nach 1950 kam die Technik zum Ersten mal in der Lebensmittelanalytik zum Einsatz. Seitdem gewann das NIR- System nicht nur in der Lebensmittelanalytik sondern auch in der Medizin an Bedeutung. [4] [5]

Für die Untersuchungen wurde das Gerät NIR- System 6500 Sample Transport der Firma Foss eingesetzt. Der Spektralbereich liegt bei 800-2500 nm. Die Auswertung der Daten erfolgt mit dem Programm SCAN.EXE Version 3.0.

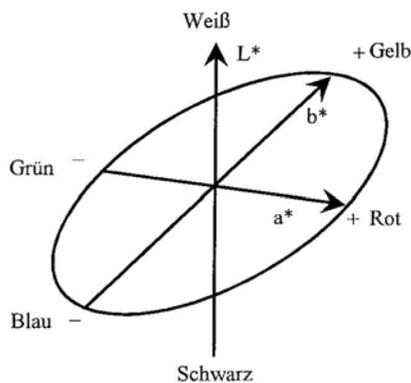
3.2.2 Lab- Farbmessung



Abb 2:Lab- Farbmessgerät

Diese Farbmessmethode wurde 1976 von der CIE (Commission Internationale of l' Eclairhage) aus dem CIE- XYZ- Modell entwickelt. Das System beruht auf der Gegenfarbtheorie des Ewald Hering. Diese besagt, dass der menschliche Farbsinn auf vier Grundfarben beruht und auf zwei

Gegenpaaren: blau- gelb und grün- rot. Dabei steht a^* für negativ Grüntöne und positive Rottöne. Dagegen steht b^* für negativ Blau und positiv Gelb. Beide Gegenpaare können von -128 bis $+127$ definiert werden. L^* steht hingegen für die Helligkeit, hier geht die Skala von 0 schwarz bis 100 weiß.



Dieses Schema kann auch anschaulich in einem 3D – Koordinatensystem dargestellt werden. Dabei stehen die a^* und b^* - Achsen senkrecht zueinander und kreuzen sich am Unbuntpunkt. Senkrecht zu diesen Achsen steht als die Helligkeit L^* . [6]

Abb.3: CIE Lab- Farbsystem

Bei dieser Versuchreihe kam der Zweistrahl- Spektralphotometer Elrepho 2000 von der Firma Datacolor zum Einsatz. Mit Hilfe von zwei gepulsten Xenon- Blitzlampen werden die Muster über der Photokugel diffus beleuchtet und unter einem Winkel von 0° gemessen. Die ultravioletten Strahlen werden herausgefiltert, durch eine Glanzfalle unterdrückt Reflexion von spiegelnden Oberflächen. Durch zwei holographisch gefertigte Gitter wird die reflektierte Strahlung zerlegt und durch Photoioden im Bereich von 400 bis 700 nm in Intervallen von 20 nm erfasst. Die Messergebnisse werden durch die Firmensoftware Cocos verarbeitet. [7]

3.2.3 Photometer



Abb.4: Photometer

Diese Methode ermöglicht die Bestimmung anorganischer sowie organischer Stoffe. Die Photometrie gehört zu den analytischen Methoden, die einen breiten Anwendungsbereich vorweisen. So findet die Methode Anwendung in der Medizin, Botanik, Agrar- Forschung sowie in der Lebensmittelanalytik.

Bei der Absorptionsphotometrie wird die Lichtschwäche gemessen, die von der Prüfsubstanz sowie der gewählten Wellenlänge des Lichtes abhängt. Je höher die Konzentration der Probelösung, umso größer die Absorption und die Lichtschwächung. Das sichtbare Licht liegt im Bereich von 400 bis 700 nm. Durch Zerlegen des Mischlichtes durch z.B. einen Filter entsteht farbiges Licht in einem bestimmten Wellenlängebereich.

Bei der Durchführung fällt das Licht durch die Küvette, ein Teil wird durch die Moleküle der Lösung absorbiert, ein Teil durchgelassen und ein Teil an der Küvettenwand reflektiert. Jede Substanz besitzt ein Absorptionsspektrum. Durch den Photometer kann die Absorption der Substanz im Verhältnis zu einer Referenzlösung (Nullwert) gemessen werden. Die Absorption selber ist dabei nicht messbar, vielmehr wird die Intensität des auftreffenden und durchgelassenen Lichtes gemessen. [8]

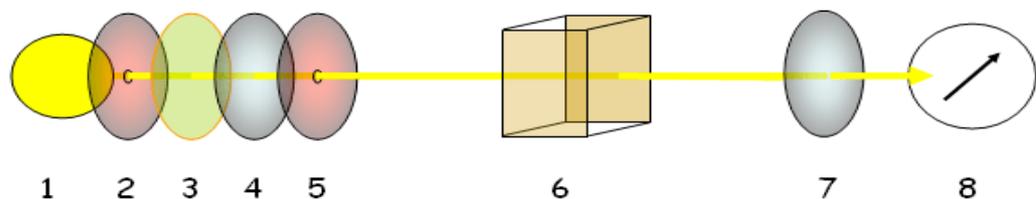


Abb. 5 : Schematischer Aufbau eines Photometers: 1. Lichtquelle; 2. Loch- oder Spaltblende; 3. Monochromator oder Farbfilter; 4. Linse; 5. Lochblende; 6. Küvette; 7 Linse; 8. Messgerät.

Für den Sichtbaren Bereich wird eine Wolfram- Glühlampe als Lichtquelle verwendet. Ein dünner Strahl wird durch eine Spaltenblende ausgesondert und durch Monochromator (Filter, Gitter, Prismen) bestimmter Wellenlängen selektiert. Die einfarbige Strahlung wird durch eine Linse gebündelt und geht weiter durch einen Ausgangsspalt zu der Küvette. Je nach Konzentration der Probelösung wird das durchgehende Licht geschwächt. Das durchgehende Licht gelangt zu dem Detektor welcher eine Photozelle oder Photoiode, die das Licht in Strom verwandelt sein kann. [9]

Für die Versuchsreihe wurde das Photometermodell der Firma ATI, verwendet Uniscann UV/Vis Spechometer UK mit der Firmensoftware: Vision ISSUE 1. Es wurde in den Lichtbereichen 450 nm und 475 nm gemessen, da der Absorptionsbereich des Gelbpigmentes zwischen 400-500nm liegt. Die verwendeten Küvetten sind aus Plastik und haben ein Fassungsvermögen von 1 ml. Als Referenzlösung wurde Petrolether gewählt.

3.3 Dünnschichtchromatographie

Das DC- Verfahren ist ein physikalisch- chemisches Trennverfahren zur Ermittlung der Zusammensetzung (z.B. Reinheit und Identität) von Stoffen. Bei dieser Methode wird auf das unterschiedliche Wanderungsverhalten der Stoffe (Moleküle) gesetzt.

Erstmals wurde dieses Verfahren im Jahre 1938 von den russischen Forschern N. A. Izmailov und M. S. Shraiber auf Dünnschichtplatte erprobt. Aber erst durch E. Stahl, der erstmals leistungsfähige Platten für die Methode herstellte und auch der Methode den Namen gab, gewann dieses Verfahren an Ansehen.

Eine kleine Menge der verdünnten Probe sowie der Vergleichssubstanz werden tröpfchenweise am unteren Rand eine DC-Platte (stationäre Phase) verteilt. Nach dem Auftragen wird die Platte in eine DC- Kammer gelegt in dem sich ein Laufmittel befindet. Das Laufmittel wird als mobile Phase bezeichnet. Meist ist dies unpolar bzw. wenig polar.

Durch Kapilarkräfte saugt sich das Laufmittel an der stationären Phase hoch, dadurch ist die Probe der Anziehungskräfte dem stationären wie auch der mobilen Phase ausgesetzt. Durch die Wechselwirkung der Komponenten der Probe mit den Phasen trennt sich die Mischung auf. Das Wanderverhalten der Bestandteile und die Auftrennung der Probe hängt von der Art des Schichtsubstanzen sowie des Laufmittels und der Art der Bestandteile ab. Durch gute Abstimmung der beiden Phasen kann man in eine gute Trennung (unterschiedlich weite Wanderung) der Bestandteile erreichen. Je nach dem Kräfteverhältnis wandern die Bestandteile der Probe nach Oben. Dabei gilt, umso polarer das Fließmittel, umso höher wandert die polare Substanz nach Oben. [10]

Die bei diesem Versuch verwendeten Platten sind mit Kieselgel beschichtet. Die DC- Platten werden auch als stationäre Phase bei der DC- Methode bezeichnet. Kieselgel ist die poröse Form von Siliziumdioxid (amorphe Kieselsäure im festen Zustand) mit einer großen inneren Oberfläche. Durch ihre starke hygroskopische Eigenschaft eignet sich Kieselgel sehr gut als Filter- Absorptionsmaterial. Ebenso ist Kieselgel polar und bindet bevorzugt polare Stoffe durch Wasserstoffbrückenbindung. Als Laufmittel wird das unpolare Petrolether verwendet, das mit dest. Wasser und Isopropanol versetzt wird. [11]

3.4 Farbmessung

3.4.1 NIRS

Ein gehäufte Löffel der Dinkelschrotmuster wird in eine runde Messzelle gegeben. Der Überschuss wird mit dem Löffelrücken abgestreift. Mit einem Deckel wird die Probe in die Messzelle gepresst.

Die Messzelle wird mit dem Messfenster nach unten in die vorgesehene Halterung gelegt. Mit betätigen der Enter- Taste beginnt das Gerät mit der Messung

3.4.2 Lab-Farbmessung

Vor dem eigentlichen Messvorgang musste das Farbmessgerät kalibriert werden, um Fehler vor den eigentlichen Messungen aufzudecken. Das geschieht mit einem Schwarz u.- Weißstandard.

20 g des Probenmaterials werden in einen, mit einer Seite optischen Hohlglas, abgeschlossenen runden Behältern gefüllt. Durch einen Deckel mit einer integrierten Feder wird die Probe gut glatt gepresst und verschlossen. Das Probengefäß wird mit der Hohlglasseite nach oben zwischen einer Federhalterung und der Photomärkugel platziert. Nach betätigen der Enter- Taste löste das Gerät einen Blitz aus.

Bei der Messung ist zu beachten, dass das optische Hohlglas außen frei von Partikeln ist, um eine genaue Messung durchzuführen. Die Auswertung erfolgte durch das CIE- Lab –Farbsystem.

3.5 Photometer

Wie bei 3.6 Dünnschichtchromatographie, wird das Dinkelschrotmuster bis zur Phasenteilung der Probe bearbeitet.

Nach der Phasenteilung wird 1ml der Petroletherphase in eine Küvette gefüllt. Eine andere Küvette wird mit Petrolether befüllt. Diese dient als Referenz. Beide Küvetten werden in die vorgesehenen Halterungen gestellt. Mit dem Programm Vision wird die Messung bei 450 sowie 478nm vorgenommen

3.6 Dünnschichtchromatographie

Zuerst wird das Laufmittel gemischt.

0,3 ml dest. Wasser, 12 ml Isopropanol und 100 ml Petrolether werden miteinander in einem Erlmayerkolben vermischt. Die in einer DC- Kammer gelegten Filterpapiere werden mit dem Laufmittel getränkt. Zur Sättigung der Kammer mit dem Laufmittel wird diese verschlossen.

Zur Herstellung des β - Carotin- Standard werden 2,5 μ g β - Carotin mit Petrolether in einem 100ml Messkolben vermischt und kühl und dunkel gestellt.

2,5 g der Dinkelschrotprobe werden in einen abgeschliffenen Erlmayerkolben abgewogen. Der Probe wird eine Spatelspitze Magnesiumcarbonat sowie 20 ml 80% Acetat zugesetzt. Die Proben werden gekühlt und verdunkelt auf einem Rührer für 15 Minuten bei 3000 Umdrehungen gerührt.

Danach werden die Proben in zwei Zentrifugenröhrchen umgefüllt und 5 Minuten bei 6000 Umdrehungen zentrifugiert.

Die abgesetzte Flüssigkeit wird vorsichtig in einen 50 ml Scheidetrichter umgefüllt. Den Proben werden 2 ml Petrolether hinzugegeben. Der Scheidetrichter wird verschlossen für 3 Minuten gut geschüttelt. Dadurch bildeten sich 2 Phasen im Scheidetrichter. Die untere Phase (Dinkelschrot) wird aus dem Scheidetrichter abgelassen. Aus der Petroletherphase werden 1 ml Probenflüssigkeit in eine Eppendorfhütchen gegeben. Die Probe wird mit Hilfe von Stickstoff auf 500 μ l eingeengt.

Danach werden auf einer DC- Kieselgel 60- Platte, in einem 1cm Abstand, 10, 25 und 50 μ l β - Carotin- Standard, 2 Mal 100 μ l der Probe sowie 50 μ l eines alten Xanthophyll- Standards aufgetragen.

Die Platte wird für 30 Minuten in die abgedunkelte DC- Kammer gestellt.

4 Ergebnis

4.1 Schnellmethoden

In diesem Kapitel werden alle Ergebnisse aufgeführt die durch Farbmessungen mit dem NIRS 6500, Zweistrahl- Spektralphotometer und dem Photometer erhalten wurden.

4.1.1 NIRS

Bei allen Mustern wurde eine Doppelbestimmung durchgeführt. Aus den daraus ermittelten Zahlen wurde der Mittelwert gebildet.

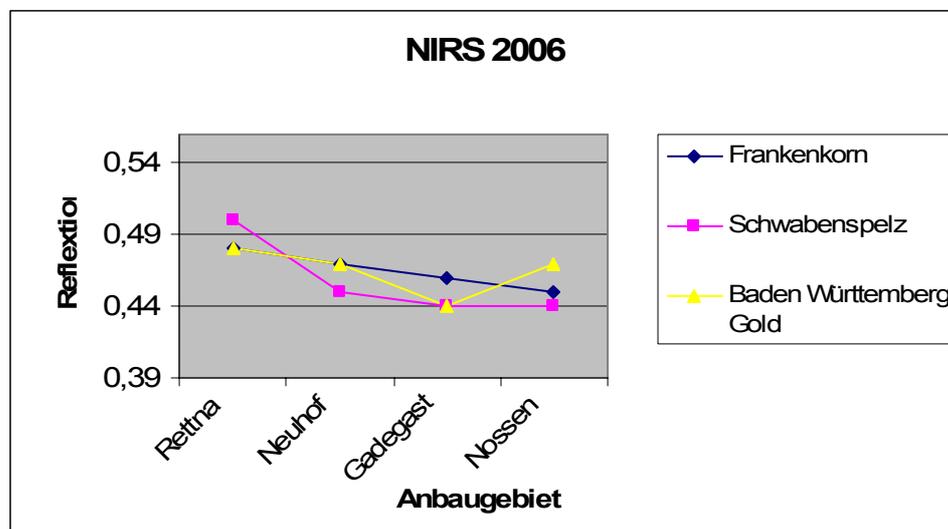


Diagramm1:NIRS- Wert Dinkelmuster 2006

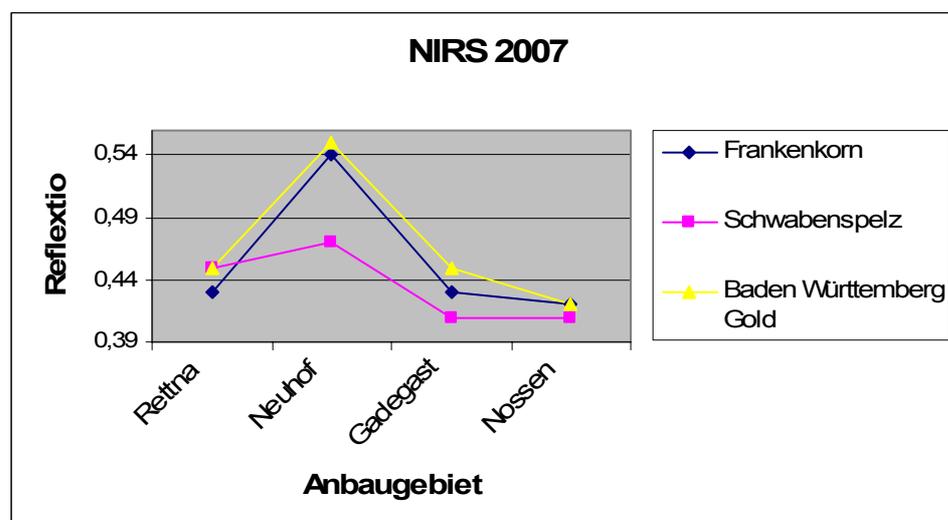


Diagramm2:NIRS- Wert Dinkelmuster 2007

In dem Diagramm 1 ist ersichtlich das der höchste Pigmentgehalt im Jahre 2006 für alle Dinkelsorten bis auf die Sorte Frankenkorn ermittelt wurde. Die niedrigsten Ergebnisse fand man in den Dinkel- Proben aus Gadegast und Nossen. Der höchste Wert im Jahr 2006 wurde bei der Sorte Schwabenspelz, mit 0,5, in Rettna gemessen. Der niedrigste Gelbpigmentgehalt wurde bei den Sorten Schwabenspelz in Nossen und Gadegast sowie der Sorte Baden Württemberg Gold, ebenfalls in Gadegast, gemessen. Dabei fällt auf, dass es beim Schwabenspelz Anbauggebiete bedingte große Schwankungen gibt. Im Gegensatz steht das Frankenkorn der nur einer Schwankung von 0,02 zwischen den Anbaugebieten hat.

Im Erntejahr 2007 hebte sich Neuhof mit einem hohen Gelbpigment - gehalt aller Sorten hervor, dagegen wurden in Nossen die geringsten Werte ermitteln. Tendenziell vielen, bis auf Neuhof, in allen andere Anbaugebieten die Werte leicht nach unten. Der höchste Pigmentgehalt wurde im Baden Württemberg Gold (Neuhof) gefunden. Wie im Vorjahr hatten der Schwabenspelz in Gadegast und Nossen den geringsten Gelbpigmentanteil.

4.1.2 Lab- Farbmessung

Wie bei den NIRS- Messungen wurden ebenfalls eine Doppelbestimmung aller Dinkelmuster durchgeführt. Zur Auswertung der Ergebnisse wurde der b^* - Wert genauer begutachtet, da dieser den blaugelb Anteil in den verschiedenen Probemuster angibt und dadurch Rückschlüsse auf den Gelbpigmentgehalt gemacht werden können.

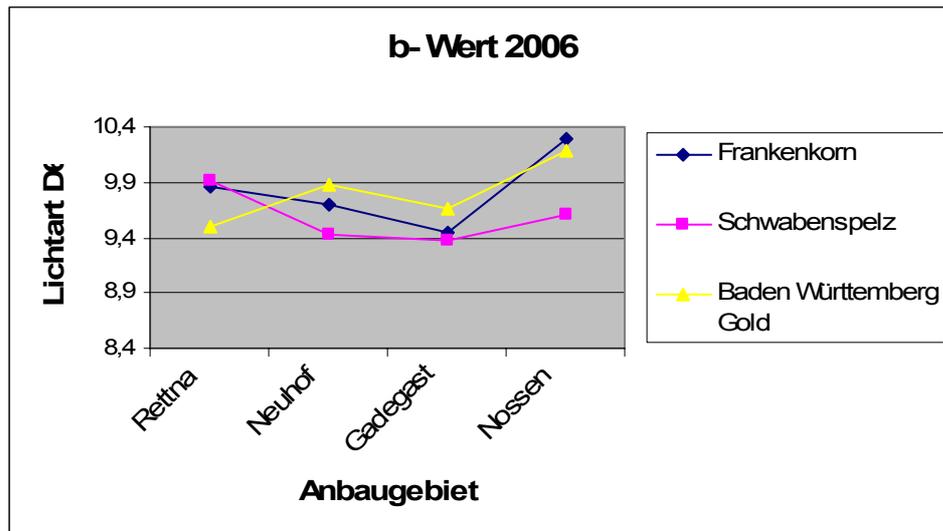


Diagramm3: b- Wert Dinkelmuster 2006

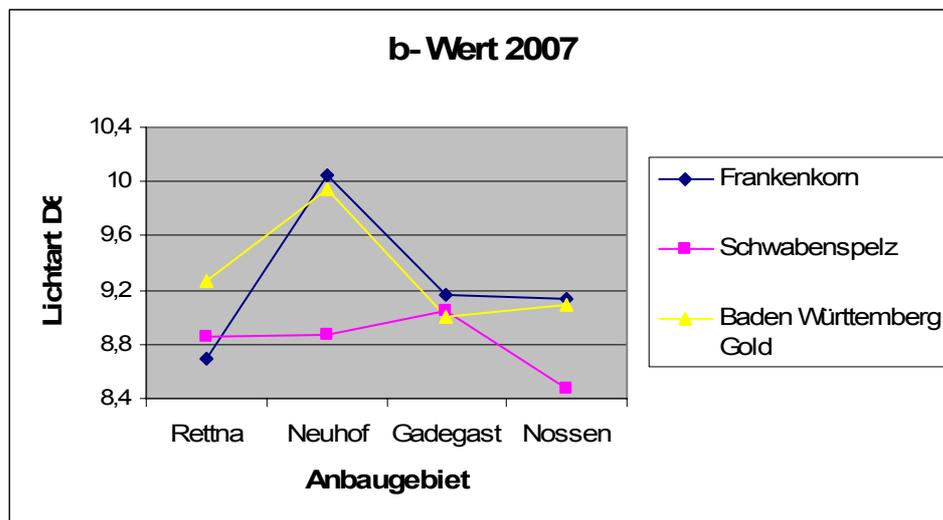


Diagramm4:b- Wert Dinkelmuster 2007

Aus den Ergebnissen des Jahres 2006 ist ersichtlich das die höchsten Werte in Nossen erzielt wurden. Im Jahr 2007 wurden diese bei den in Neuhof angebauten Dinkelsorten festgestellt. Den höchsten

Gelbpigmentgehalt erzielte in beiden Jahren das Frankenkorn, im jeweiligen Anbaugesamt. Im Schwabenspelz wurde 2006 in Gadegast und 2007 in Nossen die geringsten Pigmentanteile gefunden. Tendenziell, wird durch Diagramme ersichtlich, wurde durch die Lab- Messung die geringsten Mengen an Gelbpigmenten in der Sorte Schwabenspelz gemessen. In beiden Jahren schneidet Gadegast am Schlechtesten ab. Ebenso ist eine weite Spannungsbreit der Werte bei Frankenkorn und die niedrigste beim Schwabenspelz ersichtlich.

4.1.3 Photometer

Aus Zeitmangel konnten nur Doppelbestimmungen für die Dinkelmusters des Jahres 2007 durchgeführt werden. Aus den erhaltenen Werten wurde für jede Sorte der Mittelwert gebildet. Dieser wiederum mit zwei multipliziert um die Werte mit $\mu\text{l/ml}$ anzugeben und weiter auf $\mu\text{g/g}$ umgerechnet.

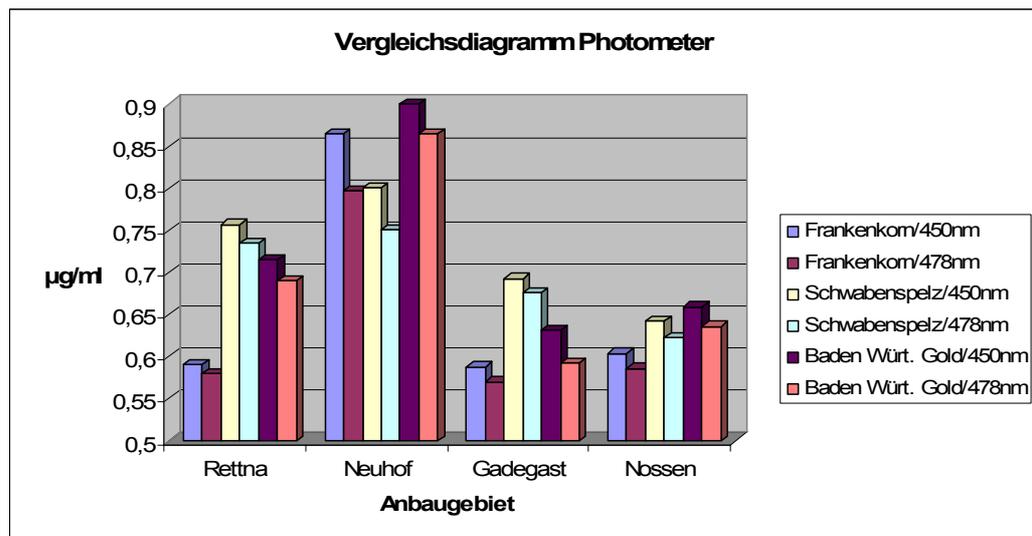


Diagramm 5: Direkter Vergleich der Photometer- Werte der Messungen bei 450nm und 478nm

Wie aus dem Diagramm 5 abzulesen ist, nehmen die gemessenen Werte im Bereich 478 nm proportional zu dem gemessenen Werte im Messbereich von 450 nm ab. Den höchsten Gelbpigmentgehalt weist die Sorte Baden Württemberg Gold aus dem Anbaugesamt Neuhof auf. Allgemein fallen die höheren Werte aller Sorten in Neuhof auf. Die in Gadegast und Nossen angebauten Sorten enthielten die geringste Menge an

Gelbpigmenten. Ebenso konnte im Vergleich die geringste Menge im Frankenkorn in Gadegast gefunden werden.

4.1.4 Vergleich der Schnellmethoden

In diesem Kapitel sollen alle Ergebnisse der einzelnen Schnellmethoden gegenübergestellt werden, um eventuelle Parallelen der Ergebnisse besser zu erkennen.

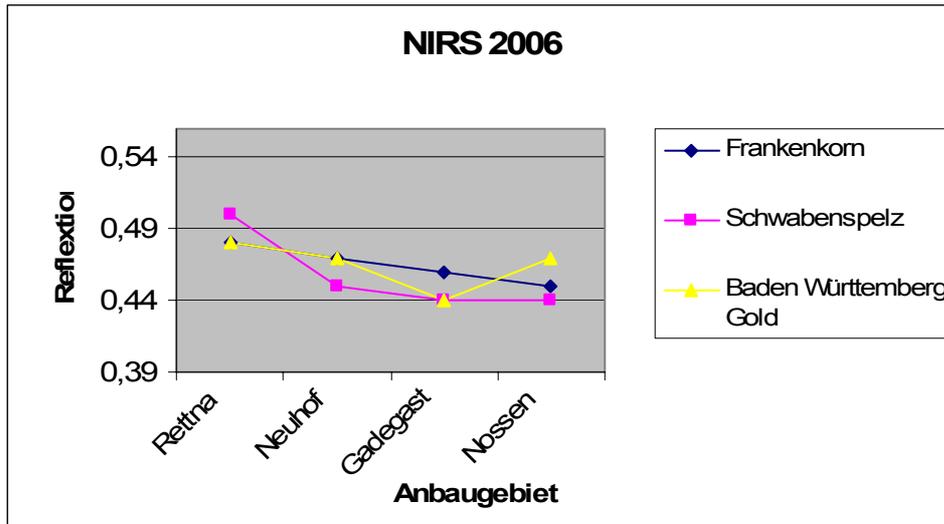


Diagramm 6: NIRS- Wert Dinkelmuster 2006

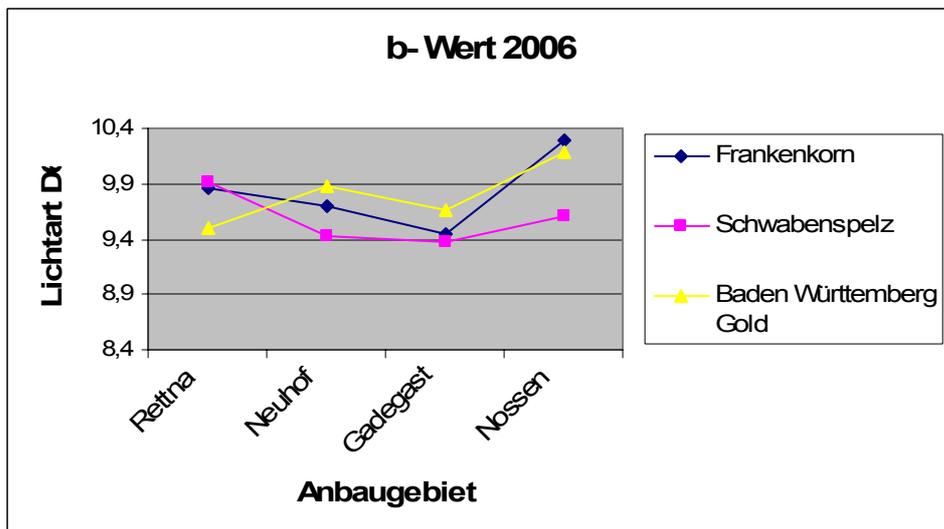


Diagramm7: b- Wert Dinkelmuster 2006

Durch den Vergleich der Diagramm 6 und 7 wird eine Ähnlichkeit des Kurvenverlaufes der Sorten sichtbar. So ergaben beide Untersuchungen bei dem Dinkelmuster Schwabenspelz in Rettna den höchsten Wert für

diese Sorte. Ansonsten ist bei beiden Diagrammen der Pigmentgehalt des Schwabenspelzes am niedrigsten. Die Werte des Standortes NeuhoF ähneln sich. In Gadegast, wo bei beiden Darstellungen die niedrigsten Werte zu finden sind, hat Frankenkorn, bei der NIRS- Messung den höchsten Wert. Bei der Lab- Messung ist es dagegen Baden Württemberg Gold. Im Anbaugesbiet Nassen gab es bei den Lab- Messungen den höchsten Pigmentanteil für die Sorten Frankenkorn und Baden Württemberg Gold. Was im Gegensatz zu den Ergebnissen der NIRS- Messung steht, dort wurde zwar ein hoher Anteil im Baden Württemberg Gold ermittelt.

Für das Jahr 2007 werden die Messergebnisse der Methoden: NIRS, Lab- Farbmessung sowie der Photometer bei dem Messbereich von 450 nm gegenüber gestellt.

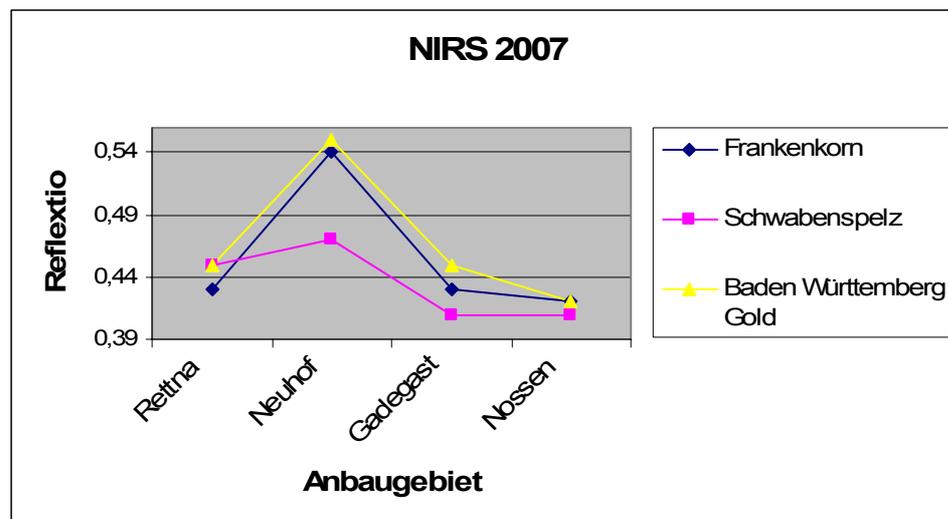


Diagramm 8:NIRS- Wert Dinkelmuster 2007

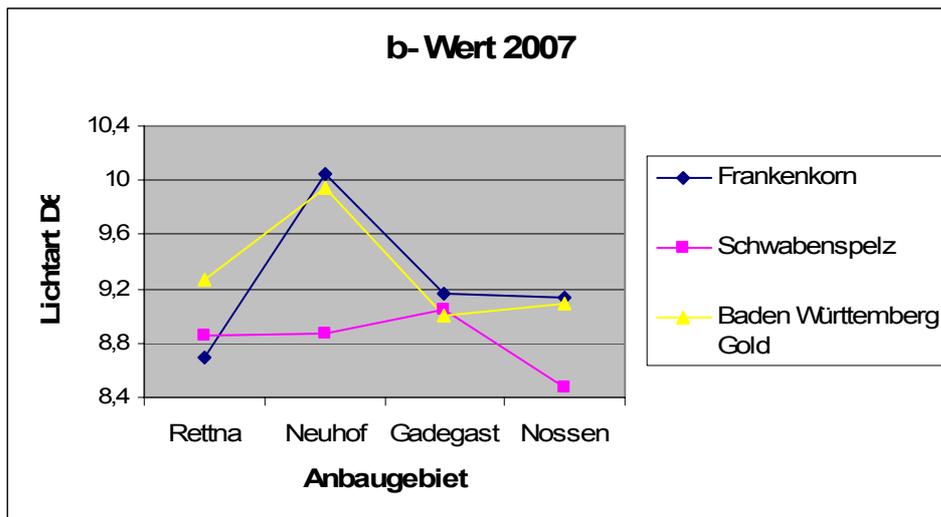


Diagramm 9: b Wert Dinkelmuster 2007

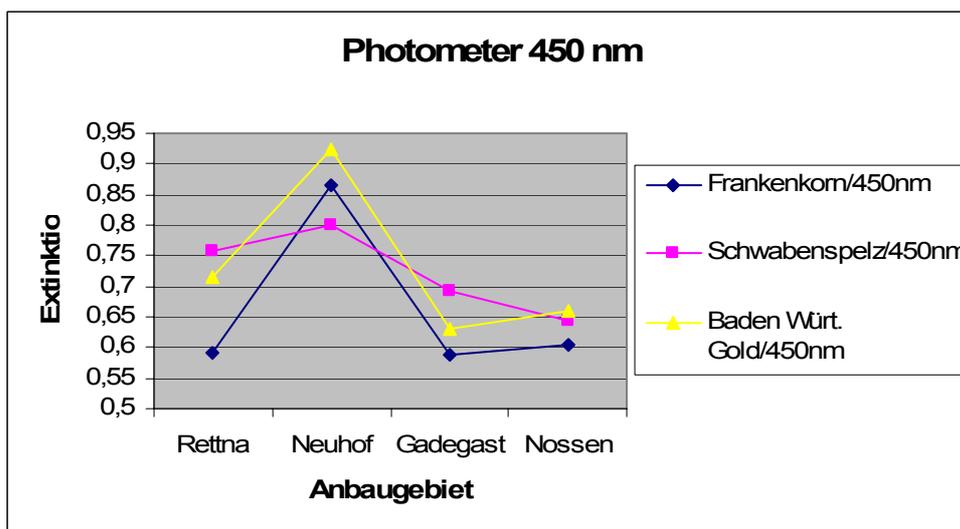


Diagramm 10: Photometer- Wert 2007 bei Messbereich 450 nm

Wie auch bei den Diagrammen der Jahre 2006 ist hier eine große Ähnlichkeit der Ergebnisse festzustellen. Dies gilt im Besonderen für die Diagramme: 8 NIRS- Werte und 10 Photometer. Bei den NIRS- u. Photometer – Ergebnissen wurden die höchsten Mengen an Pigmenten in der Sorte Baden Württemberg Gold im Anbauggebiet Neuhof, wobei bei der Lab- Messung für die Sorte Frankenkorn den höchsten Gelbpigmentgehalt am selben Standort ermittelt wurden. Im Gegensatz zum b- Wert erzielt, wie bei dem NIRS, Baden Württemberg Gold beim

Photometer die besten Ergebnisse. Jedoch wurden weniger Gelbpigmente in der Sorte Frankenkorn gefunden, dass bei der b-Messung am besten, und bei dem NIRS knapp hinter den Werten des Baden Württemberg Gold lag. Ebenfalls wurden höhere Mengen an Gelbpigmenten bei der Photometer- Methode im Schwabenspelz gefunden als bei den anderen Versuchen, wo der geringste Anteil ermittelt wurde.

4.2 Dünnschichtchromatographie

Aus Zeitmangel und der zeitaufwendigen Durchführung und Auswertung konnten nur Dinkelproben aus dem Jahre 2007 untersucht werden.

Zur Auswertung der Kieselgel- Platten wurden diese nach der Entnahme aus der Kammer sofort mit dem Scann- Programm Publisher 8 gescannt. Es wurde mit dem Kamera- Programm Argus ein Bild der Platte erstellt. Die Bilder wurden mit dem Adobe Photoshop 5.5 bearbeitet. Durch die Bearbeitung der Bilder konnte die optische Dichte der hochgewanderten Punkte der Lösungen durch das Programm Tina Version 2.08 ausgemessen werden. Aus alle erhaltenen Messdaten wurde der jeweilige Mittelwert gebildet.



Abb.6: Bild einer DC- Platte: C: β - Carotin- Standard 0,99mg/100mlPetrolether ,X: Xanthophyll-Standard (alt) 0,2mg/20ml Petrolether,P6: Dinkelmuster Baden Württemberg Gold Anbaugebiet Neuhof, P7: Dinkelmuster Frankenkorn, Anbaugebiet Gadegast

Durch das Auftragen des β - Carotin Standards und des Xanthophyll- Standards konnte man im Vergleich der hochwandernden extrahierten Lösung der Dinkelproben feststellen, dass sich keine bzw. geringen Mengen an β - Carotin in den Proben befanden oder der Anteil so gering war, dass Dieser nicht sichtbar wurde. Jedoch konnten Mengen an Xanthophyll sichtbar gemacht werden.

Als nächstes soll mit Hilfe der Ausgewerteten DC- Folien die Reproduzierbarkeit der Probe festgestellt und dargestellt werden.

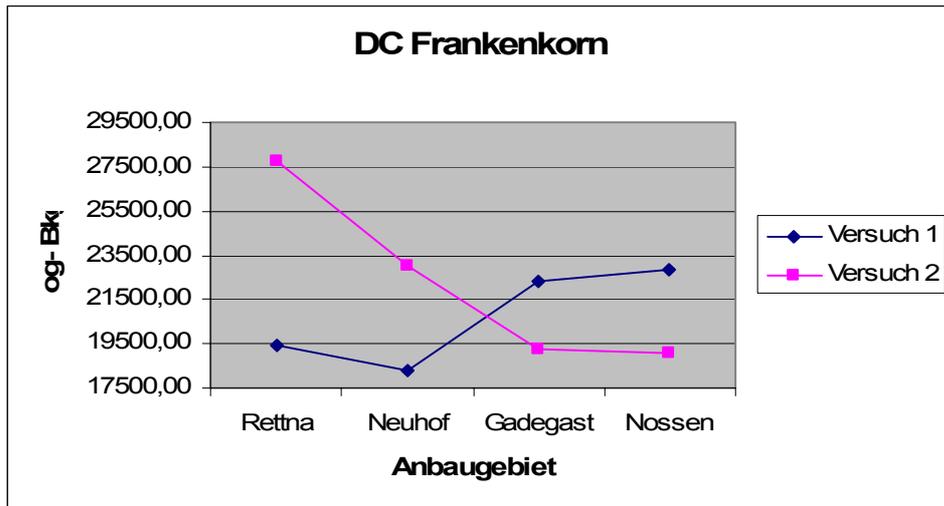


Diagramm 11: Vergleich des 1. und 2. Versuch der DC- Werte der Sorte Frankenkorn

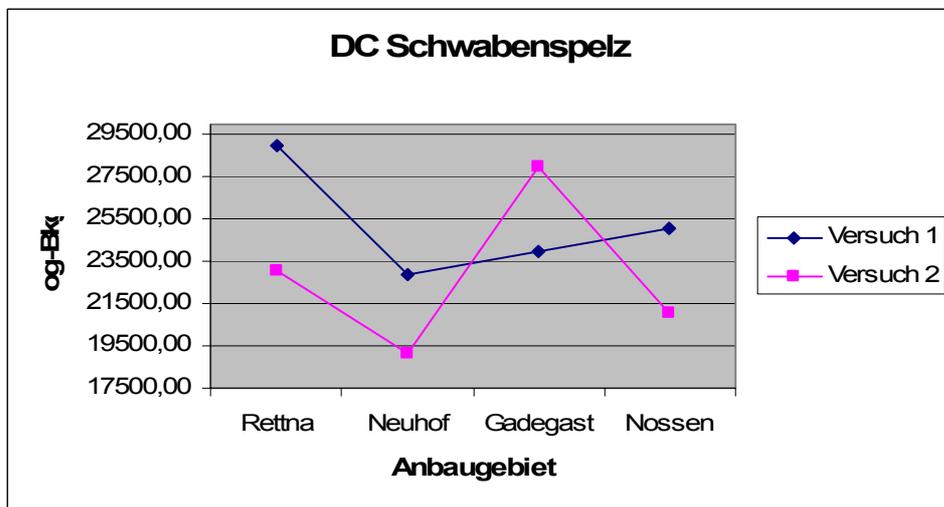


Diagramm 12: Vergleich des 1. und 2. Versuches der DC- Werte der Sorte Schwabenspelz

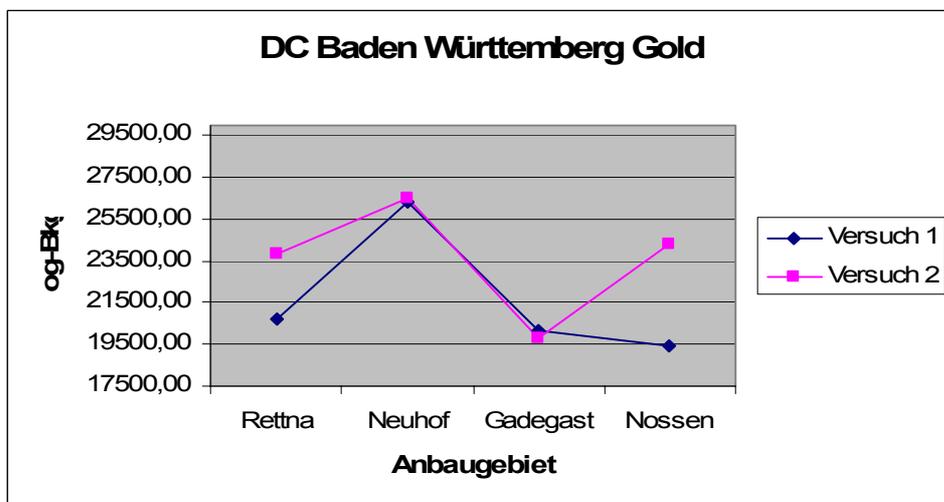


Diagramm 13: Vergleich des 1. und 2. Versuch der DC- Werte der Sorte Baden Württemberg Gold

Im Gegensatz zu den vorherigen Methoden wird eine große Schwankung der Ergebnisse sichtbar. Es gibt bis auf die Ausnahme Baden Württemberg Gold, keine Ähnlichkeiten der jeweils ermittelnden Dichten. Die Sorte Frankenkorn hat die größte abweichende Streuung aller untersuchten Sorten. Bei der ersten Durchführung wiesen die Proben aus den Anbaugebieten Rettna und Neuhof die höchsten und die aus Gadegast wie Nossen den geringsten Xanthophyllanteil auf, jedoch wurde bei der zweiten Durchführung genau das gegenteilige Ergebnis erzielt.

Eine ähnliche Aussage kann bei der Sorte Schwabenspelz getroffen werden. So wurde der höchste Xanthophyllanteil aller untersuchten Proben im Anbaugebiet Rettna in der ersten Versuchsreihe gefunden und in Gadegast bei derselben Sorte in der zweiten Versuchsreihe.

Der höchste Xanthophyllanteil wurde durch das DC trotz großer Schwankungen im Schwabenspelz gefunden. Der geringste Anteil im Frankenkorn. Die Werte des Schwabenspelzes und Baden Württemberg Gold schwanken sehr von Anbaugebiet zu Anbaugebiet. Dagegen unterliegt der Xanthophyllanteil des Frankenkorns keinen allzu großen Schwankungen. Wenn man die ermittelten Zahlen den Anbaugebieten gegenüberstellt, wird ersichtlich dass sich der gefundene Xanthophyllanteil von jeweils zwei unterschiedlichen Sorten ähnlich ist, jedoch immer eine Sorte zumeist Schwabenspelz einen viel höheren Anteil hat. In Neuhof ist hat das Schwabenspelz jedoch ähnliche Mengen enthalten wie Frankenkorn. Jedoch weist Baden Württemberg Gold eine viel höhere Menge auf.

5 Diskussion

Ziel dieser Arbeit ist es, den Gelbpigmentgehalt des Dinkels festzustellen und geeignete Methoden zur Ermittlung des Pigmentgehaltes zu finden. Durch die Untersuchung mittels der DC- Methode konnte festgestellt werden, dass sich eine nachweisbare Menge an Gelbpigmenten im Dinkel befindet. Jedoch in sehr geringen Mengen. Bei den gefundenen Carotinoiden handelte es sich vor allem um Xanthophyll, hingegen konnte kein β - Carotin festgestellt werden.

Die unterschiedlichen Untersuchungen zeigten, dass sich sämtliche Methoden (NIRS, Lab- Farbmessgerät sowie der Photometer) zur Ermittlung des Gelbpigmentgehaltes eignen. So konnten im direkten Vergleich der Messmethoden NIRS und Lab- Farbmessung für die Dinkelschrotmuster des Jahres ein ähnlich hoher Anteil für die Sorte Schwabenspelz ermittelt werden. Bei beiden Messungen wurde der höchste Pigmentanteil in Rettina gefunden. An allen anderen Standorten wurden die geringsten Mengen ermittelt. Für die Sorten Frankenkorn und Baden Württemberg Gold zeigten sich hingegen leichte Unterschiede zwischen den Messergebnissen beider Verfahren. Für das Jahr 2007 wurden die Messergebnisse des NIRS, Lab- Farbmessung sowie des Photometer bei einer Wellenlänge von 450 nm miteinander verglichen. Hier konnte ein sehr ähnlicher Kurvenverlauf zwischen den Diagrammen der Werte des NIRS und den Werten des Photometers festgestellt werden. So wurde in beiden Durchführungen der höchste Pigmentgehalt in Neuhof bei der Sorte Baden Württemberg Gold ermittelt. Bei allen drei Geräten wurden die geringsten Pigmente in der Sorte Schwabenkorn und die meisten im Anbaugebiet Neuhof. Das kann eventuell auf die nicht auf Dinkelschrot abgestimmten Auswertungsprogramme des NIRS 6500 und Lab- Farbmessgerät zurückzuführen sein. Durch ein Erstellen von Programmen für Dinkelmessungen beider Geräte könnten eventuell diese Ergebnisunterschiede beseitigt werden.

Ein großer Vorteil bei dem NIR- und Lab- Farbmessgerät im Gegensatz zu dem Photometer liegt vor allem in der Probenvorbereitung sowie der

einfachen Handhabung der Geräte. Die Probenmuster müssen vor der Versuchsdurchführung lediglich gut homogenisiert werden. Die Durchführung selbst und das Erhalten von Ergebnissen dauern nur wenige Minuten. Dagegen sind Untersuchungen mit dem Photometer länger und durch die Extraktion des Pigmentgehaltes aus den Proben auch zeitaufwändiger. Im Gegensatz zu den NIRS- und Lab-Farbmessgeräten kann nur geschultes Personal diesen Versuch durchführen. Die eigentliche Messung und die Auswertung hingegen sind bei diesem Gerät in wenigen Minuten erfolgt.

Bei der Dünnschichtchromatographie wurden sehr unterschiedliche Werte ermittelt. Für die aufwendige und langwierige Durchführung werden gute Laborkenntnisse benötigt, um die Ergebnisse nicht durch Fehler in der Extinktion zu verfälschen. Nicht nur der hohe Arbeitsaufwand bei der Versuchsdurchführung auch die zeitaufwendige Auswertung der Ergebnisse spricht gegen die Anwendung dieser Methode.

Im Bezug auf die Einflussnahme von verschiedenen Faktoren wie unterschiedliche Sorte, Anbaugebiet und Erntejahr auf den Pigmentgehalt konnte festgestellt werden, dass zwischen den Jahren 2006 und 2007 große Schwankungen vorlagen. Im feuchten Jahr 2007 konnten höhere Mengen an Pigmenten in den Dinkelmustern festgestellt werden als im warmen und trockenen Jahr 2006. Das lässt darauf schließen, dass der Gelbpigmentgehalt von äußeren Einflüssen wie Wärme, Licht abhängig sein könnte. Vor allem die Sorten sind für die Menge des Pigmentgehaltes ausschlaggebend. So ergaben die Untersuchungen in den Jahren 2006 und 2007, dass die Sorte Frankenkorn sowie die Sorte Baden Württemberg Gold die höchsten Mengen an Gelbpigmenten beinhalten. Die geringsten Mengen wurden in der Sorte Schwabenspelz ermittelt. Im Bezug auf das Anbaugebiet kann man ebenfalls sagen, dass dieses einen Einfluss auf den Pigmentgehalt ausübt. Im Jahr 2006 gab es keine sehr großen Unterschiede. Dagegen stach im Jahr 2007 das Anbaugebiet Neuhaus allgemein mit sehr hohen Werten in allen Untersuchungen heraus.

In diesem Gebiet müssen noch weitere Untersuchungen durchgeführt werden, die in diesem Projekt vorgesehen waren, aber aus Zeitmangel nicht durchgeführt werden konnten. Auch wäre es interessant, in den kommenden Forschungsprojekten mehr auf die Anbauggebiete und die Umweltbedingungen einzugehen. Ebenfalls wäre die Frage zu klären ob der Gelbpigmentgehalt (wie das Durum) als Qualitätsmerkmal des Dinkels bezeichnet werden kann.

6 Zusammenfassung

Diese Technikerarbeit thematisiert die Ermittlung des Gelbpigment -
gehaltes im Dinkel. Es sollte die Frage geklärt werden, ob sich ein
messbarer Gelbpigmentgehalt in Dinkel befindet und ob dieser abhängig
ist von Sorte, Anbaugebiet und den Erntejahren. Auch sollte geklärt
werden, ob sich die Messmethoden NIRS, Lab- Farbensung und die
spektralphotometrischen Methode als Schnellmethoden zur Wiederfindung
des Gelbpigmentgehaltes eignen. Zur quantitativen und qualitativen
Bestimmung, des Pigmentgehaltes wurde die Dünnschichtchromato -
graphie herangezogen.

Als Probenmuster dienten drei unterschiedliche Dinkelsorten aus vier
Anbaugebieten Deutschlands aus den Erntejahren 2006 und 2007. Alle
Muster wurden auf Asche- und Proteingehalt sowie Feuchte untersucht.

Durch die DC konnte eine geringe Menge an Carotinen festgestellt
werden, bei denen es sich hauptsächlich um Xanthophyll handelt. Zur
Menge konnte keine eindeutige Aussage getroffen werden. Hingegen
stellte sich jede der untersuchen Methoden als geeignet heraus. Es
konnten vergleichbar Ergebnisse mit leichten Abweichungen erzielt
werden. Auch konnte festgestellt werden, dass der Anteil des
Gelbpigments von den Sorten, Anbaugebieten und Umwelteinflüssen
abhängig ist.

7 Summary

The subject of this technical thesis is the yellow pigment content in spelt. The question was to clarify if there is a measurable quantity of pigment present in spelt and if so if the amount depends on the strain, region and year of harvest. Also to test whether near infrared reflectance spectrophotometer and lab colourspace are suitable as analytical methods in this case. Thin layer chromatography was used to determine the type and quantity of the pigment.

The three strains of spelt used in this study came from four different growing areas in Germany and from the years 2006 and 2007. They were tested for ash, protein and water content.

Using TLC a small quantity of carotene specifically xanthophyll was found to be present but the quantity of the pigment was not determined. All the methods used were found to be suitable, as they produced almost the same results. It was also found that the pigment content was dependant on the strain of spelt and on environmental influences.

8 Abbildungsverzeichnis

Abb. 1:	NIR- System 6500	7
Abb. 2:	Lab- Farbmessgerät	8
Abb. 3:	CIE Lab- Farbsystem	9
Abb. 4:	Photometer	10
Abb. 5:	Schematischer Aufbau eines Photometers	10
Abb. 6:	Bild einer DC- Platte	23

9 Diagrammverzeichnis

Diagramm 1: NIRS- Werte für Dinkelmuster 2006	15
Diagramm 2: NIRS- Werte für Dinkelmuster 2007	15
Diagramm 3: b- Werte für Dinkelmuster 2006	17
Diagramm 4: b- Werte für Dinkelmuster 2007	17
Diagramm 5: Direkter Vergleich der Photometer- Werte der Messungen bei 450nm und 478nm	18
Diagramm 6: NIRS- Werte 2006	19
Diagramm 7: b- Werte 2006	19
Diagramm 8: NIRS- Werte 2007	20
Diagramm 9: b- Werte 2007	21
Diagramm 10: Photometer- Werte 2007 bei 450 nm	21
Diagramm 11: Vergleich des 1. und 2. Versuch der DC- Werte der Sorte Frankenkorn	24
Diagramm 12: Vergleich des 1. und 2. Versuch der DC- Werte der Sorte Schwabenspelz	24
Diagramm 13: Vergleich des 1. und 2. Versuch der DC- Werte der Sorte Baden Württemberg Gold	24

10 Literaturverzeichnis

[1] Dinkel, Wikipedia

<http://de.wikipedia.org/wiki/Dinkel>, 12.09.2007

[2] **V. Hentschel, J. Hollmann, M.G. Lindhauer, K. Kranl. V. Böhm, R. Bitsch**, (2003)

Bestimmung der gelben Inhaltsstoffe verschiedener Durumweizen-Mahlfractionen mittels ICC Standardmethode 152 und HPLC, Getreide, Mehl und Brot 57, Seite 3

[3] **Andreas Werries** (2007)

Validierung von HPLC- Methoden zur Bestimmung von Polyphenolen und Carotinoide im Möhren. Weizen und Mais unterschiedlicher Herkunft, Seite 37

<http://kobra.bibliothek.uni->

[kassel.de/dspace/bitstream/urn:nbn:de:hebis:34-](http://kobra.bibliothek.uni-kassel.de/dspace/bitstream/urn:nbn:de:hebis:34-2007043017906/4/DissertationWerries.pdf)

[2007043017906/4/DissertationWerries.pdf](http://kobra.bibliothek.uni-kassel.de/dspace/bitstream/urn:nbn:de:hebis:34-2007043017906/4/DissertationWerries.pdf), 07.01.2008

[4] **Karin Wehrle (1995)**

Erarbeitung von Schnellmethoden zur qualitativen Beurteilung von Durumweizen aus deutschem Anbau, Seite 22

[5] **DLG (1993)**

Die Inhaltsstoffbestimmung in pflanzlichen Produkten mit der Nah-Infrarotspektroskopie, Seite 3,4

[6] Lab- Color. Space, Wikipedia

http://en.wikipedia.org/wiki/Lab_color_space, 12.11.2007

[7] + Abb. 3 **Karin Wehrle (1995)**

Erarbeitung von Schnellmethoden zur qualitativen Beurteilung von Durumweizen aus deutschem Anbau, Seite 19

[8] **Bruno Lange/ Zdeněk J. Vejdělek (1980)**

Photometrische Analyse, Seite 4- 5

Verlag Chemie

[9] + Abb. 4: Biochemisches Praktikum, Einführung Photometrie

<http://www.uni-koeln.de/med->

[fak/biochemie/biomed/versuche/v01.shtml](http://www.uni-koeln.de/med-fak/biochemie/biomed/versuche/v01.shtml), 6.01.2007

[10] Dünnschichtchromatographie, Wikipedia
<http://de.wikipedia.org/wiki/D%C3%BCnnschichtchromatografie>,
13.9.2007

[11] Silicagel, Wikipedia
<http://de.wikipedia.org/wiki/Silicagel>, 8.01.2008

11 Anhang

Alle ausgewerteten Daten sowie Bilder der DC- Platten sind auf die beigelegte CD- Rom wieder zu finden.

Danksagung

Ich möchte mich an dieser Stelle ganz herzlich bei Herrn Doktor Unbehänd sowie Frau Doktor Seling bedanken, die mir die Möglichkeit boten dieses Projekt in der BfL Detmold durchzuführen. Auch möchte ich mich bei dem Team, speziell Frau Kromme, die mir alle tatkräftig bei der Verwirklichung des Projektes geholfen haben.

Ein besonderes Dankschön geht an meine Familie, Ron und meine Freunden, für die tolle Unterstützung in den letzten zwei Jahren.

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich, Christine Gundermann eidesstattlich, dass ich die hier vorliegende Technikerarbeit selbstständig angefertigt haben, keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel und Quellen benutzt haben, sowie die Zitate kenntlich gemacht haben.

Berlin, den 14.04.2008

Christine Gundermann