



Heike Scharnhop (Autor)

**Anwendung der High-Speed Countercurrent
Chromatography zur Fraktionierung und Isolierung
von Koffeinhaltstoffen**



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/1648>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentzsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: info@cuvillier.de, Website: <https://cuvillier.de>

INHALTSVERZEICHNIS

1	EINLEITUNG	1
1.1	KAFFEEPFLANZE UND IHR ANBAU	1
1.2	IM URSPRUNGSLAND: ERNTE UND AUFBEREITUNG	3
1.2.1	Nasse Aufbereitung	4
1.2.2	Trockene Aufbereitung	4
1.2.3	Weitere Aufbereitungsmethoden	5
1.3	IM VERBRAUCHERLAND: RÖSTUNG, BEHANDLUNG UND KONSUM	5
1.3.1	Röstung	5
1.3.2	Veränderungen während der Röstung	7
1.3.2.1	Maillard-Reaktion	9
1.3.3	Behandlung von Röstkaffee	10
1.3.3.1	Entkoffeinierung	10
1.3.3.2	Löslicher Kaffee	11
1.3.3.3	Schonkaffee	12
1.4	AUSGEWÄHLTE ANALYTISCHE METHODEN ZUR TRENNUNG UND CHARAKTERISIERUNG VERSCHIEDENER KAFFEEFRAKTIONEN	12
1.4.1	Gegenstromverteilungschromatographie	12
1.4.2	LC-NMR/MS-Kopplung	15
1.5	ZIELSETZUNG	18
2	ERGEBNISSE UND DISKUSSION	19
2.1	UNTERSUCHUNG UND ISOLIERUNG VON LIPIDBESTANDTEILEN AUS KAFFEE	19
2.1.1	Allgemeines	19
2.1.2	Diterpene	19
2.1.3	Isolierung von 16-O-Methylcafestol aus Robustakaffee	23
2.1.4	Isolierung weiterer Diterpene aus Arabikakaffee	31
2.1.4.1	Isolierung von Röstprodukten aus Arabikakaffee	37
2.1.4.2	Spektroskopische Analyse der isolierten Diterpene	39
2.1.4.2.1	Charakterisierung eines weiteren Diterpens aus grünem und geröstetem Kaffee	43
2.1.4.3	Charakterisierung weiterer Substanzen aus dem unverseifbaren Anteil	52
2.1.4.4	Isolierung von Carbonsäure-5-hydroxytryptamiden	55
2.1.4.5	Quantifizierung von Diterpenen und Carbonsäure-5-hydroxytryptamiden in ausgewählten Kaffeesorten	56
2.2	FRAKTIONIERUNG VON ESPRESSO IN BEZUG AUF BITTERKEIT	62
2.2.1	Allgemeines	62
2.2.2	Bitterkeit von Kaffeegetränken	64
2.2.3	Aufbau und Training eines Sensorikpanels	66
2.2.3.1	Messbarkeit von Geschmacksarten	68
2.2.4	Fraktionierung von Espresso	69
2.2.4.1	Spektrometrische Untersuchung getrennter Fraktionen (HSCCC E-I)	73

2.2.4.2	Sensorische Analyse getrennter Fraktionen (HSCCC E-I)	77
2.2.5	Gelchromatographische Trennung der HSCCC E-I Fraktionen E1 – E5	80
2.2.5.1	Gelchromatographische Trennung von Fraktion E1	80
2.2.5.2	Gelchromatographische Trennung von Fraktion E2	86
2.2.5.3	Gelchromatographische Trennung von Fraktion E3	87
2.2.5.4	Gelchromatographische Trennung von Fraktion E4	88
2.2.5.5	Gelchromatographische Trennung von Fraktion E5	89
2.2.6	Sensorische Analyse der erhaltenen Sephadex-Fraktionen	89
2.2.7	Fraktionierung der Fraktion Ec mittels HSCCC	92
2.2.7.1	Sensorische Analyse getrennter Fraktionen (HSCCC E-II)	97
2.2.8	Messung einer Espressoportion mittels LC-NMR/MS	101
2.3	VERTEILUNGSCROMATOGRAPHISCHE TRENNUNG EINES EXTRAKTES AUS KAFFEEKIRSCHEN	104
2.3.1	Allgemeines	104
2.3.2	Fraktionierung eines Extraktes aus Kaffeeirschen	106
2.3.2.1	Untersuchung des Hexanrückstands der Kaffeeirschen	106
2.3.2.2	Untersuchung des XAD-7 Extrakts von Kaffeeirschen	107
3	ZUSAMMENFASSUNG	117
4	SUMMARY	119
5	MATERIAL UND METHODEN	120
5.1	KAFFEETROBEN	120
5.2	VERWENDETE CHEMIKALIEN UND LÖSUNGSMITTEL	120
5.3	GERÄTE UND PARAMETER	122
5.3.1	Gelchromatographie	122
5.3.2	Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC)	122
5.3.3	LC-MS-System	123
5.3.3.1	Verwendete Säulen für die HPLC und LC-MS	123
5.3.3.2	Verwendete Fließmittelsysteme und Gradienten	123
5.3.4	High Speed Countercurrent Chromatography (HSCCC)	125
5.3.4.1	Verwendete Fließmittelsysteme für die HSCCC	126
5.4	ANGEWANDTE METHODEN	127
5.4.1	Bestimmung der Trockenmasse	127
5.4.2	Verteilungsversuche für die HSCCC	127
5.4.3	Fraktionierung des Unverseifbaren Anteils von Kaffee	128
5.4.3.1	Isolierung des Unverseifbaren Anteils	128
5.4.3.1.1	Fettextraktion	128
5.4.3.1.2	Verseifung	128
5.4.3.1.3	Extraktion des Unverseifbaren Anteils	128
5.4.3.2	Dünnschichtchromatographie	128
5.4.4	Quantifizierung der Diterpene des Unverseifbaren Anteils	129
5.4.5	Isolierung der Carbonsäure-5-hydroxytryptamide	129
5.4.6	Quantifizierung der Carbonsäure-5-hydroxytryptamide	129

5.4.7	Fraktionierung von Espresso	129
5.4.7.1	Extraktion mit Wasser – Erster und zweiter Aufguss	129
5.4.7.2	Extraktion mit <i>n</i> -Butanol / Ethylacetat	130
5.4.7.3	Gelchromatographie isolierter Espressoaktionen	130
5.4.8	Sensorische Analysen	130
5.4.8.1	Panel-schulung	130
5.4.8.2	Erkennen der vier Grundgeschmacksarten	130
5.4.8.3	Bestimmung der Geschmacksempfindlichkeit	131
5.4.8.4	Triangel Test	131
5.4.9	Sensorische Analyse von isolierten Espressoaktionen	132
5.4.9.1	Geschmacksschwellenwerte	132
5.4.9.2	Farbaktivität	132
5.4.10	Fraktionierung des XAD-7 Extraktes von Kaffeekirschen	133
5.4.10.1	Extraktion mit Hexan	133
5.4.10.2	Extraktion mit Methanol / Essigsäure (19/1, v/v)	133
5.4.10.3	Adsorptionschromatographie an Amberlite® XAD-7	133
5.5	PHYSIKALISCH-CHEMISCHE CHARAKTERISIERUNG ISOLIERTER REINSUBSTANZEN	134
5.5.1	LC-NMR/MS	139
6	LITERATUR	141
7	ANHANG	150
7.1	QUANTIFIZIERUNG	150
7.1.1	Trockenmassen verschiedener Kaffeessorten	150
7.1.2	Kalibriergraden der Diterpen-Quantifizierung	150
7.1.3	Kalibriergraden der Carbonsäure-5-hydroxytryptamid-Quantifizierung	151
7.1.4	Quantifizierung der Diterpene	152
7.1.5	C-5-HT-Gehalte [mg/100g] und Röstverluste verschiedener Kaffeessorten	152
7.1.6	C-5-HT-Gehalte [mg/100g] im unbehandelten Pulver sowie im unverseifbaren Anteil verschiedener Kaffeessorten	153
7.2	ESPRESSO-FRAKTIONIERUNG	153
7.2.1	Sephadex Trennung der Fraktion E1	153
7.2.2	Sephadex Trennung der Fraktion E2	154
7.2.3	Sephadex-Trennung der Fraktion E3	154
7.2.4	Sephadex-Trennung der Fraktion E4	154
7.2.5	Sephadex-Trennung der Fraktion E5	155
7.3	TABELLARISCHE AUFSTELLUNG NICHT CHARAKTERISierter SUBSTANZEN	155
7.4	TABELLARISCHE AUFLISTUNG DURCHGEFÜHRTER CHROMATOGRAPHISCHER TRENNUNGEN	157