



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 Kaffeekirschen | 106 |
| 2.3.2.1 | Untersuchung des Hexanrückstands der Kaffeekirschen | 106 |
| 2.3.2.2 | Untersuchung des XAD-7 Extrakts von Kaffeekirschen | 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 Espresso-Fractionen | 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 Espresso-Fractionen | 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 Kaffeearten | 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 Kaffeearten | 152 |
| 7.1.6 | C-5-HT-Gehalte [mg/100g] im unbehandelten Pulver sowie im unverseifbaren Anteil verschiedener Kaffeearten | 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 |