

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1	Einleitung 1
1.1.0	Allgemeines 1
1.1.1	Bedeutung der Fette..... 1
1.1.2	Einteilung der Öle und Fette..... 1
1.1.3	Herkunftsländer von Rohstoffen zur Ölgewinnung 2
1.1.4	Einsatzgebiete von Ölen und Fetten 3
1.2.0	Minorkomponenten in Pflanzenölen 4
1.2.1	Sterine..... 5
1.2.1.1	Sterinanalytik..... 8
1.2.2	Sterinesteranalytik 12
1.2.2.1	Massenspektrometrische Untersuchungen von Sterinen und Sterinestern 13
1.2.3	Tocopherole und Tocotrienole 13
1.2.3.1	Tocopherolanalytik 15
1.2.4	Tocopherolesteranalytik 19
1.2.5	Zusammenfassung 20
1.2.6	Aufgabenstellung..... 21
2	Ergebnisse und Diskussion
2.1.0	Dünnschichtchromatographische Auftrennungen von Pflanzenölen 22
2.1.1	Optimierung des DC-Fließmittelgemisches und des Entwicklungsreagenzes 23
2.2.0	Säulenchromatographie an Kieselgel 23
2.2.1	Verwendung von Chromatographiesäulen aus Glas..... 23
2.2.2	Verwendung von Chromatographiesäulen aus Polypropylen 24
2.2.3	Zusammenfassung 25
2.2.4	Verfahrensoptimierung..... 25
2.2.5	Vergleich verschiedener Applikationsverfahren 25
2.2.6	Einsatz von n-Hexan/TBME Gemischen als Elutionsmittel 26
2.2.6.1	Dünnschichtchromatographische Identifizierung von Δ^5 und Δ^7 Sterinen..... 26
2.2.7	Variation des Eluentensystems zur säulenchromatographischen Trennung von Sterinestern - Triglyceriden 27
2.2.8	Erprobung des Verfahrens anhand ausgewählter Pflanzenöle 27
2.2.9	Weitere Optimierung des Eluentensystems zur säulenchromatographische Trennung Triglyceride - Tocopherole 29
2.2.10	Methodenvorschlag zur Trennung von Triglyceriden, Sterinestern, Sterinen und Tocopherolen durch Chromatographie an Kieselgel 29
2.2.11	Fraktionierung nach konstantem Volumina 30
2.2.12	Zusammenfassung 31
2.3.0	Säulenchromatographie an Aluminiumoxid 31
2.3.1	Prinzipielles Vorgehen 32
2.3.2	Erprobung des Verfahrens anhand von zwei selbst hergestellten Ölmischungen, einer realen Handelsprobe sowie drei Vergleichsölen 32
2.3.3	Zusammenfassung 33

2.4.0	Referenzverfahren: Isolierung von Sterinen nach Verseifung	34
2.4.1	Zusammenfassung	36
2.5.0	Gelpermeationschromatographie (GPC)	36
2.5.1	Ermittlung von GPC-Retentionszeitfenstern	38
2.5.2	Bestimmung der Retentionszeiten von Sterinen, Sterinestern, Tocopherolen und Tocopherolacetat bei der gaschromatographischen Analyse	39
2.5.3	Erprobung des GPC-Verfahrens anhand ausgewählter Öle	40
2.5.4	Methodenvergleich GPC-Verfahren mit Referenzverfahren (Verseifung)	46
2.5.5	Untersuchung einer selbst hergestellten Avocadoölverfälschung	49
2.5.6	Gaschromatographische Bestimmung des Anteils frei bzw. verestert vorliegender Sterine	51
2.5.7	Zusammenfassung	53
2.6.0	GC/MS- und LC/MS-Untersuchungen	54
2.6.1	GC/MS-Untersuchung von Standardlösungen	54
2.6.2	GC/MS-Bestimmung von Δ^7 Campesterin, Δ^5 Avenasterin, Δ^7 Stigmasterin und Δ^7 Avenasterin	56
2.6.3	Synthese von Sterinestern	57
2.6.4	Untersuchung von Sterin- und Tocopherolestern	58
2.6.4.1	GC-Untersuchungen von Sterin- und Tocopherolestern	58
2.6.4.2	GC/MS-Untersuchung von Sterin- und Tocopherolestern	58
2.6.4.3	LC/MS-Untersuchung von Sterin- und Tocopherolestern	61
2.6.5	Zusammenfassung	61
3	Zusammenfassung	63
4	Experimenteller Teil	
4.1.0	Allgemeines	65
4.1.1	Dünnschichtchromatographie (DC)	65
4.1.2	Gaschromatographie (GC)	65
4.1.2.1	Berechnung der Sterin(ester)- bzw. Tocopherol-Zusammensetzung und Ermittlung der Gehalte	66
4.1.3	Gaschromatographie-Massenspektrometrie-Kopplung (GC/MS)	67
4.1.4	Flüssigkeitschromatographie-Massenspektrometrie-Kopplung (LC/MS)	67
4.1.5	Gelpermeationschromatographie (GPC)	68
4.1.6	Eingesetzte Reagentien	68
4.1.7	Standardlösungen	69
4.1.8	Eingesetzte Pflanzenöle	71
4.2.0	Dünnschichtchromatographische Auftrennung von Pflanzenölen	71
4.2.1	Vorversuch	71
4.2.2	Optimierung des Entwicklungsreagenzes	71
4.2.3	Optimierung des Fließmittelgemisches	71
4.2.4	Optimierung des Fließmittels zur dünn-schichtchromatographischen Trennung Triglyceride - Sterinester	72
4.3.0	Säulenchromatographie an Kieselgel	72
4.3.1	Verwendung von Chromatographiesäulen aus Glas	72

4.3.2	Verwendung von Chromatographiesäulen aus Polypropylen	73
4.3.2.1	Prinzipielles Vorgehen	73
4.3.2.2	Verfahrensoptimierung	74
4.3.2.2.1	Vergleich verschiedener Applikationsverfahren	74
4.3.2.2.2	Einsatz von n-Hexan/TBME Gemischen als Elutionsmittel	74
4.3.2.2.3	Variation des Eluentensystems zur säulenchromatographischen Trennung Sterinester - Triglyceride	76
4.3.2.3	Erprobung des Verfahrens anhand ausgewählter Pflanzenöle	76
4.3.2.4	Weitere Optimierung des Eluentensystems zur säulenchromatographischen Trennung Triglyceride - Tocopherole	79
4.3.3	Methodenvorschlag zur Trennung von Triglyceriden, Sterinestern, Sterinen und Tocopherolen durch Chromatographie an Kieselgel	80
4.3.4	Fraktionierung nach konstanten Volumina	83
4.4.0	Säulenchromatographie an Aluminiumoxid	83
4.4.1	Prinzipielles Vorgehen	83
4.4.2	Erprobung des Verfahrens anhand von zwei selbst hergestellten Ölmischungen, einer realen Handelsprobe sowie drei Vergleichsölen	85
4.5.0	Referenzverfahren: Isolierung von Sterinen nach Verseifung	86
4.6.0	Gelpermeationsverfahren (GPC)	87
4.6.1	Prinzipielles Vorgehen	87
4.6.2	Ermittlung von GPC-Retentionszeitfenstern	87
4.6.3	Bestimmung der Retentionszeiten von Sterinen, Sterinestern, Tocopherolen und Tocopherolacetat bei der gaschromatographischen Analyse	88
4.6.4	Erprobung des GPC-Verfahrens anhand ausgewählter Pflanzenöle	91
4.6.5	Methodenvergleich: GPC-Verfahren mit Referenzverfahren (Verseifung)	91
4.6.6	Untersuchung einer selbst hergestellten Avocadoölvfälschung	92
4.6.7	Gaschromatographische Bestimmung des Anteils frei bzw. verestert vorliegender Sterine	93
4.7.0	GC/MS- und LC/MS-Untersuchungen	94
4.7.1	Untersuchung von Standardlösungen	94
4.7.2	GC/MS-Bestimmung von Δ^7 Campesterin, Δ^5 Avenasterin, Δ^7 Stigmasterin und Δ^7 Avenasterin	96
4.7.3	GC-Untersuchungen von Sterin- und Tocopherolester	97
4.7.4	GC/MS-Untersuchung von Sterinestern	97
4.7.5	LS/MS-Untersuchung von synthetisierten Sterinestern	98
4.8.0	Synthesen von Sterinestern	99
5	Literaturverzeichnis	101
6	Anhang	109