

Zusammensetzung und Funktionalität des Lecithins aus Rapssaaten für erweiterte Anwendungen im Lebensmittelbereich

DISSERTATION

zur Erlangung des Doktorgrades
des Fachbereiches Chemie
der Universität Hamburg

aus dem
Institut für Biochemie und Lebensmittelchemie
- Abteilung für Lebensmittelchemie -
der Universität Hamburg

vorgelegt von

Claudia Heift
aus Glinde

Hamburg 2007

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von April 2002 bis März 2007 unter der Leitung von Professor Dr. Dr. Hans Steinhart am Institut für Biochemie und Lebensmittelchemie in der Abteilung für Lebensmittelchemie angefertigt.

Der praktische Teil wurde unter der technischen Leitung von Dr. Reinhard Lange im Hause der Degussa Texturant Systems Deutschland GmbH & Co. KG durchgeführt.

1. Gutachter: Prof. Dr. Dr. H. Steinhart

2. Gutachter: Prof. Dr. B. Bisping

Tag der Disputation: 25.05.2007

DANKSAGUNGEN

Für die umfangreiche wissenschaftliche, praktische, finanzielle und moralische Unterstützung, die mir während meiner Promotionszeit zuteil wurde, bedanke ich mich ganz herzlich bei:

Herrn Prof. Dr. Dr. Hans Steinhart für die Bereitstellung des Themas und den großzügigen Handlungsspielraum bei der Bearbeitung dieser Dissertation.

Herrn Prof. Dr. Bernward Bisping für die bereitwillige Übernahme des Koreferates.

Herrn Dr. Reinhard Lange für die vielfältige und jederzeit gewährte Unterstützung während meiner Promotion sowie die hilfreichen Diskussionen.

Frau Anna Möller für ihr Engagement und die hervorragende Zusammenarbeit.

Herrn Jürgen Detert für die praktische Durchführung der Backversuche. Frau Seppelt für die Anfertigung der Clusteranalyse. Herrn Dr. Hellmuth Zöltzer von der Universität Kassel, Fachbereich 18 Naturwissenschaft, Institut für Biologie, Abteilung Zellbiologie für die TME-Untersuchungen der Rapssaaten. Frau Jessica Rower für die Einweisung in den Umgang mit W/O-Emulsionen.

Frau Brit Schneiderei und Frau Margit Paravicini für die steht's aufmunternden Worte.

Herrn Klaus-Dieter Schipmann für die technische Zusammenarbeit.

Dem Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) und der Firma Degussa Texturant Systems Deutschland GmbH & Co. KG für die finanzielle Unterstützung des Forschungsprojektes.

Der Norddeutschen Pflanzenzucht Hans-Georg Lembke KG und der Deutschen Saatenveredelung Lippstadt-Bremen GmbH für die Bereitstellung der Saaten.

Meinen Eltern Bärbel und Klaus[†] Heift, meinem Mann André Zolondek und meinen Kindern Moritz Noah und Jette Feline für die stete Förderung, die moralische Unterstützung sowie den Blick für das Wesentliche im Leben.

Für die Diddis, die es eigentlich nie gab

ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS

AU	Acetonunlösliches
Cer	Cerebrosid
CN-U	Cyanopropyl Festphase
d	Tag
d _{3,2}	mittlerer oberflächenbezogener Tropfendurchmesser
d _{4,3}	mittlerer volumenbezogener Tropfendurchmesser
DC	Dünnschichtchromatographie
dem.	demineralisiert
DGDG	Digalactosyl Diglycerin
DSV	Deutsche Saatenveredelung
ELSD	Evaporative Light Scattering
ESG	verestertes Sterylglycosid
FFA	Freie Fettsäure
FID	Flammenionisationsdetektor
FSME	Fettsäuremethylester
GC	Gaschromatographie
GL	Glycolipid
h	Stunde
HLB	Hydrophile Lipophile Balance
HPLC	High Performance Liquid Chromatography
HPTLC	High Performance Thin Layer Chromatography
IR	Refractive Index
LC-PUFA	Long Chain Polyunsaturated Fatty Acid
LPC	Lyso-Phosphatidylcholin
LPE	Lyso-Phosphatidylethanolamin
MGDG	Monogalactosyl Diglycerin
MS	Mass Spectrometry
NPZ	Norddeutsche Pflanzenzucht
O/W	Öl in Wasser Emulsion
³¹ P NMR	³¹ Phosphor Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy

Abkürzungsverzeichnis

PA	Phosphatidsäure
PC	Phosphatidylcholin
PC-ab	Phosphatidylcholin abgereichert
PC-an	Phosphatidylcholin angereichert
PE	Phosphatidylethanolamin
PI	Phosphatidylinosit
PL	Phospholipid
RF	Retention Factor
Sdv	Standardvariation
Skt	Skalenteile
SG	Sterylglycosid
SPE	Solid Phase Extraction
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TG	Triglycerid
TLC	Thin Layer Chromatography
UV	Ultraviolett
W/O	Wasser in Öl Emulsion

INHALTSVERZEICHNIS

1. EINLEITUNG	1
2. THEORETISCHER TEIL	2
2.1 Rapssaaten und deren Zusammensetzung	2
2.1.1 Begriffsbestimmung Rapssaat	2
2.1.2 Bau und Zusammensetzung der Rapssaat	2
2.2 Begriffsbestimmung Lecithin	3
2.2.1 Zusammensetzung von handelsüblichem Rapslecithin und Gehalte der Lecithinkomponenten in der Saat	4
2.2.1.1 Gehalte und Zusammensetzung der Triglyceride	5
2.2.1.2 Gehalte und Zusammensetzung der Phospholipide	5
2.2.1.2.1 Gehalte und Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide	7
2.2.1.3 Gehalte und Zusammensetzung der Glycolipide	7
2.2.1.4 Gehalte und Zusammensetzung der Kohlenhydrate	8
2.2.1.5 Weitere Begleitstoffe, deren Gehalte und Struktur	8
2.3 Bestehende Methoden zur analytischen Charakterisierung der Inhaltsstoffe aus handelsüblichem Lecithin bzw. der Rapssaat	9
2.3.1 Charakterisierung der Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride und Phospholipide	9
2.3.2 Charakterisierung der Phospho- und Glycolipide	10
2.3.3 Charakterisierung der Kohlenhydrate	12
2.3.4 Charakterisierung der Phenolsäuren (Sinapin)	12
2.3.5 Charakterisierung der Farbstoffe	12
2.4 Gewinnung von Rapslecithin und dessen Fraktionen	13
2.5 Rapslecithin im Anwendungsbereich der Lebensmittelemulsionen	14
2.5.1 Begriffsbestimmung Emulsion	14
2.5.2 Bildung und Stabilisierung von Emulsionen durch Lecithin	15
2.5.3 Destabilisierungsprozesse von Emulsionen und der Einfluss der Lecithinzusammensetzung auf die Stabilität	16
2.6 Rapslecithin im Anwendungsbereich Backen	18
2.6.1 Einsatzmöglichkeiten und Funktion von Lecithin im Backbereich	18
2.6.2 Einfluss der Lecithinzusammensetzung auf das Backverhalten von Weißbrot	19
3. PROBLEM- UND ZIELSTELLUNG DER ARBEIT	20
3.1 Problemstellung	20
3.2 Zielstellung	22

4. MATERIAL UND METHODEN	24
4.1 Untersuchungsmaterial	24
4.2 Methoden zur Charakterisierung der Inhaltsstoffe von Rapssaaten	25
4.2.1 Gewinnung der Rapsinhaltsstoffe aus der Saat	25
4.2.2 Bereitstellung eines analytischen Instrumentariums zur Charakterisierung der Inhaltsstoffe	26
4.3 Statistische Auswertung zur Gruppierung der Rapssaaten nach Gemeinsamkeiten und Unterschieden in der Zusammensetzung	27
4.4 Mikroskopische Untersuchung von Rapssaaten	27
4.5 Gewinnung von Lecithin, Fraktionen und Lecithinpräparaten und deren Polarlipidzusammensetzung	28
4.5.1 Lecithin aus der Saat	29
4.5.2 Fraktionen	29
4.5.3 Präparaten mit definierter Phospholipidzusammensetzung	31
4.6 Herstellung und Charakterisierung von Lebensmittelemulsionen	32
4.6.1 Herstellung von W/O-Emulsionen	32
4.6.2 Herstellung von O/W-Emulsionen	33
4.6.3 Untersuchungsmethoden von Emulsionen	33
4.6.3.1 Makroskopische Charakterisierung der Stabilität	34
4.6.3.2 Mikroskopische Charakterisierung der Tropfengröße und -verteilung	37
4.6.3.3 Charakterisierung der Tropfengröße und -verteilung mittels Laserbeugungsverfahren	39
4.6.3.4 Charakterisierung des rheologischen Verhaltens	42
4.7 Standardkastenbackversuch für Weißbrot	43
4.7.1 Prinzip des Standardbackversuchs	43
4.7.2 Parameter der Auswertung	43
5. ERGEBNISSE UND DISKUSSION DER METHODENENTWICKLUNG ZUR CHARAKTERISIERUNG DER INHALTSSTOFFE VON RAPSSAATEN	44
5.1 Vorversuche mit kommerziellem Rapslecithin	44
5.2 Aufarbeitungsschema zur Gewinnung der Inhaltsstoffe aus der Rapssaat	46
5.2.1 Extraktion bzw. Fraktionierung der lipophilen Substanzen	47
5.2.2 Ethanolische Extraktion der hydrophilen Substanzen	48
5.3 Charakterisierung der lipophilen Substanzen	48
5.3.1 Bestimmung des Triglyceridgehalts und Charakterisierung der Fettsäuremusters	48
5.3.2 Bestimmung und Charakterisierung der Glycolipide	48
5.3.3 Bestimmung und Charakterisierung der Phospholipide	50
5.3.4 Charakterisierung der Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide	52
5.3.5 Bestimmung und Charakterisierung der Sterole	52

5.4 Charakterisierung der hydrophilen Substanzen	52
5.4.1 Bestimmung und Charakterisierung der Phenolsäuren	52
5.4.2 Bestimmung und Charakterisierung der Kohlenhydrate	53
5.4.3 Bestimmung der Farbstoffe	54
6. ERGEBNISSE UND DISKUSSION DER UNTERSUCHUNG DER INHALTSSTOFFE VON RAPSSAATEN UND BESCHREIBUNG DEREN NATÜRLICHEN VARIABILITÄT	56
6.1 Grobzusammensetzung der Kotyledonen der Rapssaaten	56
6.2 Zusammensetzung und Variabilität der Polarlipide und Minorkomponenten in Rapssaaten	57
6.3 Statistische Auswertung zur Gruppierung der Rapssaaten nach Gemeinsamkeiten und Unterschieden in der Zusammensetzung	61
6.4 Morphologische Indizien für die Variabilität der Phospholipide	63
7. ERGEBNISSE UND DISKUSSION DER ANWENDUNGSVERSUCHE VON RAPSLECITHIN IN LEBENSMITTELEMULSIONEN	66
7.1 Charakterisierung von W/O-Emulsionen mit Rapslecithin als Emulgator	66
7.1.1 Makroskopische Charakterisierung der Stabilität der W/O-Emulsionen	66
7.1.1.1 Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Präparate als Emulgator in Bezug auf die Stabilität in W/O-Emulsionen	68
7.1.2 Charakterisierung der Tropfengrößenverteilung und Koaleszenzerscheinungen der W/O-Emulsionen	71
7.1.2.1 Eignung der Präparate als W/O-Emulgator in Bezug auf Stabilität und Tropfengrößenverteilung	74
7.1.3 Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften von W/O-Emulsionen	77
7.2 Charakterisierung von O/W-Emulsionen mit Rapslecithin als Emulgator	80
7.2.1 Makroskopische Untersuchung der Stabilität der O/W-Emulsionen	80
7.2.1.1 Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Präparate als Emulgator in Bezug auf die Stabilität in O/W-Emulsionen	82
7.2.2 Charakterisierung der Tropfengrößenverteilung und Koaleszenzerscheinungen von O/W-Emulsionen	86
7.2.3 Einfluss des PC-Gehalts des Emulgators auf die Gesamtstabilität und Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Stabilität von O/W-Emulsionen	87
7.2.4 Einfluss des PC-Gehalts des Emulgators auf die Tropfengröße bzw. -verteilung und Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Tropfengröße bzw. -verteilung von O/W-Emulsionen	89

8. ERGEBNISSE UND DISKUSSION DER ANWENDUNGSVERSUCHE VON RAPSLECITHIN IM BACKBEREICH	94
8.1 Charakterisierung der Bacheigenschaften von Lecithinpräparaten im Standardkastenbackversuch	96
9. ZUSAMMENFASSENDER DISKUSSION DER ERGEBNISSE MIT AUSBLICK	99
10. ZUSAMMENFASSUNG	106
10. SUMMARY	109
11. ANHANG	112
11.1 Vorbereitung der Saaten	112
11.1.1 Trocknung	112
11.1.2 Schälung	112
11.1.3 Bestimmung des Schalen- und Mehlanteils	112
11.1.4 Mahlung der Saaten	112
11.2 Lipophilen Substanzen	113
11.2.1 Festphasenextraktion	113
11.2.1.1 Festphase	113
11.2.1.2 Extraktion der Triglyceride	113
11.2.1.3 Extraktion der Glycolipide	114
11.2.1.4 Extraktion der Phospholipide	114
11.2.2 Ausrüstung, Durchführung und Auswertung der HPTLC	114
11.2.2.1 HPTLC Ausrüstung	114
11.2.2.2 Durchführung der HPTLC	115
11.2.2.2.1 Vorbereitung der Entwicklungskammer	115
11.2.2.2.2 Vorreinigung der HPTLC-Platte	115
11.2.2.2.3 Auftrag der Probelösung auf die HPTLC-Platte	115
11.2.2.2.4 Durchführung der DC-Trennung	115
11.2.2.2.5 Entwicklung der HPTLC-Platte	116
11.2.2.3 Auswertung der Chromatogramme	116
11.2.2.3.1 Identifizierung der Substanzen	116
11.2.2.3.2 Quantifizierung der Substanzen	117
11.2.3 Lipidklassentrennung mittels HPTLC	117
11.2.3.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC	117
11.2.3.2 HPTLC-Bedingungen der Lipidklassentrennung	117
11.2.3.3 Identifizierung der Substanzen	118
11.2.3.4 Quantifizierung der Substanzen	118
11.2.4 Bestimmung des Triglyceridgehalts	119
11.2.5 Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride	119
11.2.5.1 Derivatisierung zu FSME	119
11.2.5.2 Gaschromatographisches System	120
11.2.5.3 Externer Standard	120
11.2.5.4 Gaschromatographische Trennung	121

11.2.6 Trennung und Quantifizierung der Glycolipide	121
11.2.6.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC	121
11.2.6.2 HPTLC-Bedingungen der Glycolipide	121
11.2.6.3 Identifizierung der Glycolipide	122
11.2.6.4 Quantifizierung der Glycolipide	122
11.2.7 Trennung und Quantifizierung der Phospholipide	123
11.2.7.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Ausrüstung der HPTLC	123
11.2.7.2 HPTLC-Bedingungen der Phospholipide	123
11.2.7.3 Identifizierung der Phospholipide	123
11.2.7.4 Quantifizierung der Phospholipide	124
11.2.8 Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide	124
11.2.8.1 Derivatisierung der FSME	124
11.2.8.2 Gaschromatographisches System	124
11.2.8.3 Externe Standard-Lösung	124
11.2.9 Extraktion und Quantifizierung der Sterole	125
11.2.9.1 Extraktion der Sterole	125
11.2.9.2 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC	125
11.2.9.3 HPTLC-Bedingungen der Sterole	125
11.2.9.4 Identifizierung der Sterole als β -Sitosterol	126
11.2.9.5 Quantifizierung der Sterole als β -Sitosterol	126
11.3 Hydrophilen Substanzen	126
11.3.1 Extraktion der hydrophilen Substanzen	126
11.3.2 Hydrolyse und Quantifizierung der Phenolsäuren	127
11.3.2.1 Hydrolyse der Phenolsäuren	127
11.3.2.2 Trennung und Quantifizierung der Phenolsäuren	127
11.3.2.2.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC	127
11.3.2.2.2 HPTLC-Bedingungen der Phenolsäuren	127
11.3.2.2.3 Identifizierung der Phenolsäuren	128
11.3.2.2.4 Quantifizierung der Phenolsäuren	128
11.3.3 Trennung und Quantifizierung der Kohlenhydrate	128
11.3.3.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC	128
11.3.3.2 HPTLC-Bedingungen der Kohlenhydrate	128
11.3.3.3 Identifizierung der Kohlenhydrate	129
11.3.3.4 Quantifizierung der Kohlenhydrate	129
11.3.4 Bestimmung des Grün- und Gelbanteils	129
11.3.4.1 Geräteausrüstung	129
11.3.4.2 Bestimmung der Färbung nach DAB 1998 (Ph.Eur.)	129
11.4 Saaten und Zusammensetzung	130
11.4.1 Sensorische Untersuchung der Saaten	130
11.4.2 Wasser, Korngewicht, Schalen- und Mehlanteil der Saaten	131
11.4.3 Triglyceridgehalt der Saaten	133
11.4.4 Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride der Saaten	135
11.4.5 Glycolipidzusammensetzung der Saaten	138
11.4.6 Phospholipidzusammensetzung der Saaten	140
11.4.7 Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide der Saaten	142
11.4.8 Sterolgehalte der Saaten berechnet als β -Sitosterol	143
11.4.9 Sinapinsäuregehalte der Saaten	145
11.4.10 Kohlenhydratgehalte der Saaten	148
11.4.11 Farbwerte der Saaten	150

11.5 Gewinnung von Lecithin, Fraktionen und Präparaten	152
11.5.1 Gewinnung von Lecithin aus der Saat	152
11.5.2 Entölung des Lecithins	153
11.5.3 Gewinnung von Lecithinfraktionen	153
11.5.4 Gewinnung von PC-angereicherten und PC-abgereicherten Fraktionen	154
11.5.5 Gewinnung von Sterylglycosiden und Einzelphospholipidpräparaten	154
11.5.5.1 Herstellung der Säule	154
11.5.5.2 Elution der Einzelkomponenten	154
11.6 W/O-Emulsionen	155
11.6.1 Prinzip	155
11.6.2 Herstellung von W/O-Emulsionen	155
11.6.2.1 Vorbereitung für die Herstellung	155
11.6.2.2 Emulgierprozess	155
11.6.2.3 Probenabfüllung	156
11.6.3 Untersuchungsmethoden von W/O-Emulsionen	156
11.6.3.1 Mikroskopische Charakterisierung	156
11.6.3.2 Untersuchung der Tropfengröße und -verteilung	156
11.6.4 Tropfengröße der W/O-Emulsionen	157
11.6.5 Rheologische Eigenschaften der W/O-Emulsionen	158
11.7 O/W-Emulsionen	159
11.7.1 Prinzip	159
11.7.2 Ermittlung der Emulgatorkonzentration	159
11.7.3 Herstellung von O/W-Emulsionen	160
11.7.3.1 Vorbereitung für die Herstellung	160
11.7.3.2 Emulgierprozess	160
11.7.3.3 Probenabfüllung	160
11.7.4 Untersuchungsmethoden von O/W-Emulsionen	161
11.7.4.1 Mikroskopische Charakterisierung	161
11.7.4.2 Untersuchung der Tropfengröße und -verteilung	161
11.7.5 Aufrahmung und Tropfengröße der O/W-Emulsionen	162
11.8 Protokolle des Standardkastenbackversuchs	164
11.9 Chemikalienliste, Geräte, Verbrauchsmaterialien, Zubehör	167
11.9.1 Chemikalienliste	167
11.9.2 Geräteliste	168
11.9.3 Verbrauchsmaterialien, Zubehör	169
12. LITERATURVERZEICHNIS	170

1. Einleitung

Raps, der die Pflanzenarten *Brassica carinata*, *Brassica juncea*, *Brassica. rapa* und *Brassica napus* umfasst, ist die Ölf Frucht mit der größten Verbreitung in der gemäßigten Klimazone u.a. in Nord- und Zentraleuropa, Kanada, China und Indien. In Mitteleuropa wird vornehmlich der leistungsfähige und ertragreiche Winterraps (*Brassica. napus L.*) angebaut (WALKER und BOOTH 2001).

Die Rapssaat als Ölpflanze und als nachwachsender Rohstoff wurde bereits einer Vielzahl von züchterischen Veränderungen (Zusammensetzung, Resistenzverhalten, morphologisch - physiologische Werteigenschaften) unterworfen, um die Pflanze der jeweiligen Anwendung anzupassen (SCHUSTER 1987). Das Rapslecithin blieb dabei unberücksichtigt, da es „nur“ als Nebenprodukt der Ölgewinnung anfällt (Rentabilität) und in wichtigen Qualitätsparametern alternativen Lecithinen, z. B. Sojalecithin und Eilipidfraktionen, die bisher den Markt dominieren, nicht vergleichbar ist.

Entsprechend der wachsenden Produktion von Raps/Rübsensaaten fallen heute weltweit ca. 200.000 t Rapslecithin jährlich an, welche zum überwiegenden Anteil als Fettkomponente verfüttert und nur in der Größenordnung von 18 000 t als Rohstoff vorwiegend für technische Anwendungen und Synthesen weiterverarbeitet werden (SCHÖNE 1998, GUNSTONE 2001). Durch die Einbeziehung des Rapslecithins, wird die angestrebte komplexe Verwertung der Rapssaat um eine weitere Komponente ergänzt.

Da die Verarbeitung der Rapssaat auf eine maximale Ölausbeute abzielt, lassen sich dadurch keine definierten Qualitäten von Rapslecithin gewinnen. Die technologisch anfallenden Lecithine und Substrate sind daher hinsichtlich der funktionell wichtigen Parameter, wie Phospholipidmuster und -gehalte von schwankender Qualität und nicht standardisiert.

Dies hat zur Folge, dass zwar Sojalecithin im Anwendungsbereich der Lebensmittel, wie Emulsionen sowie im Backbereich, weit verbreitet sind, Rapslecithin aber bisher nur vereinzelt verwendet wurde. Insbesondere fehlen Kenntnisse zur Funktionalität in Bezug auf die Phospholipidzusammensetzung des Rapslecithins, obwohl ihre Verwendung in Margarinen, Salatsoßen, Mayonnaisen und Backwaren ein weites Anwendungsspektrum bietet.

2. Theoretischer Teil

2.1 RAPSSAATEN UND DEREN ZUSAMMENSETZUNG

2.1.1 Begriffsbestimmung Rapssaat

Mit dem Begriff „Raps“ werden im Weltmarkt Ölsaaten zusammengefasst, die von der Pflanzengattung Brassica (Kohlgewächse) stammen. Der Winterraps *Brassica napus L.* ist in Mitteleuropa weit verbreitet. In Kanada wachsen überwiegend Sommerformen, von denen ein größerer Anteil zur botanischen Art der Rübsen, *Brassica campestris L.*, gehört. Besonders dürreresistent ist die botanische Form *Brassica juncea L.* Sie wird daher vorwiegend in China und Indien angebaut (RAPS-FÖRDERUNGS-FONDS 1986). Die verschiedenen botanischen Arten unterteilen sich weiterhin in verschiedenen Sorten oder Linien. Diese lassen sich wiederum in Sommer- bzw. Winterformen und verschiedene Samenfarben von Schwarz, Braun oder Gelb untergliedern. Neben der botanischen Abstammung (Genotyp) sind das Erntejahr und der Anbauort eine weitere Einflussgröße auf die Güte und Zusammensetzung der Saat, die durch die Umwelt-Interaktionen schwanken kann.

2.1.2 Bau und Zusammensetzung der Rapssaat

Um einen Überblick über den Bau und die Zusammensetzung der Rapssaat zu geben, wurde die in Mitteleuropa verbreitetste botanische Art *Brassica napus L.* herangezogen.

Tab. 1: Zusammensetzung der Rapssaat *Brassica napus L.*

Kennwert	Gehalt
Samengewicht	3,5 – 5,5 mg
Samenfarbe	Schwarz, Gelb
Samengröße	2,0 – 3,2 mm
Wassergehalt	6 – 8 %
Schalenanteil	12 – 17 %
Kotyledon davon:	84 – 88 %
Triglyceride	39 – 50 %
Proteine	20 – 27 %
Kohlenhydrate	11 – 26 %
Phospho- und Glycolipide	0,5 – 1,5 %

Bei der Saat der botanischen Art *Brassica napus L.* handelt es sich um einen mehr oder weniger kugelförmigen Samen mit einem Durchmesser von 2,0 mm bis 3,2 mm, einem Gewicht von 3,5 mg bis 5,5 mg zumeist schwarzer, gelegentlich brauner und nur selten gelber Farbe.

Die Schale dieses Rapses ist mehrschichtig und macht zwischen 12 % bis 16 % des Samengewichts aus. Die dunkle Samenfarbe beruht vor allem auf hochkondensierten Polyphenolen, die in den Wänden der Palisadenzellschicht und einer der darunterliegenden dichten Pigmentschicht eingelagert sind.

Der von der dunklen Samenschale umhüllte hellgelbe „Kern“ besteht ausschließlich aus dem Embryo der 84 % bis 88 % der Saat ausmacht. Dieser setzt sich aus zwei ineinander gefalteten Keimblättern (Kotyledonen) und einem inneren, meristemreichen Gewebe zusammen. Die Keimblätter bestehen vor allem aus großlumigen Zellen, die mit Öltröpfchen (Oleosomen) gefüllt sind. Zwischen den Öltröpfchen befindet sich Protein, das 20 % bis 27 % des Samens ausmacht.

Der Wassergehalt der „luftgetrockneten“ Rapssamen liegt in der Regel zwischen 6 % und 8 %. Diese bemerkenswert niedrige Feuchte ist im Wesentlichen durch den hohen Gehalt an Öl bedingt, der zwischen 39 % und 45 % je nach Sorte und Jahrgang schwanken kann. Der Gehalt an Phospho- und Glycolipiden ist im reifen Samen mit 0,5 % bis 1,5 % sehr gering (APPELQVIST und OHLSON 1972, ANJOU et al. 1977, SOLSULSKI et al. 1981, RAPS-FÖRDERUNGS-FONDS 1986, PRADUN 1988, PRZYBYLSKI und ESKIN 1991).

2.2 BEGRIFFSBESTIMMUNG LECITHIN

Die Geschichte der Entdeckung des Lecithins geht zurück bis zum Beginn des 19. Jahrhunderts.

Im Jahre 1811 berichtete erstmals VUAQUELIN über fetthaltige Präparate aus Hirnmasse, die organisch gebundenen Phosphor enthielten. GOBLEY isolierte 1846 aus Eidotter eine orange-farbige, klebrige Substanz mit emulgierenden Eigenschaften. Er glaubte eine einheitliche Substanz vor sich zu haben und nannte sie nach dem griechischen Wort für Eigelb „Lekithos“.

Bei dieser Substanzgruppe handelte es sich um Glycero-Phospholipide, die sich aus Fettsäure, Glycerin, Phosphorsäure und Cholin durch Veresterung bilden. Heute hat sich die Bezeichnung Phosphatidylcholin (PC) für diese Substanzgruppe weitgehend durchgesetzt.

Bald erkannte man, dass die phosphorhaltigen Fettbegleitstoffe keine chemisch einheitliche Zusammensetzung aufweisen, sondern eine ganze Stoffklasse, die Phospholipide, darstellt, die sich durch die an den Phosphor veresterte Gruppe unterscheiden (siehe Kapitel 2.2.1.2).

Lecithine kommen ubiquitär im lebenden Gewebe (Pflanzen, Mikroorganismen und Tieren) in allen Zellen vor. Sie bilden einen wichtigen Struktur-Bestandteil aller biologischen Membranen. Außerdem fungieren sie in einigen Fällen als Speichersubstanz, z.B. im Samen und im Ei.

Je nach Herkunft werden die Lecithine als Ei-, Soja-, Raps-, Mais- oder z.B. Sonnenblumenlecithin bezeichnet (PARDUN 1988).

Die Definition der Begriffe Lecithine und Phospholipide ist heute nicht einheitlich. Unter Lecithin wird in Industrie und Wirtschaft ein komplexes Stoffgemisch aus polaren, in Aceton unlöslichen (Phospho- und Glycolipiden) und unpolaren, in Aceton löslichen Lipiden (Triglyceriden) verstanden.

Diese Definition entspricht der Beschreibung der EU für Lecithine im Nahrungsmittelbereich. Im Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaft Nr. L 339/46 sind Lecithine (E 322) ein Synonym für Phospholipide. Lecithine sind definiert als: Mischungen oder Fraktionen aus Phospholipiden, die mittels physikalischer Verfahren aus tierischen oder pflanzlichen Nahrungsmittel gewonnen werden, mit einem Mindestanteil von 60% Aceton unlöslichen Stoffen.

Der Naturwissenschaftler versteht unter Lecithin dagegen die historisch bedingte Trivialbezeichnung das Phosphatidylcholin.

Da es eine Zielstellung dieser Arbeit ist, die Funktionalität von Rapslecithin in der Anwendung im Lebensmittelbereich zu erweitern, wird in dieser Arbeit die lebensmittelrechtliche Definition für die Bezeichnung von Lecithin gewählt.

Wenn nur das PC oder die Phospholipide gemeint sind, werden diese konsequent auch so bezeichnet. Des Weiteren werden die Gruppe der Phospho- und Glycolipide, wie es in der Literatur gebräuchlich ist, als Polarlipide zusammengefaßt, da diese im Gegensatz zu den Triglyceriden aufgrund der polaren Kopfgruppen in Aceton unlöslich sind.

2.2.1 Zusammensetzung von handelsüblichem Rapslecithin und Gehalte der Lecithinkomponenten in der Saat

Handelsübliches Rapslecithin (E322) ist ein komplexes Stoffgemisch, welches hauptsächlich Phospholipide, daneben Glycolipide, Triglyceride, und Begleitstoffe (Sterole, freie Fettsäuren, Tocopherole, Phenolsäuren, Sinapin) sowie geringe Mengen an Kohlenhydraten enthält (PARDUN 1988).

2. Theoretischer Teil

Handelsübliches Rapslecithin hat folgende typische Zusammensetzung (SCHNEIDER 1997):

Tab. 2: Zusammensetzung von handelsüblichem Rapslecithin (SCHNEIDER 1997)

Kennwert	Anteil	Bemerkung
Triglyceride	34 - 40 %	
Phospholipide	46 - 52 %	Phosphatidylcholin: 16 % Phosphatidylethanolamin: 10 % Phosphatidylinositol: 11 % Phosphatidsäure: 3 %
Glycolipide	6 - 10 %	Sterylglycoside: 5 % Digalactosyl Diacylglycerine: 3 % Cerebroside: 1 %
Kohlenhydrate	4 – 10 %	
Begleitstoffe	1 – 2 %	α -Tocopherol: 10-2500 ppm, Sterole, Phenolsäuren (Sinapin), Chlorophyll

Da die Lecithinzusammensetzung nicht nur durch die Lecithingewinnung beeinflusst wird (siehe Kapitel 6.2), sondern es auch entscheidend ist, in welchen Konzentrationen die Substrate bereits in der Saat vorliegen, ist es von Interesse, die Substanzen bereits in der Saat zu identifizieren und ihre Gehalte zu quantifizieren, um Saatenmaterial für eine gewünschte Lecithinqualität auswählen zu können.

2.2.1.1 Gehalte und Zusammensetzung der Triglyceride

Das Rapslecithin enthält einen Triglyceridanteil von 34 % bis 40 %. Diese Triglyceride setzen sich zu 5 % bis 7 % aus gesättigte Fettsäuren, wie Palmitin- und Stearinsäuren, 58 % bis 60 % aus einfach ungesättigten Fettsäuren, als Hauptkomponente Ölsäure, und 28 % bis 30 % aus mehrfach ungesättigte Fettsäuren mit Linol- bzw. Linolensäure zusammen (SCHMANDKE 2001). Die Fettsäurezusammensetzung des Öls kann je nach Züchtung der Rapssaat stark schwanken.

2.2.1.2 Gehalte und Zusammensetzung der Phospholipide

Hauptkomponenten des Rapslecithins sind Phospholipide mit ca. 50 % Anteil. Sie werden der Klasse der Glycero-Phospholipide zugeordnet. Die Grundstruktur dieser Glycero-Phospholipide ist das *sn*-Glycerin-3-phosphat. Die Position 1 und 2 des Glycerinmoleküls sind jeweils mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren verestert.

Die verschiedenen Gruppen der Phospholipide unterscheiden sich durch den spezifischen Phosphat-Rest (X), welcher mit Ausnahme der Phosphatidsäure, bei der X ein Wasserstoffatom darstellt, esterartig gebunden ist, z.B. Cholin, Ethanolamin oder Inositol (PARDUN 1988). Abbildung 1 zeigt die Struktur der im Rapslecithin vorkommenden Phospholipide.

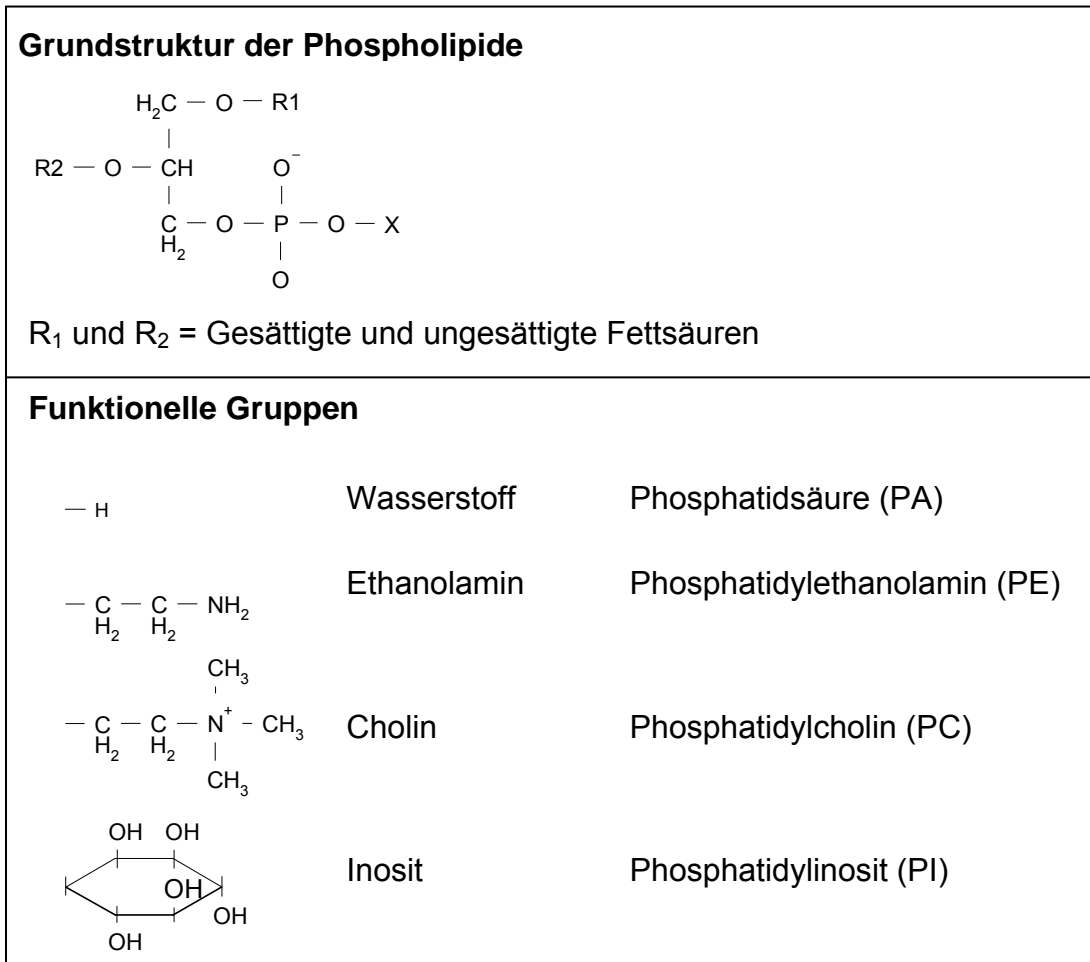


Abb. 1: Chemische Struktur von Phospholipiden

Die Hauptkomponente der Phospholipide im Rapslecithin ist PC mit 16 %. Weitere wichtige Komponenten sind PE mit 10 %, PI mit 11 % und PA mit 3 % (PARDUN 1988).

Die Phospholipidgehalte und -zusammensetzung von Rapslecithin werden in zahlreichen Arbeiten beschrieben u.a. von RAPS-FÖRDERUNGS-FONDS 1986, PARDUN 1988, PRYBYLSKI und ESKINS 1991, HELMERICH und KOEHLER 2003a, DOIG und DIKS 2003. Diese sind aber jeweils einer speziellen Rapsorte zugeordnet. Es liegen nur vereinzelte Arbeiten von APPELQVIST und OHLSON 1972, SOSULSKI et al. 1981, KOZLOWSKA et al. 1983, LANGE et al. 1991 und SOSODA et al. 1992 vor, in denen die Lecithinzusammensetzung verschiedener Sorten untersucht wurde. SOSULSKI et al. 1981 untersuchten den Phospholipidgehalt und -zusammensetzung einer

erucasäurearmen und erucasäurereichen Saat. Sie ermittelten in den Lipiden der erucasäurearmen Saat 3,6 % Phospholipide und in der erucasäurereichen Saat 3,3 % Phospholipide. LANGE et al. 1991 untersuchten 7 Saaten aus unterschiedlichen Anbaujahren. Sie fanden 0,7 % bis 1,3 % Polarlipide im Lipidextrakt. SOSULSKI et al. 1981 und LANGE et al. 1991 beschränken sich in ihren Untersuchungen jedoch nur auf einen kleinen Saatenumfang. Sie bearbeiteten auch nur die Komponente der Phospholipide. Weitere Bestandteile des Lecithins bzw. Rapses blieben unberücksichtigt.

2.2.1.2.1 Gehalte und Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide

Die ca. 50 % Phospholipide des Rapslecithins enthalten nach SCHNEIDER 1997 in Position 1 und 2 des Glycerinmoleküls 19,1 % gesättigte Fettsäuren, wie Palmitin- und Stearinsäure, 57,0 % einfach ungesättigte Fettsäuren, als Hauptkomponente die Ölsäure und 5,8 % mehrfach ungesättigte Fettsäuren mit Linol- und Linolensäure. SOSULSKI et al. 1981 und LANGE et al. 1991 untersuchten die Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide in verschiedenen Sorten. Diese Ergebnisse lassen sich für diese Arbeit nur begrenzt heranziehen, da es sich bei diesen Untersuchungen nur um einzelne Rapssaaten handelte, welche nicht notwendigerweise repräsentativ für das Saatenortiment sind.

2.2.1.3 Gehalte und Zusammensetzung der Glycolipide

Als zweite wertgebende Lipidklasse enthält Lecithin die Gruppe der Glycolipide, die 6 % bis 10 % des Rapslecithins ausmachen.

Glycolipide sind nichtionische Verbindungen und wie die Phospholipide aufgrund ihres Aufbaues aus einem polaren und unpolaren Molekülteil amphiphil. Die in der Rapssaat vorherrschenden Glycolipide lassen sich aufgrund ihres hydrophoben Molekülteils in drei Gruppen unterteilen, die Sterylglycoside (SG), die mengenmäßig mit 5 % den größten Teil der Glycolipide ausmachen, die Glycosyl Diacylglycerine (MGDG, DGDG) mit 3 % und die Glycosphingolipide (Cer) mit 1 %. Als hydrophilen Molekülteil enthalten diese Verbindungen, nicht wie die Phospholipide einen Phosphorsäurerest, sondern Kohlenhydrate (PETRZIKA et al. 1992).

Die Gruppe der Sterylglycoside (SG) bestehen aus Stearin und Kohlenhydraten. Teilweise sind sie weiterhin an einer Monosaccharideinheit mit einer langkettigen Fettsäure verestert. Diese Verbindungen werden als veresterte Sterylglycoside (ESG) bezeichnet (PETRZIKA et al. 1992).

Die Glycosyl Diacylglycerine bestehen aus Glycerin, Fettsäure und Kohlenhydraten, wobei das Kohlenhydrat (z.B. Galactose) glycosidisch an ein Diacylglycerin gebunden ist (HEINZ 1996). Die wichtigsten Vertreter im Rapslecithin sind die Monogalactosyl Diacylglycerine (MGDG) und Digalactosyl Diacylglycerine (DGDG) (APPELQVIST und OHLSON 1972, SOSULKI et al. 1981, DIEPENBROCK 1981). Nach APPELQVIST und OHLSON 1972 und HEINZ 1996 ist im Raps auch das Sulfoquinovosyl-Diacylglycerin enthalten, welches den gleichen Grundaufbau wie das MGDG besitzt, jedoch weiterhin an Position 6 des Zuckers eine Sulfonyl-Gruppe enthält.

Die dritte Gruppe der Glycosphingolipide, zu denen die Cerebroside (Cer) gehören, enthalten als lipophilen Molekülteil ein Ceramid, das an eine Mono-, Di- oder Oligosaccharideinheit gebunden ist (PETRZIKA et al. 1992).

Die Glycolipidgehalte und -zusammensetzung von Rapslecithin sind in der Literatur nur vereinzelt beschrieben unter anderem von APPELQVIST und OHLSON 1972, SOSULSKI et al. 1981 und PETRZIKA et al. 1992. SOSULSKI et al. 1981 untersuchten den Glycolipidgehalt einer erucasäurearmen und erucasäurereichen Saat. Sie ermittelten in den Lipiden der erucasäurearmen und in der erucasäurereichen Saat 0,9 % Glycolipide. Eine Zuordnung der Glycolipide zum Saatenmaterial wird wie bei den Phospholipiden nur in sehr wenigen Arbeiten getroffen.

2.2.1.4 Gehalte und Zusammensetzung der Kohlenhydrate

Im Rapslecithin sind ca. 4 % bis 10 % Kohlenhydrate enthalten. Bedingt durch die Zusammensetzung der Rapssaat handelt es sich bei diesen vorwiegend um Saccharose, Raffinose, Glucose und Stachyose (APPELQVIST und OHLSON 1972, ANJOU et al. 1977).

Im entfetteten, wasserfreien Rapsmehl sind nach ANJOU et al. 1977 21% bis 30 % der Kohlenhydrate Saccharose, 10 % bis 20 % Stachyose, 0,6 % bis 1 % Glucose und 1,8 % bis 5,7 % Raffinose.

2.2.1.5 Weitere Begleitstoffe, deren Gehalte und Struktur

Als Begleitstoffe gehen bei der Gewinnung Tocopherole, Sterole, Phenolsäuren und Chlorophylle in das Rapslecithin über.

Bei den Sterolen im Rapslecithin handelt es sich hauptsächlich um das β -Sitosterol, Campesterol und Brassicasterol. Das β -Sitosterol ist mengenmäßig in der Rapssaat am meisten vertreten und macht 60 % der Sterole aus, während es bei dem Campesterol nur 25 % und dem Brassicasterol nur 10 % sind (APPELQVIST und OHLSON 1972).

Rapssaat enthält als farbgebende Substanzen Chlorophyll und Carotinoide (APPELQVIST und OHLSON 1972). Diese sind wie Tocopherol öllösliche Substanzen und gelangen über die Ölgewinnung und den sich anschließenden Entschleimungs-Prozeß (siehe Kapitel 2.4) in das Rapslecithin. Die Gehalte an diesen Substanzen schwanken im Lecithin nicht nur bedingt durch die Zusammensetzung der Saat, sondern sie werden stark durch die Verarbeitung, wie z.B. den Schälungsgrad der Saaten und der Temperatur bei der Öl-Extraktion beeinflusst (siehe Kapitel 2.4).

Nach KOZLOWSKA et al. 1983 lassen sich die Phenolsäuren im Rapsmehl in die Gruppen freie, lösliche veresterte bzw. glycosidisch gebundene Phenolsäuren und die unlöslichen Phenolsäuren einteilen. Von den löslichen Phenolsäuren im Raps liegen knapp 10 % als freie, knapp 90 % als veresterte und nur unter 1 % glycosidisch gebunden vor. KOZLOWSKA et al. 1983 identifizierten 13 verschiedene Phenolsäuren in der Rapssaat, davon waren 94 % Isomere und veresterte Derivate der Sinapinsäure. Da die Phenolsäuren oxidative Reaktionen eingehen, sind sie für die meist dunkle Farbe des technisch gewonnenen Rapslecithins verantwortlich. Des Weiteren besitzen die Phenolsäuren einen sehr bitteren und adstringierenden Geschmack, wodurch eine hohe Konzentration an Phenolsäuren zu einem Off-Flavour des Lecithins führt (ANJOU et al. 1977, KOZLOWSKA et al. 1983). Gelbschalige Sorten enthalten weniger Phenolsäuren als schwarzschalige Sorten (KOZLOWSKA et al. 1983). Aus diesem Grunde sind gelbschalige Sorten für die Erschließung des Rapslecithins in der Anwendung von Interesse.

2.3 BESTEHENDE METHODEN ZUR ANALYTISCHEN CHARAKTERISIERUNG DER INHALTSSTOFFE AUS HANDELSÜBLICHEM LECITHIN BZW. DER RAPSSAAT

2.3.1 Charakterisierung der Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride und Phospholipide

Die Gaschromatographie ist die unbestrittene Methode zur Bestimmung von Fettsäuren und sie wird in zahlreichen Arbeiten für die Charakterisierung der Fettsäuren verwendet u.a. von MCKILLICAN 1965, SOSULSKI et al. 1981, PÖRSCHMANN et al. 1985, PETRIKA et al. 1992, ABIDI et al. 1999, NECHEV et al. 2002. Für die Bestimmung werden zunächst die nicht flüchtigen Triglyceride in Glycerin und Fettsäuren gespalten und durch die sich anschließende Derivatisierung in die flüchtigen Methylester der jeweiligen Fettsäure überführt, die im Anschluss gaschromatographisch aufgetrennt bzw. analysiert werden. Sowohl basische (NaOH) als auch saure (BF_3 -Methanol-Komplex) Milieus werden für die Umesterung verwendet (MORRISON und SMITH. 1964 und DGF-METHODE). Mit diesem Verfahren

können sowohl die Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride, als auch die der Phospholipide charakterisiert werden.

2.3.2 Charakterisierung der Phospho- und Glycolipide

Vor der Charakterisierung müssen die Phospho- und Glycolipide aus der Rapssaat bzw. aus dem Lecithingemisch abgetrennt werden. Für die Extraktion bzw. das Lösen der Phospho- und Glycolipide wird überwiegend Chloroform oder eine Mischung aus Chloroform / Methanol in unterschiedlichen Verhältnissen angewendet (FOLCH et al. 1957, SOSULSKI et al. 1981, HURST und MARTIN 1984, SEEL und SCHUH 1987, ALOISI et al. 1990, PEZYBYLSKI und ESKIN 1991, LANGE und FIEBIG 1999, PAPANTONIOU et al. 2001).

Für die Identifizierung bzw. Quantifizierung von Phospholipiden wird eine Vielzahl unterschiedlicher Methoden und Verfahren beschrieben. Dabei handelt es sich überwiegend um die Methoden der TLC (thin-layer chromatography), der HPLC (high-performance liquid chromatography) und der ^{31}P -NMR (^{31}P nuclear magnetic resonance spectroscopy) (LONDON und FEIGENSON 1979, AITZEMÜLLER 1984, ALOISI et al. 1990, AMARI und BROWN 1992, SZÜCS et al. 1996, NZAI und PROCTOR 1998, KANG et al. 2002).

Die Auftrennung der Polarlipide mittels TLC erfolgt fast ausschließlich an der stationären Phase Kieselgel 60 (ALOISI et al. 1990, LANGE und FIEBIG 1999). Als mobile Phase wird vorwiegend eine Mischung aus Chloroform / Methanol / Wasser (CASELLI 1981, ALOISI et al. 1990, LANGE und FIEBIG 1999, EIDAM et al. 2001) oder Chloroform / Methanol / Essigsäure / Wasser (ERDAHL et al. 1973, GOH et al. 1982, CHRISTIE 1985, PRZYBYLSKI und ESKIN 1991, HOLLA et al. 1993) verwendet. Für die Anfärbung der Phospholipide sind die gebräuchlichsten Substrate Molybdato-phosphorsäure oder Phosphorsäure / Kupfersulfat (SEEL und SCHUH 1987, ALOISI et al. 1990, VUORELA et al. 1996, LANGE und FIEBIG 1999). Die Auswertung zur Identifizierung und Quantifizierung der Phospho- und Glycolipide erfolgt in den älteren Arbeiten durch bildliche Darstellung, in neueren mittels Densitometrie (ERDAHL et al. 1973, CASELLI 1981, WOLLBECK et al. 1984, VUORELA et al. 1996, EIDAM et al. 2001) oder durch „Auskratzen“ der getrennten Substanzen und sich anschließender Analyse dieser Verbindungen mittels GC / FID (Flammenionisations-detektor) (PRZYBYLSKI und ESKIN 1991).

Eine Möglichkeit die Polarlipidauftrennung zu erweitern ist nach MARINETTI 1967, CHAPMAN und ROBERTSON 1977 und CHRISTIE 1985 die 2-dimensionale-TLC. Von CHRISTIE 1985 und Nielson 1990 wird zu diesem Zweck eine Mehrfachentwicklung mit verschiedenen mobilen Phasen verwendet.

Bei den in der Literatur beschriebenen Verfahren und Methoden der TLC werden meist direkt Lecithin oder Lecithinpräparate als Substrat für die Trennung eingesetzt. Methoden für die Isolierung und Auftrennung bzw. Bestimmung der Phospholipide aus pflanzlichen Rohstoffen wie der Rapssaat werden nicht beschrieben. Des Weiteren führen die beschriebenen Methoden zu keiner hinreichenden Trennung der Phospho- und Glycolipide in die Einzelkomponenten. Es ist lediglich nach LANGE und FIEBIG 1999 eine Trennung in Lipidklassen möglich. Die TLC bietet jedoch den Vorteil, dass Probelösungen unbegrenzt aufkonzentriert auf die stationäre Phase aufgegeben werden können und die Probe nicht restlos von störenden Matrixresten befreit werden muss.

In der Literatur werden für die Untersuchung der Phospholipide mittels HPLC Methoden sowohl mit Kieselgel-Phase (HAX und VAN KESSEL 1977, NASNER und KRAUS 1981a und b, HURST et al. 1986), Umkehr-Phase (reversed Phase) (PORTER und WEENEN 1981, ABIDI et al. 1999) und Amino-Phase (KIUCHI et al. 1977) beschrieben. Die in der Literatur am häufigsten beschriebenen Laufmittel sind 2-Propanol / n-Hexan / Wasser (NASNER und KRAUS 1981a und b, NISSEN und KREYSEL 1983), Chloroform / Methanol / Wasser (KIUCHI et al. 1977, PORTER et al. 1979, RHEE und SHIN 1982) und Acetonitril / Methanol / Wasser (HURST und MARTIN 1980, SHI-HUA CHEN und KOU 1982, URSINI et al. 1983) mit unterschiedlichen Puffersystemen. Als Detektoren werden UV-Detektoren, ELSD-Detektoren (evaporative light scattering) (BONEKAMP und FIEBIG 1999), IR-Detektor (Infrared), FID-Detektor (CHRISTIE 1985, AMARI und BROWN 1992) und MS (mass spectrometry) (JENSEN und GROSS 1988, KERWIN et al. 1994, KIM et al. 1999, PETKOVIC et al. 2001) beschrieben.

Die HPLC hat den Nachteil, dass Lyso-Phospholipide mit Ausnahme des Phosphatidylcholins nicht bestimmt werden können (OCKELS 1992, HELMERICH und KOEHLER. 2003a). Ein weiterer Nachteil der HPLC ist, dass ein relativ großes Probenvolumen für die Messzelle des Detektors benötigt wird, was einen größeren Umfang an Untersuchungsmaterial voraussetzt. Dieses ist jedoch, gerade von neuen Züchtungen, nicht immer vorhanden.

Eine alternative Methode zur chromatographischen Trennung und Bestimmung der Phospholipide ist die ^{31}P -NMR (ENDERSON et al. 1974, SZUHAJ und LIST 1985, MENESES und GLONEK 1988, MENESES et al. 1993, CULEDDU et al. 1998, DIEHL 2001, HELMERICH und KOEHLER 2003a).

Der Vorteil der ^{31}P -NMR Methode besteht in der selektiven Detektion der Verbindungen und dem geringen Aufwand der Probenvorbereitung, da Verunreinigungen bzw. Matrix im Lecithin nicht erfasst werden, wenn sie keinen Phosphor enthalten (OCKELS 1992, DIEHL 2001).

Der Nachteil dieser Methode ist, dass nur die Phospholipide identifiziert und quantifiziert werden können und nicht die Glycolipide, da sie keinen Phosphor enthalten.

2.3.3 Charakterisierung der Kohlenhydrate

Zur Bestimmung von Kohlenhydraten werden HPLC, GC, TLC, enzymatische oder photometrische Methoden nach Umsetzung mit Farbreagenzien angewendet (MATISSEK et al. 1992). In der Literatur finden sich zahlreiche Arbeiten über die Bestimmung von Kohlenhydraten in Rapssamen (SIDDIQUI und WOOD 1971, 1972, 1974, 1976, SIDDIQUI et al. 1973, THEANDER und AMAN 1976 und 1977, ANJOU et al. 1977). In allen Arbeiten werden die Kohlenhydrate mit Ethanol, meist 80 %, aus der Rapssaft extrahiert und im Anschluss mit GC oder TLC untersucht. Bereits für die HPTLC werden Methoden in der Literatur für die qualitative und quantitative Bestimmung beschrieben (CAMAG A-25.2).

2.3.4 Charakterisierung der Phenolsäuren (Sinapin)

In der Literatur ist die Charakterisierung von Phenolsäuren im Raps und in Pflanzensamen bzw. in Gemüsearten beschrieben (HERMANN 1977, KRYGIER et al. 1982, SOSULSKI et al. 1981, KRZYSZTOF et al. 1982, KOZLOWSKA et al. 1983, NACZK et al. 2001, TROSZYRISKA und CISKA 2002, TROSZYRISKA et al. 2002, VUROELA et al. 2004a und 2004b).

Von SOSULSKI et al. 1981, KRYGIER et al. 1982 und KOZLOWSKA et al. 1983 werden die Phenolsäuren aus der Rapssaft mit Methanol extrahiert und in freie Phenolsäuren, veresterte und glycosidisch gebundene Verbindungen fraktioniert. Die gebundenen Phenolsäuren werden alkalisch und sauer hydrolysiert. Die Bestimmung der freien Phenolsäuren erfolgt gaschromatographisch.

KRYGIER et al. 1982 beschreiben weiterhin ein Verfahren zur Trennung der phenolischen Verbindungen mittels TLC. Diese Methode führt zu keiner hinreichenden Trennung der Phenolsäuren.

2.3.5 Charakterisierung der Farbstoffe

Farbstoffe lassen sich auf dem klassischen Wege der Photometrie bestimmen. Empfohlen wird eine Bestimmung von Chlorophyll a und b in Lecithin durch Vermessen bei den Absorptionsmaxima von $\lambda = 670$ und $\lambda = 630$ (AOCS). LEZEROVICH 1985 erweiterte diese Methode um die farbgebende Substanz β -Carotin. Diese Verfahren sind einfach handhabbar und bestimmen einzelne Konzentrationen von farbgebenden Substanzen. SOSULSKI und DABROWSKI 1984 ermitteln die farbgebenden Substanzen mit dem CIE-Lab Farbsystem. Hierbei wird der Grün- und Gelbanteil der Probe bestimmt.

2.4 GEWINNUNG VON RAPSLECITHIN UND DESSEN FRAKTIONEN

Die phospholipidreichen Rapssamen, werden zur Extraktion der Fette mit geeigneten Lösungsmitteln, meist Hexan, behandelt. Das nach dem Abdampfen des Lösungsmittels aus der Fettlösung, der Miscella, zurückbleibende Öl enthält bis zu 5 % Phospholipide. Diese werden durch Quellung mit Wasser, ein Vorgang der Hydratation oder Entschleimung genannt wird, und einer anschließenden Zentrifugation in Form einer wässrigen Emulsion abgeschieden. Durch Eindampfen der Emulsion im Vakuum erhält man ein viskoses, gelb bis braun gefärbtes Produkt, das neben ca. 55 % Phospholipiden, ca. 30 % Triglyceride und freie Fettsäuren, sowie ca. 15 % sonstige Pflanzeninhaltsstoffe, hauptsächlich Zucker und Glycolipide, enthält. Bedingt durch die Herkunft, bezeichnet man dieses Gemisch als Rapslecithin.

Für spezielle Anwendungen kann Lecithin weiter fraktioniert und modifiziert werden.

Das oben genannte Verfahren der Öl- bzw. Lecithingewinnung kann durch die Auswahl der Rohstoffe und die Verarbeitung wie z.B. die Wahl des Extraktionsmittels, in mannigfaltiger Weise variiert werden. Da aber der Handelswert des Lecithins nur etwa halb so hoch wie der des Extraktionsöls ist, haben die in der Praxis eingesetzten Extraktionsverfahren vornehmlich die Maximierung der Ölausbeute, weniger aber die vollständige Extraktion der Phospholipide zum Ziel (PARDUN 1988). Beim Rapslecithin kommt noch dazu, dass das Lecithin aufgrund der Pflanzenfarbstoffe und der Phenolsäuren im Gegensatz zu anderen Lecithinen, wie z.B. aus Soja, eine sehr dunkle Farbe aufweist und damit die Anwendungsmöglichkeiten in hellen Produkten, wie z.B. in Eiscreme und Mayonnaise begrenzt sind. Des Weiteren führen die Phenolsäuren der Saat, die als Abbauprodukte in das Lecithin übergehen, zu einem bitteren und adstringierenden Geschmack.

Lecithine, insbesondere Sojalecithine, werden für spezielle Anwendungen weiter fraktioniert. Mit einer flüssig-flüssig Extraktion mittels Aceton werden die ca. 30 % Triglyceride von den Phospholipiden abgetrennt, da die Triglyceride in Aceton löslich sind und die Phospholipide weitgehend unlöslich. Ein solches Produkt ist ein entöltes Lecithin (Pulverlecithin). Weiterhin wird eine PC-An- und Abreicherung durch ethanolische Extraktion im Gleichstromverfahren erzielt. Dieses Verfahren basiert auf der relativ guten Löslichkeit von PC in Ethanol, während die anderen Lecithinkomponenten schwerer löslich sind.

Für Rapslecithin werden diese Fraktionierungsmethoden so technisch nicht praktiziert, da zurzeit die Anwendungs- und Einsatzmöglichkeiten fehlen.

FOLCH et al. 1957 übertrugen das technische Verfahren in den Labormaßstab. Die Gewinnung umfasste die Extraktion des Öls mit der sich anschließenden Entschleimung zum „Ausfällen“ des Lecithins. Sie modifizierten das Verfahren dahingehend, dass für die Extraktion kein Hexan, sondern ein Gemisch aus Chloroform / Methanol verwendet wurde. LANGE et al. 1991 passten diese Methode auf die Gewinnung von Lecithin aus der Rapssaat an. PARDUN 1984, ELSNER und LANGE 1993 und WU und WANG 2003 nutzten die Extraktion mit Alkohol, um PC-angereicherte Lecithine in präparativen Mengen zu gewinnen. Glycolipidreiche Fraktionen werden im Labormaßstab mittels Extraktion mit einem kalten Gemisch aus Isopropanol / Aceton (95 / 5, v / v) erhalten, da die Glycolipide in diesem Gemisch eine höhere Löslichkeit zeigen als die Phospholipide.

Versuche, Einzelphospholipide in reiner Form zu gewinnen, werden in zahlreichen Arbeiten beschrieben. Meist werden dazu Kieselgel Säulen (CRIDER et al. 1964, PARDUN 1984, ELSNER und LANGE 1993, INTERNET: CYBERLIPIDE ORG. 2002) oder Ionenaustauscher (ELSNER und LANGE 1992) verwendet. Die Trennungen führten jedoch meist nur zu Präparaten mit angereicherten Einzelphospholipidfraktionen.

2.5 RAPSLECITHIN IM ANWENDUNGSBEREICH DER LEBENSMITTEL-EMULSIONEN

2.5.1 Begriffsbestimmung Emulsion

Eine Emulsion ist eine Dispersion aus zwei nicht mischbaren Flüssigkeiten, in der Regel Öl und Wasser, wobei eine der Flüssigkeiten in der anderen in Form dispergierter Tröpfchen vorliegt. Unterschieden werden Öl-in-Wasser- kurz: O/W-Emulsionen und Wasser-in-Öl- kurz: W/O-Emulsionen, je nachdem welches Medium die äußere kontinuierliche Phase und welches die innere dispersive Phase bildet.

Typische Anwendungsbeispiele für O/W-Emulsionen sind Mayonnaisen und Salatsoßen, mit einem Ölgehalt zwischen 80 % bis 20 %. Für W/O-Emulsionen ist es das breite Gebiet der Margarinen und Spreads, die „Gelben Produkte“. Diese Produkte variieren sehr stark in ihren Fettanteilen: Margarine (Minimum 80%), high fat spreads (62 % bis 80%), reduced fat spreads (40 % bis 62 %), low fat spreads (unter 20 %) (WHITEHURST 2004).

2.5.2 Bildung und Stabilisierung von Emulsionen durch Lecithin

Lebensmittelemulsionen können durch Emulgieren der beiden sich nicht mischbaren Flüssigkeiten hergestellt werden (KLEINSORGEN und LIST 1980).

Aus thermodynamischer Sicht ist der emulgierte Zustand nicht stabil. Das System emulgierter Tropfen hat folglich das Bestreben zu Koaleszenz, d.h. durch Zusammenfließen von Tropfen die Phasengrenzfläche zu minimieren. Dies kann zur vollständigen Phasentrennung dem sog. „Brechen“ der Emulsion führen.

Um den emulgierten Zustand über längere Zeit aufrecht zu erhalten, müssen sog. Emulgatoren zugesetzt werden (DICKINSON 1992, McCLEMENTS 1999).

Emulgatoren sind amphiphile Substanzen, wie Phospho- und Glycolipide. Sie besitzen einen lipophilen und einen hydrophilen Molekülteil und adsorbieren aufgrund ihrer Struktur an der Grenzfläche von Wasser und Öl. Dabei richten sie sich so aus, dass die hydrophile Kopfgruppe (z.B. Carboxyl- oder Hydroxylgruppe) in die Wasserphase und das lipophile Molekülteil (meist ein langkettiger Alkylrest) in die Ölphase hineinragt. In Abbildung 2 sind die verschiedenen Emulsionstypen dargestellt.

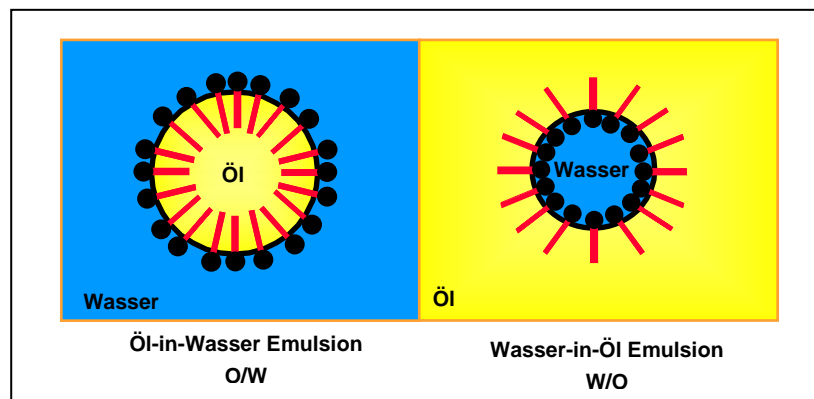


Abb. 2: Emulsionstypen und Emulgatororientierung an der Grenzfläche

Amphiphile Moleküle besitzen die Eigenschaft in Wasser flüssig-kristalline Strukturen (Mesophasen) zu bilden (SCHUSTER 1985). Das im Lecithin enthaltene hydrophobe PE bildet dabei eine revers-hexagonale Phase. Lamellare Phasen werden dagegen von den hydrophilen Phospholipiden PC, PI (BERGENSTAHL 1991) gebildet. PA kann wegen seiner sehr kleinen polaren Kopfgruppe sowohl lamellare als auch revers-hexagonale Phasen ausbilden (LINDBLOM 1991). Die aufgrund der Abspaltung einer Fettsäure sehr polaren Lysophospholipide aggregieren zu hexagonalen Phasen (LARSSON 1994). Die verschiedenen Mesophasen sind in Abbildung 3 dargestellt.

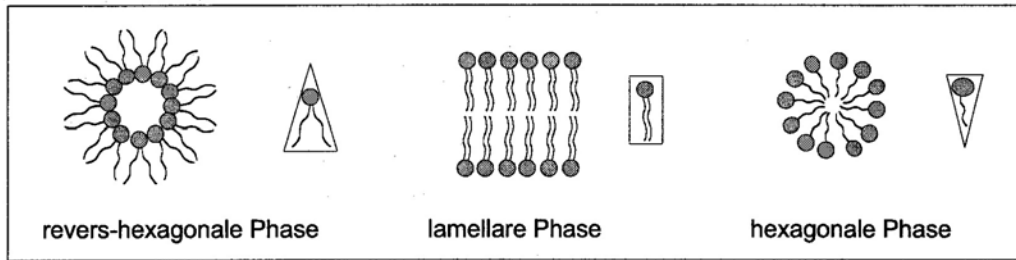


Abb. 3: Mesophasen der Phospholipide in Wasser

Auf diese Weise senkt sich die Grenzflächenspannung und reduziert somit die Energie, die zur Vergrößerung der Grenzflächenspannung aufgebracht werden muss (DICKINSON 1992). Zudem verhindern oder verzögern die Emulgatoren die Tropfenaggregation, indem der gebildete Grenzflächenfilm eine Erzeugung von abstoßenden Kräften verhindert (MCCLEMENTS 1999).

2.5.3 Destabilisierungsprozesse von Emulsionen und der Einfluss der Lecithinzusammensetzung auf die Stabilität

Die wichtigste Eigenschaft einer Emulsion ist ihre Stabilität (DICKINSON 1992). Es gibt drei Destabilisierungsprozesse der Emulsionen, die *Sedimentation* bzw. *Aufräumung*, die *Aggregation* und die *Koaleszenz* (DICKINSON 1992).

Die *Sedimentation* ist das Absinken von Wassertropfen in einer W/O-Emulsion unter der Schwerkraft aufgrund der geringen Dichte der sie umgebenden Ölphase. Von einer *Aufräumung* spricht man bei einer O/W-Emulsion, wenn die Öltropfen aufgrund der höheren Dichte von Wasser nach oben steigen. Diese Prozesse bewirken keine Veränderung der Tropfengrößen und sind reversibel, so dass durch leichtes Mischen die ursprüngliche Tropfenverteilung wieder hergestellt werden kann (DICKINSON 1992).

Das Phänomen der *Aggregation* entsteht in Folge einer Kollision zweier oder mehrerer Tropfen, wobei die Tropfen ihre bisherige Individualität behalten. Aufgrund der normalerweise schwachen Anziehungskräfte zwischen den Tropfen sind die Aggregate in der Regel redispersierbar und der Prozess somit reversibel. Aggregationen erhöhen die Viskosität der Emulsionen und können in Emulsionen mit einem hohen Anteil an dispersiver Phase eine Verbindung der Aggregate zu einer semi-kontinuierlich geflochten dreidimensionalen Netzwerkstruktur mit plastischem Fließverhalten bewirken (DICKINSON 1992).

Als *Koaleszenz* bezeichnet man das irreversible Zusammenfließen zweier oder mehrerer Emulsionstropfen zu einem größeren Tropfen. Zuerst werden die kleineren Tropfen von den Größeren aufgenommen. Dann vereinigen sich immer größere Tropfen, was zu einer Verringerung der Phasenfläche führt. Im Verlauf der Koaleszenz ist es möglich, dass freies Wasser bei einer W/O-Emulsion oder Öl bei

einer O/W-Emulsion austritt. Vereinigen sich in Folge extensiver Koaleszenz alle Tropfen zu einer Makrophase, spricht man von einer „gebrochenen Emulsion“ (DICKINSON 1992).

Nach BENSON et al. 1962, SWIDERSKI und WOJCIECHOWSKA 1989 und ARONSON und PETKO 2003 lässt sich die *Stabilität* von Emulsionen bereits makroskopisch beurteilen. Es werden dafür die sensorischen Merkmale, wie Viskosität, Farbtintensität, Sedimentation oder Aufräumung herangezogen. Anhand dieser Eigenschaften wurde von BENSON et al. 1962 eine Einteilung für die Stabilitätsqualität erarbeitet, die die Emulsionen in verschiedene Gruppen nach dem Notenprinzip einteilt.

Neben der Stabilität ist die *Tropfengrößenverteilung* ein wichtiges Qualitätsmerkmal einer Emulsion. Die mittleren Tropfengrößen und -verteilung der dispersen Phase beeinflussen stark die rheologischen, sensorischen und optischen Eigenschaften von Emulsionen. So hängen beispielsweise Haltbarkeit, Streichfähigkeit, Mundgefühl, Geschmack, Farbe oder Glanz der Emulsionen entscheidend von ihrer Tropfenverteilung ab (HOGEKAMP 2000). Zur Bestimmung der Tropfengröße und Verteilung werden in den Arbeiten von AKHTAR und DICKINSON 2000, BJERREGAARD et al. 2001, SÜNDER et al. 2001 und Catte et al. 2002 das Prinzip der Laserbeugung verwendet. Nach DICKINSON 1992 und STANG und SCHUBERT 1995 eignet sich bereits die Mikroskopie, um einen Überblick über die Tropfenverteilung zu geben und Koaleszenzerscheinungen zu beobachten.

Für die Prognose, welcher Emulator für welchen Emulsionstyp W/O oder O/W geeignet ist und wie gut die Stabilität dieser Emulsion ist, wird das HLB-System (hydrophile lipophile balance) verwendet. Die Einteilung basiert auf der Löslichkeit des Emulgators in polaren und unpolaren Lösungsmitteln. Den Emulgatoren werden entsprechend ihrem Verhältnis von lipophilem zu hydrophilem Molekülanteil Ziffern von 1 bis 20 zugeordnet. Hohe HLB-Werte von 8 bis 20 stehen für hydrophile Emulgatoren, die O/W-Emulsionen stabilisieren. Lipophile Emulgatoren mit HLB-Werten von 4 bis 6 sind für W/O-Emulsionen geeignet (DICKINSON 1992). Diese Einteilung ist gut auf nichtionische Emulgatoren anwendbar. Nach KOUTSONIKOLIS 1999 ist der HLB-Wert aber nicht geeignet, um Prognosen über die Funktionalität von Lecithin zu treffen. Dieses liegt daran, dass neben dem Verhältnis zwischen hydrophilen und lipophilen Verbindungen noch andere Mechanismen, wie die Ausbildung flüssig-kristallinerer Mesophasen, eine Rolle spielen. Der HLB-Wert eignet sich lediglich für eine Aussage in Bezug auf die Wasserdispergierbarkeit eines Lecithins. Die Verwendung der unterschiedlichen Lecithine beruht somit heute vorwiegend auf Erfahrung. Für Sojalecithin besteht ein Erfahrungsschatz für den Gebrauch in einer großen Zahl von Anwendungen. Nach SCHNEIDER 1997 helfen

PC-abgereicherte Lecithine bei der Stabilisierung von W/O-Emulsionen. BERGENSTAHL 1991 beschreibt, dass der PI-Gehalt des Lecithins einen größeren Einfluss auf die Stabilität hat, als das PC und dass der Quotient PI/PE wichtiger und ausschlaggebender ist für die Stabilität als der Quotient PC/PE. JOHANNSON und BERGENSTAHL 1995 stellen einen Zusammenhang zwischen der zunehmenden Polarität der Phospholipidzusammensetzung des Lecithins zur abnehmenden Stabilität von Emulsionen auf und ermitteln folgenden Zusammenhang $\Sigma\text{LPC}+\text{PI}+\text{PA} / \text{PE}$ zur Charakterisierung der Polarität von Lecithin.

Im Gegensatz zu W/O-Emulsionen helfen PC-angereicherte Lecithine bei der Stabilisierung von O/W-Emulsionen, wobei PE die Funktion eines Co-Emulgators übernimmt (PARDUN 1988, GHYCZY 1995). Nach PARDUN 1989 sind die negativ geladenen Phospholipide PI und PA wesentlich bessere Stabilisatoren für O/W-Emulsionen als die neutralen Verbindungen PC und PE.

Für Rapslecithin bestehen im Gegensatz zum Sojalecithin aufgrund der geringen Anwendung kaum Erfahrungswerte über den Zusammenhang zwischen Zusammensetzung und Funktionalität als Emulgator.

2.6 RAPSLECITHIN IM ANWENDUNGSBEREICH BACKEN

2.6.1 Einsatzmöglichkeiten und Funktion von Lecithin im Backbereich

Die Wirkung von Lecithin als Hilfsmittel bei der Herstellung von Brot und Gebäck wurde erstmalig 1928 von WORKING und STANLEY beschrieben. Heute ist die Backanwendung die zweitwichtigste traditionelle Anwendung neben den Emulsionen. Aufgrund der Verfügbarkeit wird heute in der Backanwendung größtenteils Sojalecithin eingesetzt.

Die funktionelle Wirkung des Lecithins differiert in der Art der Produkte. In hefegelockertem Weißgebäck, wie Weißbrot und Brötchen hat das Lecithin eine unterstützende Wirkung des Glutens, indem das Kleberproteingerüst dehnbarer wird. (JODLBAUER 1977, ADAMS et al. 1991, HELMERICH und KOEHLER 2003b). Dieses führt zu einer Erleichterung des Teigaufschlagens, indem die Oberflächenspannung herabgesetzt und dadurch eine bessere Feinverteilung der einzelnen Phasen gewährleistet wird (NIEDERAUER 1994). Zudem verbessern Lecithine die Gärstabilität des Teigs und ermöglichen die Verwendung von kleberärmeren Mehlen. Des Weiteren führt die Verwendung zu einer Erhöhung der Teigausbeute.

Im Gebäck garantieren sie darüber hinaus eine höhere Volumenausbeute, eine feine bzw. gleichmäßige Porung, eine wollige Kruste und die Fähigkeit, das Altbackenwerden von Brot und Brötchen zu verzögern (PARDUN 1988).

In Kuchen und Keksen führt Lecithin zu einer Verbesserung der Grundrezeptur, einer gleichmäßigeren Verteilung der Fettphase im Teig, besseren Teigeigenschaften und einer gleichmäßigen Bräunung.

Im Bereich der Waffeln zeigt sich die Verwendung von Lecithin in einer gleichmäßigen Verteilung der Inhaltsstoffe im Teig, einer besseren Ablösung der Waffeln vom Waffeleisen, in einer gleichmäßigeren Textur der verbackenen Waffeln und in einer gleichmäßigeren Bräunung (WITHEURST 2004).

Um die Rolle des Lecithins bzw. die Interaktionen des (Phospho)lipid/Protein in hefegelockerten Weißgebäck, wie Weißbrot zu erklären, wurden verschiedene Modelle erstellt. Alle Theorien haben eine Komplexbildung zwischen Protein und Stärke oder verschiedenen Proteinfractionen des Mehls gemeinsam, wobei die Phospholipide das Verbindungsstück zwischen den verschiedenen Komponenten bilden (WITHEURST 2004).

2.6.2 Einfluss der Lecithinzusammensetzung auf das Backverhalten von Weißbrot

Den Phospholipiden, einzeln und im Gemisch, werden in der Literatur u.a. von JODLBAUER 1977, ADAMS et al. 1991, HELMERICH und KOEHLER 2003b aufgrund der Strukturmerkmale positive Einflüsse auf das Backverhalten von Weizenteig zugeschrieben. Nach JODLBAUER 1977, HELMERICH und KOEHLER 2003b und WITHEURST 2004 kann dieser Einfluss durch Anreicherung des PCs im Gemisch noch weiter gesteigert werden. JODLBAUER 1977 und HELMERICH und KOEHLER 2003b zeigen, dass PC-angereicherte Lecithine zu einer höheren Volumenausbeute des Brots führen. Nach WITHEURST 2004 wird nicht nur den Phospholipiden, sondern auch den Glycolipiden eine positive Backwirkung zugesprochen. JODLBAUER 1977 und ADAMS et al. 1991 zeigen, dass die glycolipidangereicherten Lecithine vergleichbare Brotvolumen, wie die PC-angereicherten Lecithine aufweisen. Mit den Glycolipiden im Weizenmehl beschäftigte sich schwerpunktmäßig der Arbeitskreis POMERANZ 1968 und WEHRLI und POMERANZ 1970. Sie konnten zeigen, dass die weizenmehleigenen Glycolipide einen entscheidenden Einfluss auf das Backverhalten von Weizenmehl haben.

Wie bei den Emulsionen sind die verschiedenen Aussagen zum Backverhalten von Lecithin vorwiegend vom Sojalecithin abgeleitet. Rapslecithin, das einen höheren PC- und Glycolipidgehalt als Sojalecithin besitzt und damit bessere Backeigenschaften aufzeigen müsste, ist bisher kaum auf sein Backverhalten untersucht.

3. Problem- und Zielstellung der Arbeit

3.1 PROBLEMSTELLUNG

Die Wissenschaft und Züchtung beschäftigte sich in der Vergangenheit im Schwerpunkt mit Züchtungszielen, wie Fettsäurezusammensetzung (SEEHUBER 1987, FRIED 1992) und Glucosinolatgehalte (ANJOU et al. 1977) im Raps. Die Komponente „Lecithin“ blieb in der Vergangenheit für die Anwendung in Lebensmitteln weitgehend unberücksichtigt.

Dieses beginnt bereits damit, dass adäquate analytische Methoden fehlen, mit denen es möglich ist, die Einzelkomponenten der Phospholipide, der Glycolipide, der Kohlenhydrate, der Phenolsäuren, der Sterole und der Farbstoffe direkt aus dem Rapskorn zu bestimmen.

In der Literatur werden Methoden, wie HPLC, TLC und ³¹P-NMR, für die Analyse von Phospho- und Glycolipiden in Lecithin, Lecithinpräparaten und Verarbeitungsprodukten beschrieben. Diese sind jedoch in der Durchführung und der benötigten Probemenge für die Bestimmung aus diesen Substraten ausgelegt und nicht unmittelbar auf die Bestimmung von Phospho- und Glycolipiden aus pflanzlichen Rohstoffen anwendbar.

Auch für die Analyse der weiteren Bestandteile des Rapskotyledons, wie Kohlenhydrate, Phenolsäuren, Sterole und Farbstoffe (Chlorophyll, Carotinoide) werden zwar mehr oder weniger hinreichende Methoden beschrieben. Diese Analytik ist jedoch, wie die vorhandene Polarlipidanalytik, entweder nicht auf die Bestimmung aus der Rapssaat, sondern nur auf eine weniger komplexe Matrix anwendbar oder sie ermöglichen in der Durchführung nur die Bestimmung einer Stoffgruppe. Ein weiteres Problem ist bei den bestehenden Methoden die benötigte hohe Probemenge, die von neu gezüchteten Saaten nicht verfügbar ist.

Aus diesem Grunde steht zu Beginn der Arbeit kein analytisches Instrumentarium für die Extraktion aus der Saat, die Trennung und die Quantifizierung der einzelnen Komponenten zur Verfügung, die es erlaubt, die Inhaltsstoffe, wie die Triglyceride, die Phospholipide, die Glycolipide, die Kohlenhydrate, die Phenolsäuren, die Sterole und die Farbstoffe, aus dem Kotyledon nebeneinander und aus einer geringen Probemenge zu bestimmen.

Die Arbeiten von APPELQVIST und OHLSON 1972, SOSULSKI et al. 1981, KOZLOWSKA et al. 1983, LANGE et al. 1991 und SOSODA et al. 1992 beschäftigen sich mit der Lecithinzusammensetzung von wenigen ausgewählten Sorten im Sinne eines Monitorings. APPELQVIST und OHLSON 1972, SOSULSKI et al. 1981 und PETRIZIKA et al. 1992 beschreiben die Glycolipidzusammensetzung zweier Rapsorten.

3. Problem- und Zielstellung

Die Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide in einzelnen Sorten wurden von SOSULSKI et al. 1981 und LANGE et al. 1991 untersucht. Mit den Phenolsäuren der Rapssaat beschäftigten sich KOZLOWSKA et al. 1983. ANJOU et al. 1977 untersuchte die Kohlenhydratzusammensetzung.

Diese vorliegenden Arbeiten beschäftigen sich mit einzelnen Substanzgruppen und mit einer beschränkten Anzahl von Saaten. Eine repräsentative Untersuchung des Saatenpools auf die Polarlipidzusammensetzung und die Beschreibung der natürlichen Variabilität in unterschiedlichen Sorten eines großen Saatenumfangs sind bisher noch nicht erfolgt. Dieses führt zum einen dazu, dass die zu Beginn der Arbeit angenommene Variabilität der Polarlipidgehalte in der Vergangenheit nicht hinreichend untersucht und zellmorphologisch untermauert wurde.

Zum anderen führt die fehlende Untersuchung der natürlichen Variabilität der Saatenzusammensetzung dazu, dass keine Gruppierung von Saaten nach Gemeinsamkeiten bzw. Unterschieden vorgenommen werden konnte und wurde, um Gruppen von Saaten mit definierter Zusammensetzung für die Auswahl für spezielle Anwendungen und Züchtungen bereit zu stellen.

Des Weiteren gibt es keine Arbeit, die sich durchgängig mit der Rapssaat, der Zusammensetzung, dem Rapslecithin und der Anwendung von Rapslecithin in Lebensmitteln beschäftigt.

Ein weiteres Problem ist die Gewinnung des Rapslecithins. Das Rapslecithin wird heute in minderer Qualität gewonnen. Das Lecithin fällt als Nebenprodukt der Ölgewinnung an. Da die Verfahren jedoch nur auf die Öl-Extraktion abzielen, fehlen hierdurch Rapslecithine mit definierten Qualitätsparametern und Funktionalitäten. Die vorhandenen Substrate sind daher hinsichtlich der funktionell wichtigen Parameter, wie Phospholipidmuster und Zusammensetzung nicht standardisiert. Einzelne Lecithinfraktionen und eingestellte Lecithine für spezielle Anwendungen werden großtechnisch bisher nur von wenigen Anwendern genutzt.

Dieses ist einer der Gründe, warum die Funktionalität von Rapslecithin in W/O-Emulsionen und O/W-Emulsionen in der Vergangenheit in Bezug auf die Qualitätsmerkmale, wie Stabilität, Tropfengröße und -verteilung und rheologische Eigenschaften nur in kleinem Rahmen untersucht und der Einfluss der Zusammensetzung der Rapslecithinpräparate nur vereinzelt abgeleitet wurde.

Dieses führt dazu, dass zu Beginn der Arbeit kein detailliertes Modellsystem zur Verfügung stand, das es ermöglicht Prognosen über die Polarlipidzusammensetzung des Rapslecithinpräparats, auf die Funktionalität in Emulsionen in Bezug auf Stabilität, Tropfengröße und -verteilung und rheologische Eigenschaften, zu treffen.

Neben den Emulsionen ist das Backen der zweitgrößte Anwendungsbereich für Lecithine (WITHEHURST 2004). Auch im Backbereich der hefegelockerten Weizenteige wie Weizenbrote finden Lecithine Anwendung. Das Rapslecithin spielt dabei, wie in der Emulsionsanwendung, eine weitgehend untergeordnete Rolle, obwohl es im Gegensatz zum Sojalecithin einen höheren PC- und Glycolipidgehalt besitzt und damit vergleichbare bzw. sogar bessere Backeigenschaften besitzen sollte. Untersuchungen zu der Backeigenschaft von Rapslecithinen aus verschiedenen Saaten und Sorten werden in der Literatur nicht beschrieben. Des Weiteren liegen keine Untersuchungen mit Rapslecithin aus verschiedenen Saaten und Sorten vor, in denen die Backeigenschaften der Lecithine mit den jeweiligen PC- und Glycolipidpräparaten verglichen werden.

3.2 ZIELSTELLUNG

Ausgehend von der Problemstellung wurden für diese Arbeit folgende Zielstellungen formuliert:

1. Bereitstellung des analytischen Instrumentariums für die Untersuchung von Rapssaaten auf die natürliche Variabilität der Polarlipidzusammensetzung und Minorkomponenten. Die Methoden sollen unter Berücksichtigung eines minimierten Saatenmaterials an die Belange eines Screenings angepasst werden.
Vorgesehen ist insbesondere die Anwendung von chromatographischen Methoden, im Mittelpunkt steht die HPTLC.
2. Prüfung des Rapssaatenpools auf die natürliche Variabilität der polaren Lipide und Minorkomponenten. Dafür steht das Saatensortiment zweier deutscher Züchter zur Verfügung. Das Datenmaterial soll statistisch ausgewertet werden, um Gemeinsamkeiten und Unterschiede zu erkennen und Hinweise für eine spätere Selektion von Saatenmaterial abzuleiten. Nicht zuletzt wird das Datenmaterial genutzt, um die Saaten zur Gewinnung von Lecithin für die sich anschließenden Anwendungsversuche auszuwählen.
Des Weiteren soll das Datenmaterial zur Auswahl von Saaten genutzt werden, um zellmorphologische Indizien für die Variabilität der Polarlipidgehalte zu erhalten.

3. Gewinnung des Lecithins aus ausgewählten Rapssaaten im Labor. Das Lecithin soll durch Extraktion mit Chloroform / Methanol gewonnen werden. Es soll eine weitere Fraktionierung mittels Säulenchromatographie und Extraktion erfolgen. Dabei fallen Lecithine, -Fraktionen und Einzelphospholipide unterschiedlicher Phospholipidzusammensetzung an. Durch Abmischungen der Lecithine, Fraktionen und Einzelphospholipide werden Lecithinpräparate mit definierter Zusammensetzung für die Applikationsversuche bereitgestellt.
4. Prüfung der Funktionalität von Rapslecithin in W/O-Emulsionen und O/W-Emulsionen. Dafür sollen die Qualitätsmerkmale einer Emulsion, wie die Stabilität, die Tropfengröße und -verteilung und die rheologischen Eigenschaften unterschiedlicher Emulsionsmodellansätze untersucht und der Einfluss der Zusammensetzung der Rapslecithinpräparate auf die Qualitätsparameter der Emulsionen abgeleitet werden.
5. Prüfung des Rapslecithins als Backverbesserer. Dabei soll untersucht werden, wie Rapslecithin, gewonnen aus ausgewählten Rapssaaten und -sorten, im Kastenbackversuch die Brotqualität beeinflusst. Als wertgebende Parameter sollen die in der „Standardmethode für Getreide, Mehl und Brot“ beschriebenen Parameter, wie Teig rheologie, Volumenausbeute, Porenbild und Krumenbeschaffenheit untersucht werden. Neben den Lecithinen sollen insbesondere Glycolipid-, PC-angereicherte und PC-abgereicherte Präparate eingesetzt werden.

4. Material und Methoden

4.1 UNTERSUCHUNGSMATERIAL

Für die Untersuchungen der Zusammensetzung von Rapssaaten für die Beschreibung deren natürlicher Variabilität, insbesondere in Bezug auf die Polarlipide, wurden 40 Saaten aus dem Saatenpool von zwei Züchtern bezogen. Die verwendeten Saaten zeigt die Tabelle 3. Die Saaten des Züchters A tragen Nummern von 687 bis 712 und die des Züchters B von 1051 bis 1070.

Tab. 3: Saatenmaterial für die Untersuchung auf deren natürliche Variabilität in der Zusammensetzung

Proben-Nr.	Herkunft	Saat /Variation	Typ	Erntejahr	Samenfarbe
687	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
688	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
689	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
690	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
692	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
694	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
695	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
697	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
698	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
699	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
700	A	Rübsen	Winter	2000	Gelb
701	A	Rübsen	Winter	2000	Gelb
702	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
705	A	Raps	Sommer	1999	Schwarz
707	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
708	A	Raps	Winter	1999	Schwarz
709	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
710	A	Raps	Winter	2000	Schwarz
711	A	Raps	Sommer	2000	Schwarz
712	A	Raps	Sommer	2000	Gelb
1051	B	Raps	Winter	1998	Schwarz
1052	B	Raps	Winter	1995	Schwarz
1053	B	Raps	Winter	1998	Schwarz
1054	B	Raps	Winter	1998	Schwarz
1055	B	Raps	Winter	1996	Schwarz
1056	B	Raps	Winter	1999	Schwarz
1057	B	Raps	Winter	1998	Schwarz
1058	B	Raps	Winter	1996	Schwarz
1059	B	Raps	Sommer	1997	Schwarz
1060	B	Raps	Winter	2000	Schwarz
1061	B	Raps	Winter	2000	Schwarz
1062	B	Raps	Winter	2000	Schwarz
1063	B	Raps	Winter	2000	Schwarz
1064	B	Raps	Winter	2000	Schwarz
1065	B	Raps	Winter	2000	Schwarz
1066	B	Raps	Winter	2000	Braun/Gelb
1067	B	Raps	Winter	2000	Braun/Gelb
1068	B	Raps	Winter	2000	Braun/Gelb
1069	B	Raps	Winter	2000	Braun/Gelb
1070	B	Raps	Winter	2000	Braun/Gelb

Abgedeckt sind über die Züchter und die Probenanzahl verschiedene geographische Regionen und Standorte, Raps- und Rübsenvariabilitäten, Sommer- und Winterformen, verschiedene Erntejahre und Samenfarben der Saaten. Die Auswahl der Proben kann hiernach weitgehend als repräsentativ für den Rapssaatenpool gelten.

4.2 METHODEN ZUR CHARAKTERISIERUNG DER INHALTSSTOFFE VON RAPSSAATEN

Zielstellung dieses Teilbereichs war es, Methoden zu entwickeln, die es ermöglichen, Rapssaaten auf ihre Lipidprofil, Gehalte und Zusammensetzung an Glyco-, Phospholipide, sowie die Fettsäuremuster der Phospholipide und Triglyceride, die Gehalte an Kohlenhydraten, β -Sitosterol, Sinapinsäure und den Anteil an farbgebenden Substanzen im Kotyledonmehl zu untersuchen, um die natürliche Variabilität der Zusammensetzung der verschiedenen Saaten zu beschreiben.

Dabei sollten die Methoden so konzipiert werden, dass sie an eine Monitoringuntersuchung angepasst sind, unter Berücksichtigung eines minimalen Saatenmaterials.

Ein minimiertes Material ist die Voraussetzung, dass die entwickelten Methoden nicht nur für einen großen Probenumfang zur Beschreibung der natürlichen Variabilität genutzt werden können, sondern auch für die Züchtung, da von neuen Sorten oder Linien nur wenig Saatenmaterial, teilweise nur ein paar Saatkörner, zur Verfügung stehen.

4.2.1 Gewinnung der Rapsinhaltsstoffe aus der Saat

Die Gewinnung der Rapsinhaltsstoffe erfolgte nach manueller Entfernung der Schale aus dem Kotyledonenmehl und gliedert sich in zwei Aufarbeitungszweige, die hydrophilen und lipophilen Substanzen der Saat. Die hydrophilen Substanzen wurden durch ethanolisch-wässrige Extraktion gewonnen. Der zweite Zweig, die lipophilen Substanzen, wurden mit zunehmender Polarität mit den Lösungsmitteln Hexan, Isopropanol/Aceton und Methanol extrahiert und gleichzeitig an einer Festphase in Triglyceride, Phospholipide und Glycolipide fraktioniert. Das entwickelte Aufarbeitungsschema für die Gewinnung der Extrakte zur Bestimmung bzw. zur Charakterisierung der Inhaltsstoffe ist im Ergebnisteil im Kapitel 5 dargestellt.

4.2.2 Bereitstellung eines analytischen Instrumentariums zur Charakterisierung der Inhaltsstoffe

Für die Bestimmung und Charakterisierung der Rapsinhaltsstoffe aus den Extrakten aus Kapitel 4.2.1 wurde im Schwerpunkt die HPTLC gewählt, da sie den Vorteil bietet, dass

- keine große Probenaufreinigung erforderlich ist, da Matrixreste die Untersuchung nicht stören
- aus einem Extrakt mehrere Substanzgruppen parallel untersucht werden können, da für die Untersuchung jeder Substanzgruppe ein spezifisches Laufmittel und Detektionsmittel eingesetzt wird
- der Probenextrakt unbegrenzt aufkonzentriert auf die HPTLC-Platte aufgegeben werden kann
- die HPTLC eine zeitsparende Methode mit einer niedrigen Nachweisgrenze ist

Als stationäre Phase wurden Lichrospher® Si 60 F₂₅₄ HPTLC-Plattten 20 x 10 cm von VWR International verwendet, da diese aus sphärischem Material hergestellten Platten eine höhere Trennleistung zeigen als die entsprechenden HPTLC Kieselgelplatten aus natürlichem Material.

Für die Durchführung der HPTLC wurden folgende Geräte der Firma Camag verwendet:

- TLC-Probenautomat III
- Horizontal-Entwicklungskammer 2 (HDC) 20 x 10 cm
- Chromatogramm-Tauchvorrichtung
- TLC-Scanner 3 mit Wincats® Version 4.0

Die Durchführung und Auswertung der HPTLC ist im Anhang 11.2.2 ff beschrieben.

Da zu Beginn der Arbeit keine ausreichenden Methoden zur Identifizierung und Quantifizierung der Rapsinhaltsstoffe mittels HPTLC zur Verfügung standen, wurden diese entwickelt bzw. modifiziert und sie sind im Kapitel 5 des Ergebnisteils dargestellt.

Für die Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride und Phospholipide wurde die GC gewählt. Für die Charakterisierung der Fettsäurezusammensetzung wurde das Perkin Elmer Autosystem XL mit einer 30 m DB-225 Säule verwendet. Die Detektion erfolgte mit FID. Die Durchführung ist im Kapitel 5 bzw. Anhang 11.2.5.4 bzw. 11.2.8 dargestellt. Die Bestimmung des Anteils an farbgebender Substanzen aus dem Kotyledonenmehl wurde mit dem CIE-Lab-System durchgeführt. Die Methode ist in Kapitel 5 bzw. im Anhang 11.3.4 beschrieben.

4.3 STATISTISCHE AUSWERTUNG ZUR GRUPPIERUNG DER RAPSSAATEN NACH GEMEINSAMKEITEN UND UNTERSCHIEDEN IN DER ZUSAMMENSETZUNG

Um innere Zusammenhänge bzw. Unterschiede in der Zusammensetzung des Saatenpools aufzuzeigen bzw. zu belegen und Gruppen von Saaten mit Gemeinsamkeiten zu bilden, wurde eine Clusteranalyse als statistische Auswertung herangezogen. Bei einer Clusteranalyse wird interaktiv vorgegangen, d.h. die Gruppen entstehen schrittweise durch den Vergleich jeder einzelnen Saat und dessen Zusammensetzung mit der nächsten Saat. Die Ausgangsposition ist dadurch charakterisiert, dass jede einzelne Saat zunächst als eigenständiger Cluster (geringe Abstraktion) verstanden wird. Im zweiten Schritt wird eine Saat mit der nächst ähnlichen Saat zu einem Zweielementen-Cluster und dann in weiteren Schritten zu Mehrelementen-Cluster zusammengefügt (zunehmende Abstraktion) u.s.w. (ANDERBERG 1973, BACHER 1996).

Die Festlegung des Abstraktionsgrades für die Gruppenbildung (Clusterbildung) hängt von der Zielstellung ab und ist frei wählbar.

Die Durchführung dieser Vorgehensweise wird in einem so genannten Dendogramm dargestellt.

4.4 MIKROSKOPISCHE UNTERSUCHUNGEN VON RAPSSAATEN

Die Lichtmikroskopie und Elektronenmikroskopie kann zur Strukturaufklärung des Aufbaus von Zellen genutzt werden.

Während mit einem Lichtmikroskop die Auflösung durch die Wellenlänge des Lichts begrenzt ist (etwa 0,2 μm), kann mit einem Elektronenmikroskop eine deutlich höhere Auflösung (derzeit etwa 0,1 nm) erreicht werden.

Eine Form der Elektronenmikroskopie ist die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), die eine direkte Abbildung von Objekten mit Hilfe von Elektronenstrahlen ermöglicht. Die Elektronen durchstrahlen das Probenmaterial, das zu diesem Zweck entsprechend dünn sein muss. Je nach Ordnungszahl der Atome, aus denen die Objekte bestehen, der Höhe der Beschleunigungsspannung und der gewünschten Auflösung kann die sinnvolle Objektdichte von wenigen Nanometern bis zu einem Mikrometer reichen. Typische Beschleunigungsspannungen von TEM sind 80 kV bis 400 kV, wobei der Bereich unter 200 kV eher für die Untersuchung biologischer Materialien benutzt wird (INTERNET: WIKIPEDIA.DE 2007).

Die mikroskopische Untersuchung des Zellaufbaus (speziell der Zellmembranen sowie des endoplasmatischen Reticulums) der Rapssaaten und die Probenvorbereitung wurden von der Universität Kassel (Fachbereich 18 Naturwissenschaft, Institut für Biologie, Abteilung Zellbiologie) übernommen. Zur Probenvorbereitung wurden eine Entwässerung der Saaten mit Osmiumtetroxid und eine Kontrastierung mit Uranylacetat sowie Phosphorwolframsäure vorgenommen. Es erfolgte eine Einbettung der Saaten in Vestopal.

Für die Lichtmikroskopie wurde ein Axiomat von Zeiss verwendet. Als Präparate für die Untersuchung wurden Semidünnschnitte von 0,5 µm hergestellt und eine Färbung nach Richardson durchgeführt.

Die TEM erfolgte mit einem Carl Zeiss, EM 109 (LEO 109T) Elektronenmikroskop mit einer Beschleunigungsspannung von 80 kV. Zur Dokumentation wurde Negativmaterial von Agfa APX 100 verwendet, wobei keine Papierfotos angefertigt wurden, sondern die Negative bei 1200 dpi eingescannt wurden. Als Präparate für die Untersuchung wurden Ultradünnschnitte von ca. 50 nm mit dem Ultramikrotom (Reichert-Jung: Ultracut E) hergestellt. Die Schnitte wurden mit Formvar (Olyvinylformaldehyd) beschichteten Kupfergrids aufgenommen.

4.5 GEWINNUNG VON LECITHIN, FRAKTIONEN UND LECITHIN-PRÄPARATEN UND DEREN POLARLIPIDZUSAMMENSETZUNG

Für die Gewinnung von Lecithin, Fraktionen und Bereitstellung von Lecithinpräparaten für die Anwendungsversuche wurden die Saaten Nr. 688, Nr. 805 und Nr. 1057 verwendet. Diese Auswahl wurde anhand der Ergebnisse der Clusteranalyse (siehe Kapitel 6) getroffen. Aus den gelben Rübsen (Nr. 805), dem Standard (Nr. 688) und phospholipidreichem (1057) Raps wurde Lecithin durch Extraktion gewonnen. Für die Fraktionierung wurden zwei Wege beschrritten. Im ersten Weg wurde das Lecithin mittels Extraktion in die Triglycerid-, Phospholipid- (PL) und Glycolipidfraktionen (GL) aufgetrennt. Aus der Phospholipidfraktion wurde im Anschluss durch ethanolische Extraktion ein PC-angereichertes (PC-an) und PC-abgereichertes (PC-ab) Präparat hergestellt. Im zweiten Weg wurde das gewonnene Lecithin mittels Säulenchromatographie in fast reine Einzelphospholipidfraktionen aufgetrennt.

4.5.1 Lecithin aus der Saat

Das Lecithin wurde mittels klassischer Folch-Extraktion (FOLCH et al. 1957) aus den Rapssaaten gewonnen (Durchführung siehe Anhang 11.5.1). Die Phospholipidzusammensetzung der Lecithine ist in Tabelle 4 dargestellt.

Tab.4: Zusammensetzung der aus den Saaten gewonnenen Lecithine [%]

Lecithine	Herkunft	PC	LPC	PE	PI	PA
A	Ex Rübsen Gelb (Nr. 805)	14,5	0,9	7,8	8,9	1,7
B	Ex Raps schwarz;Standard (Nr. 688)	18,4	1,3	8,8	10,2	1,9
C	Ex Raps schwarz;phospholipidreich (Nr. 1057)	19,0	1,0	8,6	11,3	2,1

Die gewonnenen Lecithine wurden im Folgenden als Präparat A, B bzw. C bezeichnet. Die Präparate wurden zum einen in den Anwendungsversuchen direkt eingesetzt und zum anderen für die Fraktionierung und zur Gewinnung von Einzelphospholipidfraktionen verwendet.

4.5.2 Fraktionen

Die Lecithinpräparate A, B und C wurden mittels einer internen Methode der Firma Degussa Texturant Systems Deutschland GmbH & Co. KG mit Isopropanol / Aceton (95 / 5, v / v) in Triglyceride, Glyco- und Phospholipide fraktioniert. Aus der Phospholipidfraktion wurden im Anschluss nach LANGE et al. 1991 PC-ab und PC-an Fraktionen hergestellt (Durchführung siehe Anhang 11.5.3 und 11.5.4). Das Extraktionsschema zeigt Abbildung 4.

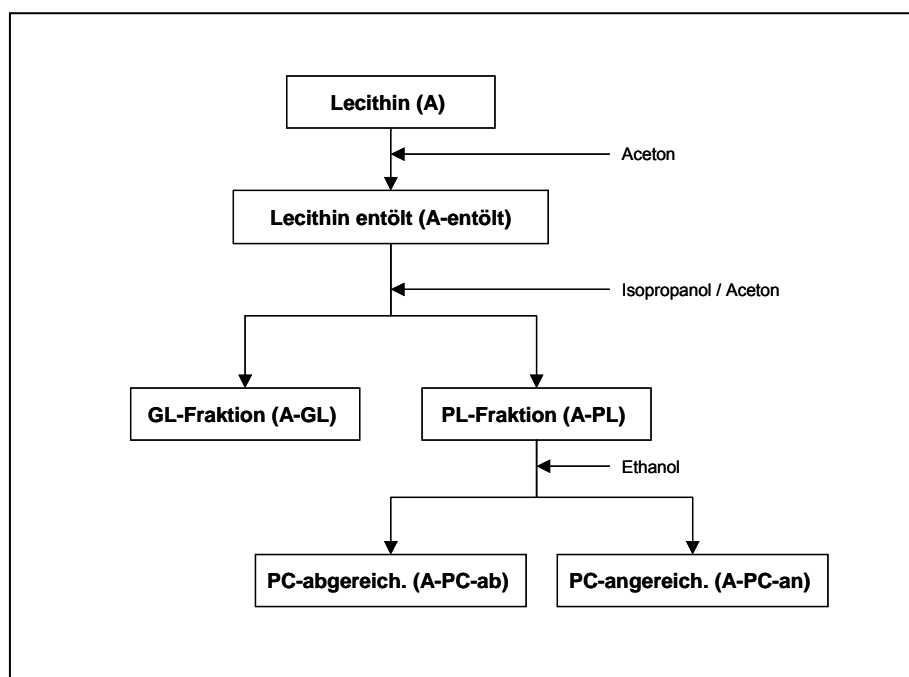


Abb. 4: Fraktionierung des Lecithins am Beispiel des Präparats A

4. Material und Methoden

Die Polarlipidzusammensetzung der durch die Fraktionierung hergestellten Präparate ist in Tabelle 5 dargestellt.

Tabl. 5: Zusammensetzung der Lecithinfraktionen [%]

Präparate	Bezeichnung	PC	LPC	PE	PI	PA	SG	DGDG
A-entölt	Entöltes Lecithin ex Rübsen gelb	22,1	1,4	12,0	13,5	2,4	8,6	5,0
A-GL	GL-Fraktion ex Rübsen gelb	6,9	<0,5	0,9	<0,5	<0,5	31,1	23,3
A-PL	PL-Fraktion ex Rübsen gelb	24,9	1,6	13,6	15,6	2,7	<0,5	<0,5
A-PC-ab	PC-ab Fraktion ex Rübsen gelb	12,8	2,2	15,4	19,0	3,7	<0,5	<0,5
A-PC-an	PC-an Fraktion ex Rübsen gelb	46,8	0,9	9,9	1,9	<0,5	<0,5	<0,5
B-entölt	Entöltes Lecithin ex Raps schwarz Standard	27,8	2,0	13,2	15,4	2,8	7,7	4,1
B-GL	GL-Fraktion ex Raps schwarz Standard	8,0	<0,5	0,9	<0,5	<0,5	37,3	16,1
B-PL	PL-Fraktion ex Raps schwarz Standard	29,8	2,2	14,8	17,5	3,1	<0,5	<0,5
B-PC-ab	PC-ab Fraktion ex Raps schwarz Standard	14,6	3,6	16,4	22,3	4,2	<0,5	<0,5
B-PC-an	PC-an Fraktion ex Raps schwarz Standard	50,3	1,8	10,3	2,8	<0,5	<0,5	<0,5
C-entölt	Entöltes Lecithin ex Raps schwarz phospholipidreich	28,6	1,5	13,0	17,1	3,1	6,9	1,1
C-GL	GL-Fraktion ex Raps schwarz phospholipidreich	8,3	<0,5	0,8	<0,5	<0,5	48,7	6,4
C-PL	PL-Fraktion ex Raps schwarz phospholipidreich	30,6	1,6	12,3	18,6	3,3	<0,5	<0,5
C-PC-ab	PC-ab Fraktion ex Raps schwarz phospholipidreich	15,8	2,2	14,2	21,7	4,4	<0,5	<0,5
C-PC-an	PC-an Fraktion ex Raps schwarz phospholipidreich	50,9	1,0	9,8	3,1	<0,5	<0,5	<0,5

4.5.3 Präparate mit definierter Phospholipidzusammensetzung

Um Lecithinpräparate mit definierter Zusammensetzung herstellen zu können, wurden Einzelphospholipidfraktionen mittels Säulenchromatographie gewonnen. Für die Gewinnung wurde das Lecithinpräparat A eingesetzt. In Übereinstimmung mit CRIDER et al. 1964, PARDUN 1984, ELSNER und LANGE 1993, INTERNET: CYBERLIPIDE,ORG. 2002 wurde als Säulenmaterial Kieselgel verwendet. Die Elution der Einzelphospholipidfraktionen erfolgte isokratisch mit dem entwickelten Gemisch aus Hexan / Isopropanol / Wasser (70 / 25 / 5, w / w / w) (Durchführung siehe Anhang 11.5.5). Die Einzelphospholipidfraktionen wurden je nach gewünschtem Reinheitsgrad geschnitten. Aus diesen gewonnenen Einzelphospholipidfraktionen, den originären Präparaten A, B bzw. C sowie den Phospholipidfraktionen wurden Präparate mit definierter Zusammensetzung hergestellt.

Tab. 6: Phospholipidzusammensetzung der bereitgestellten Präparate [%], A bis C originäre Lecithine, D bis R Gemische aus Lecithin und Fraktionen bzw. Einzelphospholipiden

Präparate	PC	LPC	PE	PI	PA
A	14,5	0,9	7,8	8,9	1,7
B	18,4	1,3	8,8	10,2	1,9
C	19,0	1,0	8,6	11,3	2,1
D	10,1	1,4	9,1	13,9	2,8
E	10,1	1,3	10,6	14,8	2,8
F	4,5	0,5	13,8	14,5	6,4
G	11,5	0,9	12,6	10,3	3,2
H	16,1	1,2	13,5	9,4	3,3
I	11,4	0,8	9,9	13,3	4,4
K	8,0	0,7	13,2	12,4	4,8
L	7,9	0,6	11,8	13,9	5,4
M	11,5	0,9	11,8	11,2	3,6
N	7,3	1,0	11,5	14,2	4,6
O	10,3	1,2	10,8	13,7	2,9
P	6,6	0,6	13,4	14,2	4,1
R	18,5	0,7	8,3	11,2	2,2
C + PC	31,6	0,8	6,9	9,6	2,3
C + LPC	16,2	12,8	6,9	9,1	2,3
C + PE	15,8	0,8	21,1	10,0	2,3
C + PI	15,2	0,8	6,9	22,6	3,2
C + PA	15,2	0,8	6,9	10,6	16,8
D + PC	24,5	1,1	7,3	11,7	2,3
D + LPC	9,1	13,1	7,3	11,1	2,3
D + PE	8,7	1,1	21,5	12,1	2,4
D + PI	8,1	1,1	7,3	24,7	3,2
D + PA	8,1	1,1	7,3	12,7	16,8

Die Einstellung erfolgte basierend auf der von PARDUN 1989, BERGENSTAHL 1991, GHYCZY 1995, JOHANSSON und BERGENSTAHL 1995 und SCHNEIDER 1997 beschriebenen Funktionalität im Anwendungsbereich für Emulsionen. Es wurde bei der Einstellung der Präparate darauf Wert gelegt, dass die in der Literatur beschriebenen funktionsbeeinflussenden Verhältnisse der individuellen Phospholipide in einem breiten Bereich abgedeckt sind (siehe Kapitel 2.5.3). Für O/W-Emulsionen wurden zusätzlich Präparate hergestellt bei denen als Basis (80%) das Präparat C und D diente und fast reine Einzelphospholipidfraktionen in einem Anteil von 20 % zugesetzt wurden. Diese Präparate sollten dazu dienen, den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Stabilität und Tropfenverteilung von O/W-Emulsionen zu untersuchen. Die Phospholipidzusammensetzung der Präparate ist in Tabelle 6 dargestellt. Die Charakterisierung der Phospholipidzusammensetzung erfolgte über HPTLC (siehe Anhang 11.2.2 ff).

4.6 HERSTELLUNG UND CHARAKTERISIERUNG VON LEBENSMITTEL-EMULSIONEN

4.6.1 Herstellung von W/O-Emulsionen

Für die Herstellung der W/O-Modellemulsionen wurde die interne Hausmethode der Firma Degussa Texturant Systems Deutschland GmbH & Co. KG adaptiert, da die nach dieser Vorschrift hergestellten Emulsionen Qualitätsunterschiede nach einem kurzen Zeitraum erkennen lassen.

Für den Emulsionsansatz wurde eine Mischung von 60 % Wasser zu 40 % Öl gewählt, wie es für Halbfettmargarine und low-fat Produkte typisch ist. Der Emulgator (Lecithinpräparat) wurde der Ölphase zugerechnet. Seine Dosierung erfolgte so, dass der Polarlipidanteil des Lecithinpräparats (funktioneller Anteil) 0,8 % bezogen auf die gesamte Emulsion betrug. Um eine mögliche Trennung der Emulsion zu visualisieren, wurde die Wasserphase mit Patent Blue Violet (8 mg / 100 g dem. Wasser) eingefärbt.

In Tabelle 7 ist die Zusammensetzung der Emulsion zusammengefasst.

Tab. 7: Rezeptur der W/O-Emulsion

Rohstoff	Menge [g]
eingefärbtes dem. Wasser	60
Lecithinpräparat (funktioneller Anteil)	0,8
Rapsöl	ad 100

Die Herstellung, Abfüllung und Lagerung der W/O-Emulsionen sind im Anhang Kapitel 11.6 dargestellt. Die Untersuchung der Emulsionen erfolgte mit der nachfolgend beschriebenen Untersuchungsmethodik.

4.6.2 Herstellung von O/W-Emulsionen

Für die Herstellung von O/W-Emulsionen wurde nach CATTE et al. 2002 ein Verhältnis von 30 % Öl und 70 % Wasser gewählt, wie es für Mayonnaisen und Salatsoßen typisch ist. Zur Visualisierung einer möglichen Trennung wurde die Ölphase mit Sudanrot (7,5 mg / 100 mg dem. Wasser) eingefärbt. Um die optimale Dosierung des Lecithinpräparats (funktioneller Anteil) für die Herstellung von O/W-Emulsionen zu ermitteln, wurden Emulsionen mit einer Konzentration von 0,5 % bis 1,25 % hergestellt (Messwerte siehe Anhang 11.7.2). Es stellte sich bei diesen Versuchen heraus, dass die optimale Konzentration des Lecithinpräparats bei 0,8 % lag.

Die Zusammensetzung der hergestellten Emulsionen ist in Tabelle 8 zusammengefasst.

Tab. 8: Rezeptur der O/W-Emulsion

Rohstoff	Menge [g]
dem. Wasser	70
Lecithinpräparat (funktioneller Anteil)	0,8
eingefärbtes Rapsöl	ad 100

Die Herstellung, Abfüllung und Lagerung der O/W-Emulsionen sind im Anhang Kapitel 11.7 dargestellt. Die Untersuchung der Emulsionen erfolgte, wie bei den W/O-Emulsionen, mit den nachfolgend beschriebenen Untersuchungsmethoden.

4.6.3 Untersuchungsmethoden von Emulsionen

Ein wichtiges Qualitätsmerkmal von Emulsionen ist ihre Stabilität. Nur Produkte, die über längere Zeit stabil sind, können als Lebensmittelemlusionen auf den Markt gebracht werden.

Die Partikelgröße und dessen Verteilung tragen bei den meisten Lebensmitteln wesentlich zur Produktbeschaffenheit bei. Geschmack und Aussehen werden durch sie ebenso bestimmt wie etwa die Haltbarkeit oder auch die Verarbeitbarkeit. Deshalb kommt in Labor und Produktion neben der Inhaltsstoffanalytik auch der Stabilität- und der Partikelgrößenmesstechnik eine wesentliche Bedeutung zu.

Die Tropfen der dispersen Phase einer Emulsion unterliegen einer mehr oder minder breiten Verteilung, die mono-, bi- oder mehrmodal sein kann. Bei der Beurteilung einer Emulsion steht man vor dem Problem, diese Verteilung messen und beschreiben zu müssen. Erst wenn dies gelingt, ist es möglich, einen Kennwert, also z.B. einen mittleren Durchmesser oder die Breite der Tropfenverteilung, zur Charakterisierung der Emulsionsqualität abzuleiten (HOGEKAMP 2000).

Die Charakterisierung der Emulsionsgüte und -stabilität erfolgte makroskopisch, mikroskopisch, über die Tropfengröße und -verteilung mittels Laserbeugungsverfahren (Coulter) und über rheologische Eigenschaften, wie Fließgrenze und Viskosität. Die Untersuchungen erfolgten in Anlehnung an die Arbeit von BENSON et al. 1962 nach den Zeitintervallen 1 Stunde (h), 24 Stunden und 7 Tage (d) nach der Herstellung.

4.6.3.1 Makroskopische Charakterisierungen der Stabilität

Die makroskopische Untersuchung gibt erste Aufschlüsse über die Stabilität von Emulsionen. Durch das Anfärben der Emulsion können Koaleszenzen und Strukturveränderungen der inneren Phase infolge von Wasseraustritt oder Ölabsatz je nach Emulsionstyp und Stabilität schon makroskopisch beobachtet werden.

In Abbildung 5 ist die Visualisierung einer W/O-Emulsion mit dem Lecithinpräparat N als Emulgator 1 Stunde nach der Herstellung und nach 7 Tagen beispielhaft dargestellt.

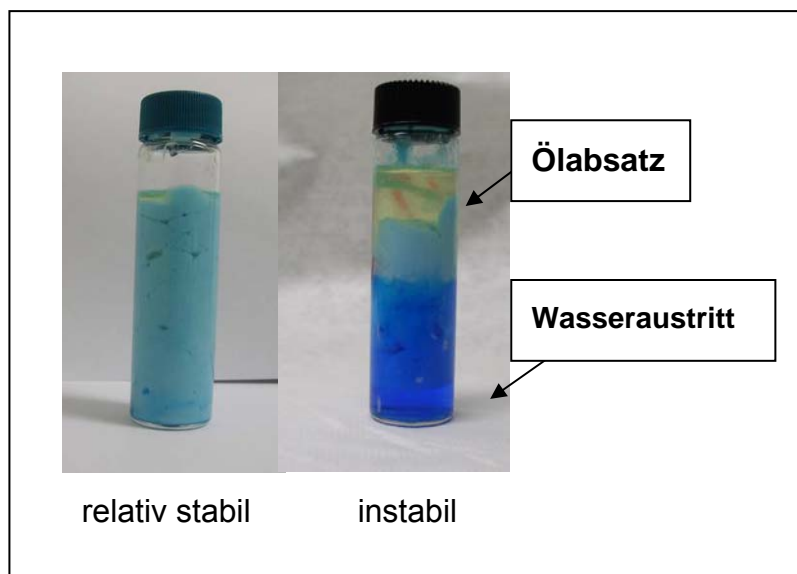


Abb. 5: W/O-Emulsion 1 Stunde und 7 Tage nach der Herstellung

4. Material und Methoden

Bei den W/O-Emulsionen wurde die Wasserphase blau eingefärbt. Es ist bei der Emulsion 1 Stunde nach der Herstellung erkennbar, dass sie eine fast einheitliche Blaufärbung aufweist, d.h. die Wassertropfen homogen im Öl verteilt sind. Es liegt nur ein minimaler Ölaustritt, oben als Ölabsatz zu erkennen, vor. Am 7. Tag ist ein großer Teil der Tropfen koalesziert. Dieses ist an der kräftig blauen Wasserphase am Boden des Röhrchens sichtbar. Das Öl hat sich als Phase auf der Emulsion abgesetzt. Nur ein geringer Teil liegt noch als hellblau gefärbte Emulsion vor.

Bei einer O/W-Emulsion hingegen zeigen sich die Instabilitäten der inneren Phase durch Aufrahmung. In Abbildung 6 ist die Visualisierung einer O/W-Emulsion mit dem Lecithinpräparat A als Emulgator nach 1 Stunde und 7 Tagen beispielhaft dargestellt.

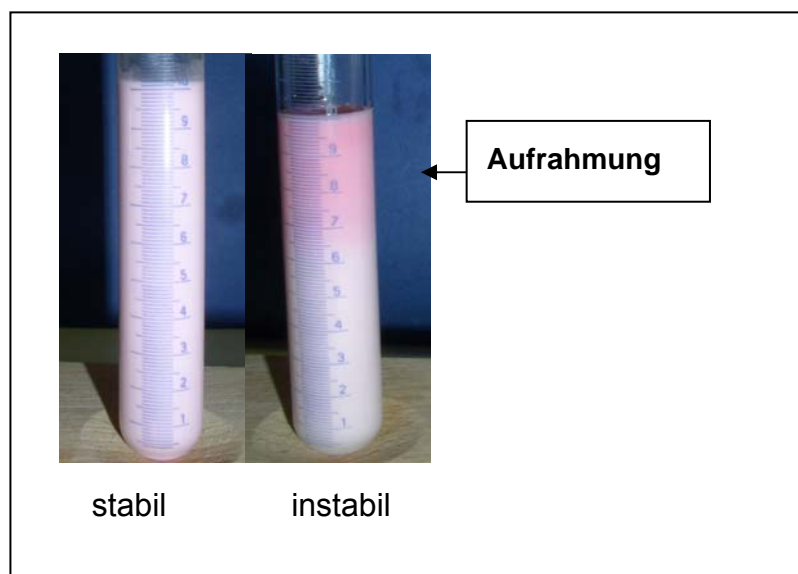


Abb. 6: O/W-Emulsion 1 Stunde und 7 Tage nach der Herstellung

Um die Stabilität der Emulsionen halbquantitativ zu bestimmen, wurden die Modellemulsionen in graduierte Zentrifugengläser (Falcon-Zentrifugenröhrchen, VWR international) abgefüllt.

Bei den O/W-Emulsionen wurde die Aufrahmungsrates prozentual abgelesen. Es erfolgte eine Einteilung nach der prozentualen Aufrahmung 1 Stunde nach der Herstellung.

4. Material und Methoden

Tab. 9: Makroskopische Beurteilung von O/W-Emulsionen 1 Stunde nach der Herstellung

Gruppe	Emulgierergebnis
1	Aufrahmung < 1 homogene Färbung und Struktur
2	Aufrahmung ≥ 1 homogene Färbung und Struktur
3	Aufrahmung ≥ 1 inhomogene Färbung und Struktur
4	Aufrahmung ≥ 5 homogene Färbung und Struktur
5	Aufrahmung ≥ 5 inhomogene Färbung und Struktur

Bei der makroskopischen Abschätzung der Stabilität von W/O-Emulsionen hingegen erwies sich diese Methode aufgrund des Ölabsatzes und des gleichzeitigen Wasseraustritts als problematisch. Es wurde daher diese Einteilung nur für O/W-Emulsionen verwendet.

Für W/O-Emulsionen erfolgte eine Gruppierung der Qualitäten in Anlehnung an die Einstufung nach BENSON et al. 1962. Die Einstufung wurde dahingehend modifiziert, dass nicht nach dem Notenprinzip vorgegangen wurde, sondern die Zuordnung in Gruppen erfolgte. Die gebildeten Gruppen mit den sensorischen Merkmalen sind in Tabelle 10 dargestellt.

Tab. 10: Makroskopische Beurteilung von W/O-Emulsionen 1 Stunde nach der Herstellung

Gruppe	Emulgierergebnis
1 homogene Emulsion	viskos, cremeförmig, glatt glänzend, homogen
2 inhomogene Färbung und Struktur	viskos, cremeförmig, grieselig, blaue Schlieren
3 Emulsion trennt sofort	viskose grieselige Modell-Emulsion, vollständige Trennung nach 1 Stunde
4 keine Modellemulsion	Bildung einer Modellemulsion nicht möglich

4.6.3.2 Mikroskopische Charakterisierungen der Tropfengröße und -verteilung

Nach STANG und SCHUBERT 1995 und DICKENSON 1992 eignet sich die Mikroskopie, um einen Überblick über die Tropfengröße und -verteilung zu erhalten und Koaleszenzerscheinungen zu beobachten.

Für die mikroskopische Untersuchung der Emulsionsstruktur wurde das optische Mikroskop Olympus BX 60 F5 (Olympus Optical Co., Ltd., Tokyo, Japan) mit 50 -1000-facher Vergrößerung verwendet. Das mikroskopische Bild wurde über eine aufgesetzte Digitalkamera auf den angeschlossenen Computer übertragen und mittels der Software Olympus DP-Soft Version 3.0 ausgewertet.

Die technischen Parameter und die Präparation sind im Anhang des Kapitels 11.6.3.1 und 11.7.4.1 dargestellt.

Die Mikroskopie der unverdünnten Modellemulsion erwies sich bereits als problematisch. Durch die Präparation der Emulsion wurde der Tropfendurchmesser beeinflusst, da die Tropfen durch das Auflegen des Deckgläschens „breitgedrückt“ wurden. Des Weiteren bewirkt die unvermeidlich hohe Schichtdicke eine Verfälschung des Präparats. Je nach scharf gestellter Bildebene ergaben sich unterschiedliche Tropfendurchmesser, die eigentlich auf Höhe des Tropfenmittelpunktes bestimmt werden sollten.

Abbildung 7 zeigt eine unverdünnte W/O-Emulsion mit dem Lecithinpräparat F als Emulgator.

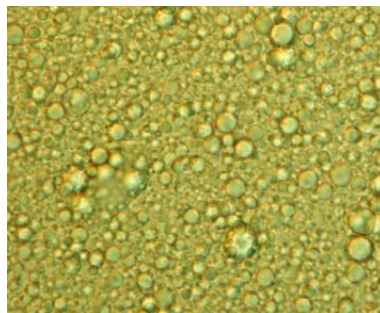


Abb. 7: Lichtmikroskopische Aufnahme einer unverdünnten W/O-Modellemulsion / Vergr. 200-fach

Aus der Abbildung wird sichtbar, dass die Tropfen der unverdünnten Emulsion teilweise übereinander lagen und so der Tropfendurchmesser nicht bestimmt werden konnte. Des Weiteren konnte nicht unterschieden werden, ob die Tropfen einzeln vorliegen oder in Agglomeraten. Die W/O-Emulsionen wurden daher mit Miglyol 812 im Verhältnis 1:4 verdünnt und die O/W-Emulsionen 1:10 mit Wasser.

Die mikroskopische Struktur der verdünnten W/O-Modellemulsionen mit den Lecithinpräparaten E und F als Emulgator 1 Stunde nach der Herstellung zeigt die Abbildung 8.

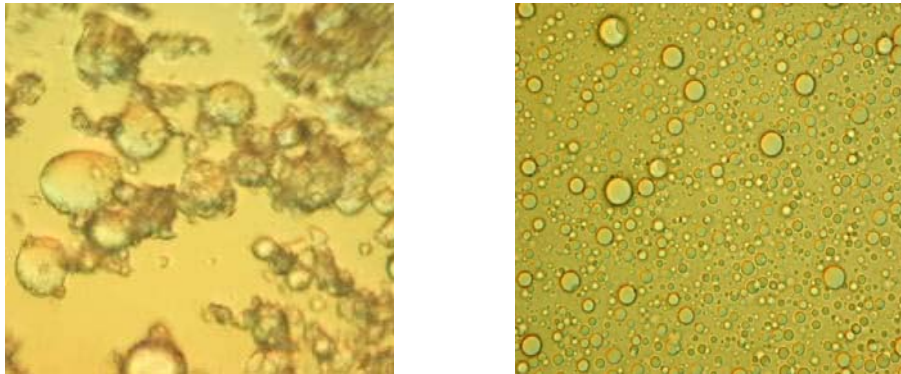


Abb. 8: Lichtmikroskopische Aufnahme der verdünnten W/O-Modellemulsionen mit dem Präparat E und F / Vergr. 200-fach

Aus Abbildung 8 wird sichtbar, dass sich die mikroskopischen Aufnahmen der beiden Präparate unterscheiden. In der mikroskopischen Aufnahme der Modellemulsion mit dem Präparat E als Emulgator ist ein hoher Anteil von Tropfen mit einem großen Tropfendurchmesser erkennbar. Des Weiteren ist ein etwas geringerer Anteil an Tropfen mit mittleren und kleineren Tropfendurchmessern vorhanden, wobei die Tropfen mit den kleineren Durchmessern in Agglomeraten vorliegen. In den mikroskopischen Aufnahmen der Emulsionen mit dem Lecithinpräparat F als Emulgator sind keine großen Tropfen zu beobachten. Es liegt ein Anteil an Tropfen mit mittlerer Größe vor, wobei der Großteil der Tropfen eher klein ist.

Mit diesem Verfahren lassen sich, wie von STANG und SCHUBERT 1995 und DICKENSON 1992 beschrieben, erste Unterschiede in der Tropfengrößenverteilung beobachten, aber eine quantitative Abschätzung der Tropfenverteilung ist schwierig und subjektiv. Aus diesem Grunde wurde dieses Verfahren nicht standardmäßig für die Untersuchung der Tropfengröße und -verteilung genutzt. Trotzdem ist die mikroskopische Untersuchung eine Methode mit der schnell ein grober Überblick über die Tröpfchenverteilung gewonnen werden kann und rheologische Eigenschaften von Emulsionen in Folge z.B. von Agglomeraten überprüft und erklärt werden können.

Des Weiteren konnten Koaleszenzerscheinungen beobachtet und dokumentiert werden. In Abbildung 9 ist das Koaleszieren der Wassertropfen der W/O-Modellemulsion mit dem Lecithinpräparat O als Emulgator über einen Zeitraum von 40 min mikroskopisch verfolgt worden.

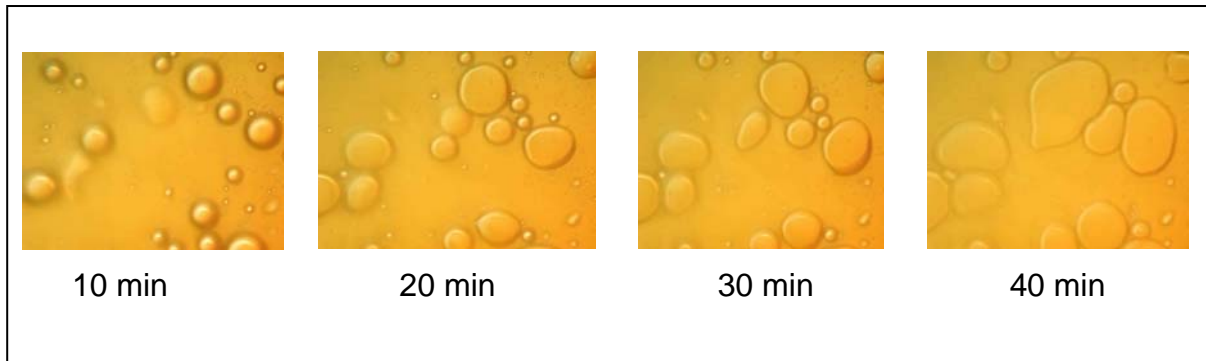


Abb. 9: Mikroskopische Untersuchung des Koaleszenzverhaltens / Vergr. 200-fach

Aus Abbildung 9 wird sichtbar, dass die zu Beginn der Untersuchung größeren Wassertropfen im Laufe der Zeit die kleineren Wassertropfen aufnehmen und immer größer werden, bis am Ende nur noch „Phasen“ von Wasser im Öl vorliegen.

4.6.3.3 Charakterisierungen der Tropfengröße und -verteilung mittels Laserbeugungsverfahren

Während die makroskopischen Untersuchungen erste Informationen über die Emulsionsstabilität liefern, wird mit dem Prinzip der Laserbeugung mittels Coulter LS 230 (Coulter Electronics Inc., Miami, USA) die Tropfengrößen und -verteilung der Emulsionen direkt ermittelt. Es können Partikelgrößen mit einem Durchmesser von 0,04 μm bis 2000 μm bestimmt werden.

Die Berechnung der Tropfengrößenverteilung erfolgte mit der zugehörigen Coulter Software LS 32 Version 3.01. Für die Berechnung, Beschreibung und Beurteilung der Tropfengrößen und -verteilung einer Emulsion gibt es zwei Möglichkeiten.

Zum einen ist eine Charakterisierung über die Oberfläche des Tropfens und zum anderen über das Volumen möglich. Angegeben werden die Messwerte als Mittelwerte $d_{3,2}$ (oberflächenbezogener mittlerer Tropfendurchmesser) und $d_{4,3}$ (volumenbezogener mittlerer Tropfendurchmesser) (McCLEMENTS 1999).

Der oberflächenbezogene mittlere Tropfendurchmesser $d_{3,2}$ (Sauterdurchmesser) korreliert mit der spezifischen Oberfläche der dispergierten Phase. Die spezifische Oberfläche ist die bei der Emulgierung geschaffene Grenzfläche pro Volumen dispergierter Phase und ergibt sich aus dem Quotienten $(6/d_{3,2})$ (HOGKAMP 2000). Mit der zunehmenden spezifischen Oberfläche nimmt der $d_{3,2}$ ab. Aufgrund dieser Beziehung ist der direkt nach der Herstellung der Emulsion ermittelte $d_{3,2}$ ein Maß für die Emulgierkapazität des Emulgators. Die Zunahme des $d_{3,2}$ in Abhängigkeit von der Lagerzeit beschreibt die Koaleszenz der Tropfen in der Emulsion.

Eine Zunahme des volumenbezogenen mittleren Tropfendurchmessers ($d_{4,3}$) gibt ebenfalls Auskunft über die Veränderungen der Tropfengröße in Folge von

4. Material und Methoden

Destabilisierungsprozessen. Der Vorteil der Beschreibung des Tropfendurchmessers über die Volumenverteilung ist, dass größere Emulsionstropfen bei der Verteilungskurve mehr ins Gewicht fallen als die kleineren Tropfen (HOGEKAMP 2000).

Diese soll mit den beiden folgenden Abbildungen 10 und 11 gezeigt werden.

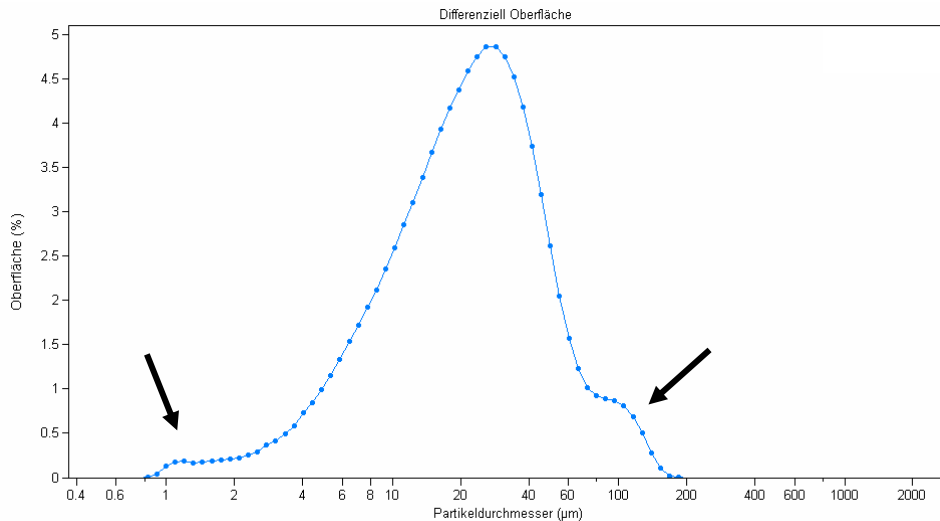


Abb. 10: Oberflächenbezogene Darstellung der Tropfengrößenverteilung einer Modellemulsion

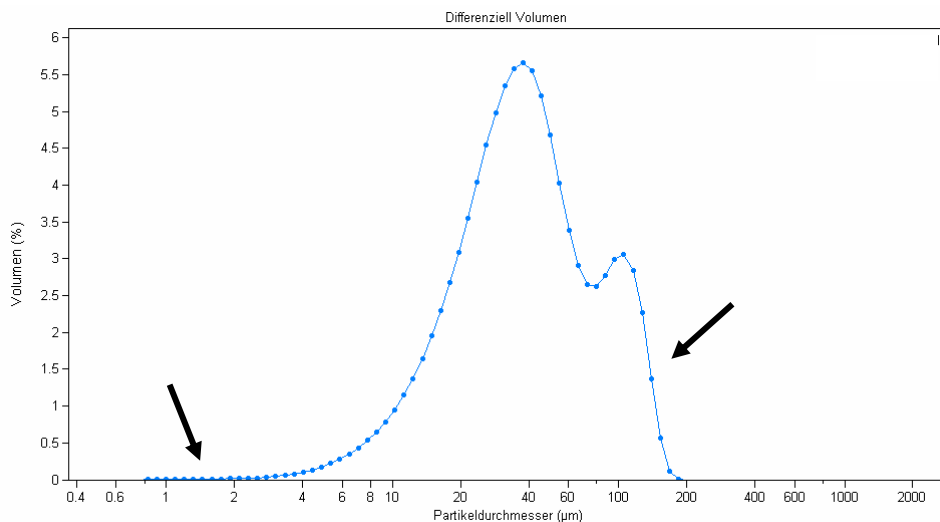


Abb. 11: Volumenbezogene Darstellung der Tropfengrößenverteilung einer Modellemulsion

Es handelt sich bei beiden Abbildungen um die gleiche Emulsion und um die gleiche Messung. Bei der Abbildung 10 wurde die Tropfenverteilung oberflächenbezogen und bei der Abbildung 11 volumenbezogen dargestellt.

4. Material und Methoden

Es wird deutlich, dass der Anteil der größeren Tropfen bei der volumenbezogenen Darstellung wesentlich mehr ins Gewicht fällt. Aus diesem Grunde wird für die Beobachtung und das Aufzeigen von Koaleszenzprozessen immer die volumenbezogene Darstellung gewählt. Für Aussagen, wie gut die Emulgierkapazität eines Präparats ist, d.h. wie gut das Vermögen eines Emulgators ist, kleine Tropfen zu bilden, eignet sich die Darstellung des oberflächenbezogenen Tropfendurchmessers, da bei dieser Betrachtungsweise die kleineren Tropfen mehr ins Gewicht fallen.

Es hat sich aus diesem Grunde bei der Beurteilung von Emulsionen „bewährt“, beim Vergleich von Messwerten den oberflächenbezogenen mittleren Tropfendurchmesser ($d_{3,2}$) heranzuziehen. Für die bildliche Darstellung von Tropfenverteilungen und die Beschreibung von Koaleszenzprozessen ist der mittlere volumenbezogene Tropfendurchmesser ($d_{4,3}$) zu wählen, da in dieser Darstellung die Koaleszenzen besser erkannt werden.

Die Koaleszenzprozesse können während der Lagerung z.B. von 1 Stunde, 24 Stunden und 7 Tagen durch das „Übereinanderlegen“ der bildlichen Darstellung der volumenbezogenen Tropfenverteilung verfolgt werden.

In Abbildung 12 ist ein Beispiel für die Verteilungskurve einer W/O-Emulsion mit dem Lecithinpräparat G als Emulgator für den volumenbezogenen Durchmesser $d_{4,3}$ am 1. Tag und am 7. Tag dargestellt.

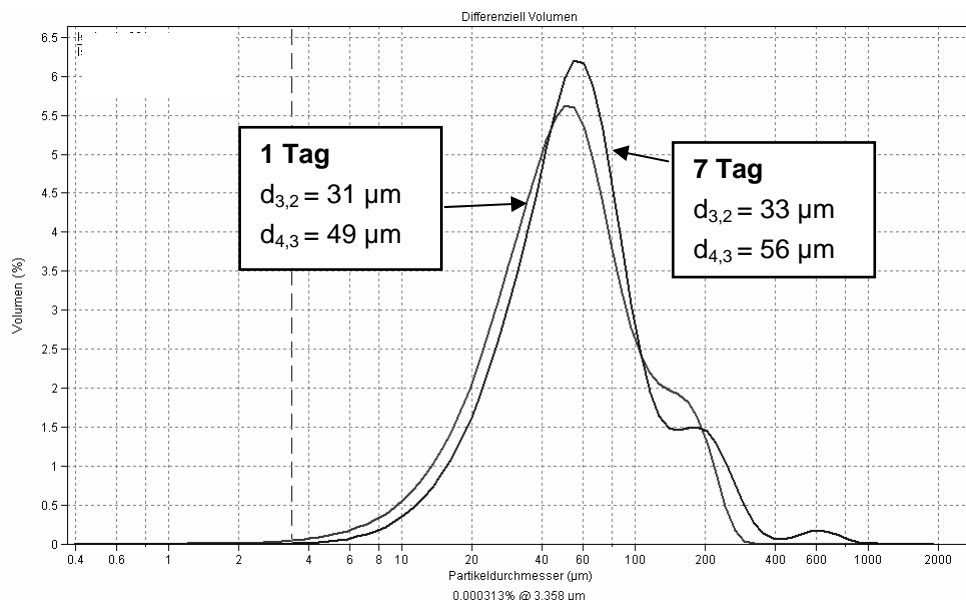


Abb. 12: Verteilungskurve des volumenbezogenen Durchmessers ($d_{4,3}$) einer Emulsion 1 Tag und 7 Tage nach der Herstellung

Es wird deutlich, dass durch die Lagerung von 7 Tagen einige Tropfen koalesziert sind. Dieses äußert sich in der Verschiebung der gesamten Tropfengrößenverteilung nach rechts in Folge der Vergrößerungen des Tropfendurchmessers.

4.6.3.4 Charakterisierungen des rheologischen Verhaltens

Während sich durch die Veränderungen der Tropfengrößenverteilung Rückschlüsse über Koaleszenzerscheinungen, d.h. irreversible „Zersetzung“ der Emulsionen ziehen lassen, geben die rheologischen Eigenschaften Aussagen über Agglomerationen und Tropfenzusammenziehung.

Das Fließverhalten und die Viskosität bilden, neben der Tropfenverteilung, die wesentlich zur Produktbeschaffenheit beiträgt, eine wichtige Kenngröße bei der Herstellung von Produkten, z.B. ist die Emulsion mit der Konsistenz zu einem bestimmten Zeitpunkt für eine Herstellung, Abfüllung geeignet? Auch für die Anwendungstechnik sind rheologische Untersuchungen von Bedeutung. Hier steht vor allem die Frage im Vordergrund, wie die rheologischen Eigenschaften eines Produktes gestaltet werden müssen, um diese für den gewünschten Anwendungsfall optimieren und ein entsprechend „maßgeschneidertes“ Fließverhalten einstellen zu können (HOGEKAMP 2000).

Für die Bestimmung der Fließgrenze sowie der Emulsionsviskosität wurde das computer-gesteuerte Rheometer Bohlin DSR-F (Bohlin Instruments GmbH, Pforzheim) mit Platte/Kegel-Messgeometrie verwendet. Als Steuer- und Auswertungsprogramm diente die Bohlin-Software V05.40.

Als Messparameter wurde eine lineare Schubspannungsaufwärtsrampe von 0,6 Pa bis 150 Pa mit 450 Messpunkten definiert. Die Schubspannung τ [Pa] wurde dabei kontinuierlich innerhalb von 1,5 Minuten erhöht. Gemessen wurden Deformation γ [rad] und die momentane Viskosität η [Pas] in Abhängigkeit von der Schubspannung. Die Auswertung der Schubspannungsrampe erfolgte über die von der Software erstellte Graphik der Deformation und der momentanen Viskosität in Abhängigkeit von der Schubspannung. Bei doppellogarithmischer Darstellung ist die Fließgrenze der Punkt, an dem die Deformation überproportional ansteigt (KUTSCHMANN 1998, PETRI 1996). Die momentane Viskosität wurde bei einer Schubspannung von 150 Pa der erstellten Messwerttabelle entnommen.

Über den Vergleich des Fließverhaltens in Abhängigkeit von der Lagerzeit können Rückschlüsse auf Veränderung der Emulsionsstruktur gezogen werden, da die Tropfengrößenverteilung konzentrierter Emulsionen Einfluss auf ihre Fließeigenschaft hat. Je kleiner die Emulsionstropfen sind und je näher sie einer monodispersen Verteilung kommen, desto höher ist die Emulsionsviskosität. Dementsprechend führt die Koaleszenz zu einem Viskositätsabfall. Agglomerate bewirken im Gegensatz dazu einen Anstieg der Emulsionsviskosität (SHERMAN 1983). Die Fließgrenze steigt dabei mit der Anziehungskraft zwischen den einzelnen Tropfen an. Gesenkt wird die Fließgrenze genau wie die Viskosität durch die Koaleszenz der Emulsionstropfen (PAL 1996).

4.7 STANDARDKASTENBACKVERSUCH FÜR WEIßBROT

4.7.1 Prinzip des Standardbackversuchs

Für die Prüfung des Rapslecithins als Backverbesserer und um den Einfluss der PL, der GL, der PC-an und PC-ab Lecithine auf das Backverhalten in Weißbrot zu charakterisieren, wurde die „Standardmethode für Getreide, Mehl und Brot“ (ICC-Standard Nr.131) verwendet.

Diese Standardkastenmethode für Weizenbrot ist dadurch gekennzeichnet, dass mit einem Basis-Rezept mit und ohne Zusatzstoffe gearbeitet wird. Durch den Vergleich der beiden Ansätze können die backtechnischen Wirkungen von Zusatzstoffen, wie Lecithin, erkannt werden.

Die verwendete Basisrezeptur bzw. die Durchführungsparameter wie u.a. Knetzeit, Gärzeit und -temperatur sind im Anhang 11.8 in den Backprotokollen festgehalten.

4.7.2 Parameter der Auswertung

Die Auswertung erfolgt nach denen in der „Methode für Getreide, Mehl und Brot“ (ICC-Standard Nr.131) vorgeschriebenen wertgebenden Qualitäts-Parametern u.a. anhand der Volumenausbeute, Porenbild und Krumenbeschaffenheit des Brots. Die Bedeutung und Beschreibung der wichtigsten Qualitätsparameter werden im Ergebnisteil Kapitel 8 anhand der durchgeführten Backversuche erläutert.

5. Ergebnisse und Diskussion der Methodenentwicklung zur Charakterisierung der Inhaltsstoffe von Rapssaaten

5.1 VORVERSUCHE MIT KOMMERZIELLEM RAPSLECITHIN

In einem Teil dieser Arbeit sollte die natürliche Variabilität der Inhaltsstoffe der verschiedenen Rapssaaten, im Schwerpunkt jedoch der Polarlipide, wie Gehalte und Zusammensetzung, untersucht werden. Es wurden daher im Vorfeld für die Bereitstellung eines geeigneten Methodeninstrumentariums Voruntersuchungen mit kommerziellem Rapslecithin durchgeführt. Besonders interessant erschien dabei die bestehende Methode von LANGE und FIEBIG 1999. Sie beschreiben eine Methode zur Charakterisierung von Polarlipiden mittels HPTLC auf Kieselgel 60. Diese bestehende Methode ist nach LANGE und FIEBIG 1999 geeignet, Aufschluss über die Zusammensetzung der Lecithine zu geben und eine Charakterisierung von Polarlipidklassen vorzunehmen sowie die Anwesenheit von Begleitstoffen zu beurteilen. Sie ermöglicht aufgrund der Trennleistung keine Quantifizierung der individuellen Polarlipide, jedoch eine Identifizierung.

Es wurde angedacht, diese Methode für eine Quantifizierung der Polarlipide zu erschließen. Dieses sollte erreicht werden, indem zum einen die von LANGE und FIEBIG 1999 verwendete stationäre Phase Kieselgel 60 durch die Lichrospher[®] Si 60 F₂₅₄ HPTLC-Platte ersetzt wird, da diese aufgrund des sphärischen Materials eine bessere Trennleistung zeigt und zum anderen durch die Modifikation der mobilen Phase.

In der nachfolgend beschriebenen Untersuchung wurde die von LANGE und FIEBIG 1999 beschriebene Methode umgesetzt und die stationäre Phase ausgetauscht.

Abbildung 13 zeigt den Scan ($\lambda = 720 \text{ nm}$) der Phospholipidauftrennung von acetontöltem Rapslecithin auf einer Lichrospher[®] Si 60 F₂₅₄ HPTLC-Platte. Als mobile Phase wurde das von LANGE und FIEBIG 1999 beschriebene Laufmittel Chloroform / Methanol / Wasser (65 / 25 / 4; v / v / v) verwendet und die HPTLC-Platte postchromatisch mit Molybdätdiphosphorsäure derivatisiert.

Auch mit der Verwendung sphärischen Materials als stationäre Phase reichte die Trennung für eine Quantifizierung nicht aus, da individuelle Phospholipide wie Phosphatidylcholin (PC) und Phosphatidylinosit (PI) nicht ausreichend voneinander getrennt wurden. Weiterhin überlagerten sich die Peaks der Glycolipide, wie die der Sterylglycoside (SG), Cerebroside (Cer) sowie der veresterten Sterylglycoside (ESG) und freien Fettsäuren (FFA).

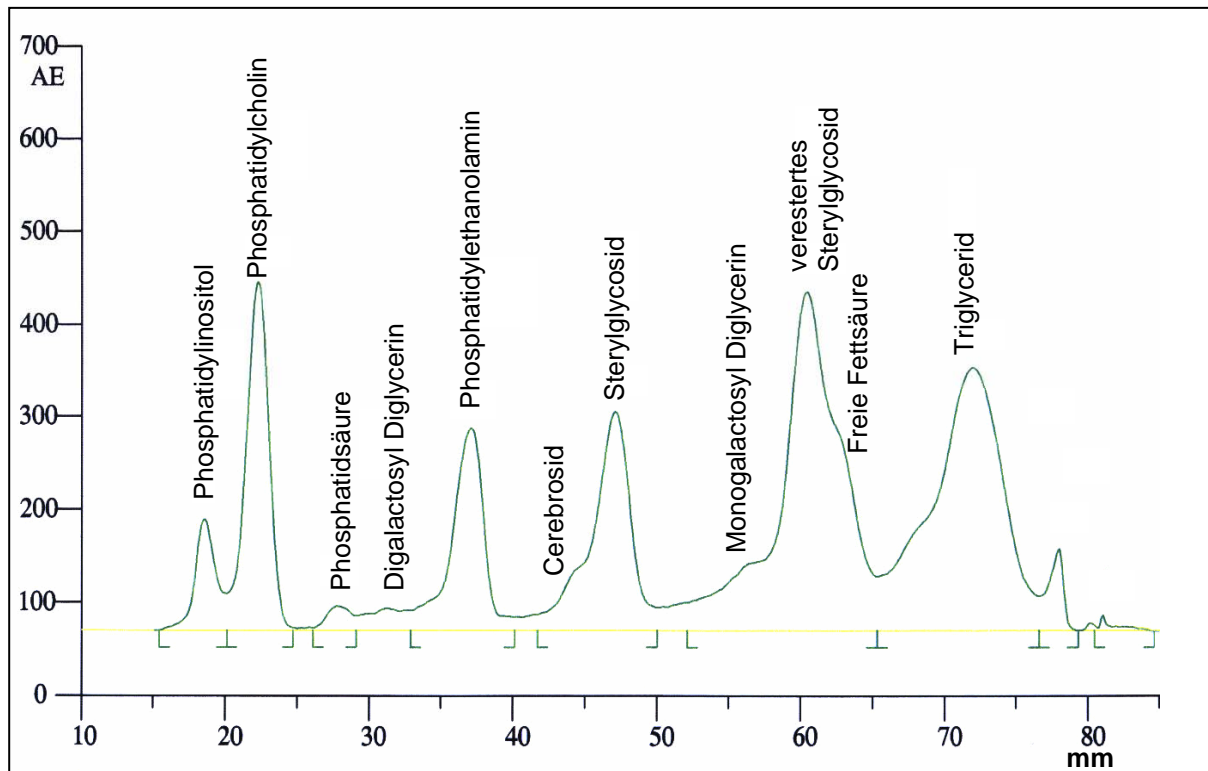


Abb. 13: Chromatogramm des Scans ($\lambda = 720 \text{ nm}$) einer Bahn der Phospholipidauftrennung mittels HPTLC

Die Veränderung der Verhältnisse der mobilen Phase Chloroform / Methanol / Wasser und das in der Literatur beschriebene Laufmittel Chloroform / Methanol / Eisessig / Wasser (siehe Kapitel 2.3.2) führte auch zu keiner ausreichenden Trennung der Phospholipide bzw. Glycolipide. Da die chemischen Eigenschaften dieser Polarlipidkomponenten sehr ähnlich sind, wurde der analytische Ansatz die Phospho- und Glycolipide nebeneinander zu bestimmen, nicht weiter verfolgt.

Es war daher notwendig, vor der Quantifizierung mittels HPTLC, eine Trennung der Polarlipide in die Phospho- und Glycolipide durch eine geeignete Probenaufarbeitung vorzunehmen.

5.2 AUFARBEITUNGSSCHEMA ZUR GEWINNUNG DER INHALTSSTOFFE AUS DER RAPSSAAT

Das entwickelte Aufarbeitungsschema für die Gewinnung der Inhaltsstoffe bzw. Stoffklassen aus der Saat ist in Abbildung 14 dargestellt.

Es gliedert sich in zwei Teile: die Gewinnung der lipophilen und der hydrophilen Substanzen.

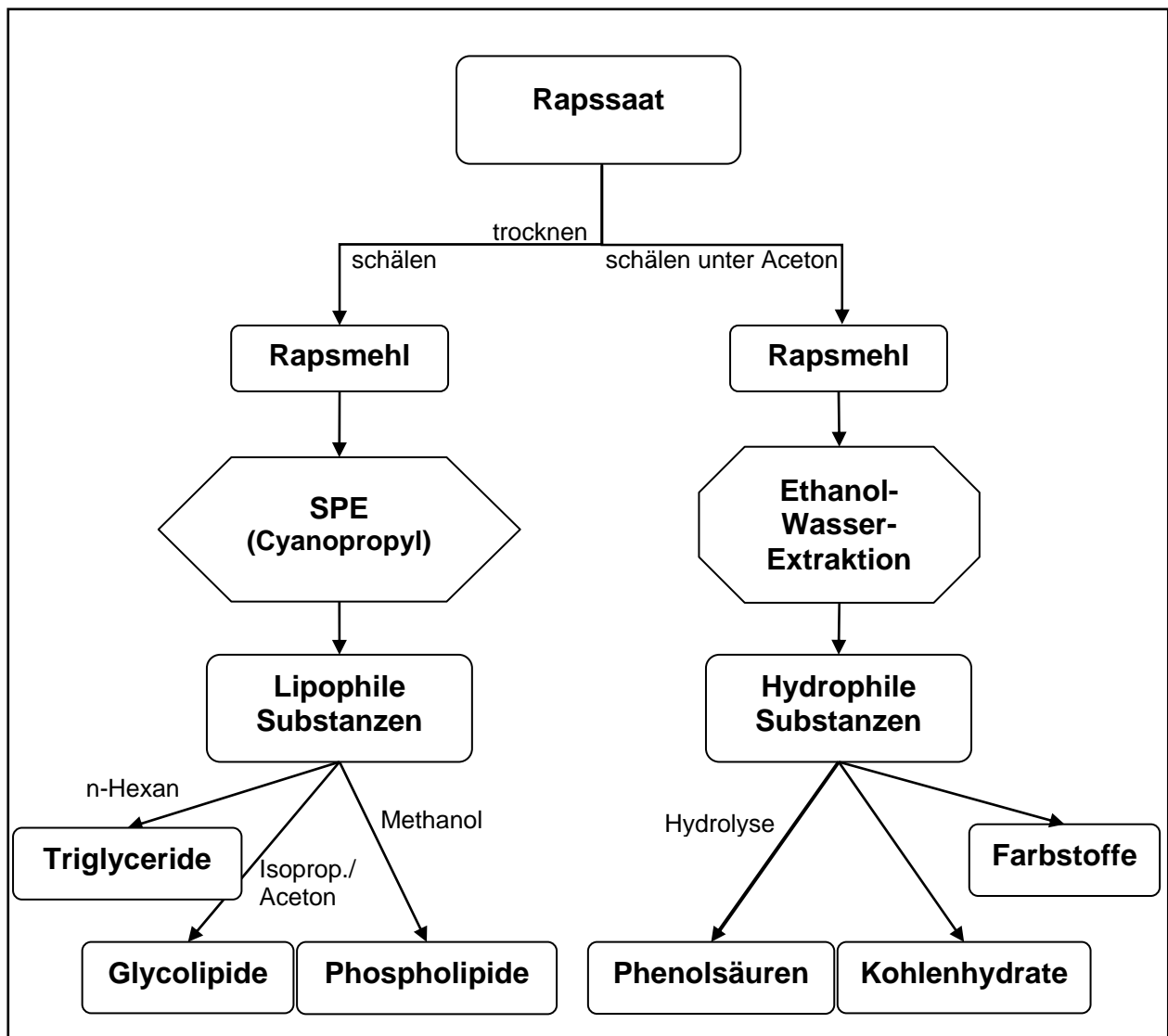


Abb. 14: Aufarbeitungsschema zur Gewinnung der Rapsinhaltsstoffe aus der Saat

5.2.1 Extraktion bzw. Fraktionierung der lipophilen Substanzen

Für die Analyse der lipophilen Substanzen wurden 100 mg Saat manuell geschält und das Kotyledonenmehl einer Extraktion bzw. Fraktionierung unterworfen.

Die Extraktion bzw. Fraktionierung der Lipide erfolgte über SPE-Säulen (CN-U-Cyanopropyl) mit den Lösungsmitteln Hexan, Isopropanol / Aceton und Methanol, die in der genannten Reihenfolge angewendet, die Elution der Triglyceride, Glycolipide und Phospholipide ermöglichte (Durchführung siehe Anhang 11.2.1). Die Lösungsmitteluolate können und wurden im Folgenden hinsichtlich der Gehalte an Triglyceriden, Glyco- und Phospholipiden, sowie der Fettsäuremuster analysiert.

Um zu kontrollieren, ob die Triglyceride, Glyco- und Phospholipide selektiv durch die Festphasenextraktion voneinander getrennt wurden, erfolgte eine Untersuchung der Eluate durch die von LANGE und FIEBIG 1999 beschriebene Methode, jedoch unter Verwendung einer Lichrospher® Si 60 F₂₅₄ HPTLC-Platte als stationärer Phase (siehe Kapitel 5.1.).

Diese sogenannte „Kontrollplatte“ mit den Eluaten der Festphasenextraktion, zeigt Abbildung 15 (mobile Phase: Chloroform / Methanol / Wasser (65 / 25 / 4; v / v / v), postchromatographisch derivatisiert mit Molybdatophosphorsäure).

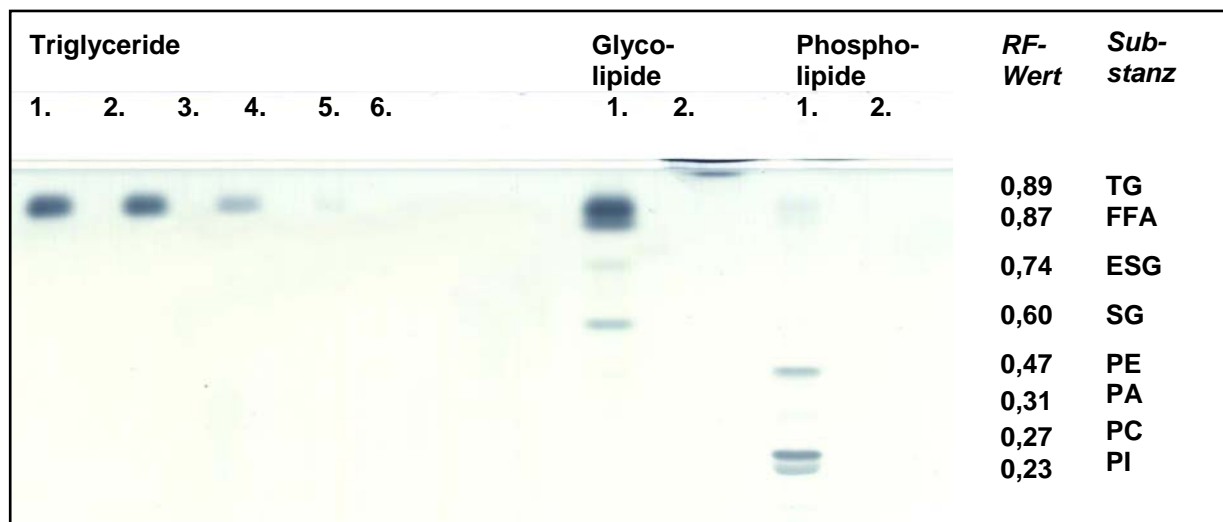


Abb. 15: HPTLC-Platte mit den aufgetrennten lipophilen Eluaten nach der Extraktion bzw. Fraktionierung mittels SPE

5.2.2 Ethanolische Extraktion der hydrophilen Substanzen

Für die Analyse der hydrophilen Substanzen (siehe Abbildung 14) wurden 100 mg Saat manuell geschält und vermahlen.

Da auch die Phenolsäuren - im Schwerpunkt Sinapin - quantifiziert werden sollten, wurde sowohl die Schälung als auch die Vermahlung unter Aceton vorgenommen, um oxidative Reaktionen zu verhindern.

Das erhaltene Mehl wurde unter Stickstoff zur Trockene gebracht. Anschließend wurden die hydrophilen Substanzen mit einer Ethanol-Wasser Extraktion isoliert (siehe Anhang 11.3.1).

Der Extrakt wurde hinsichtlich der Kohlenhydrat- und Farbstoffgehalte analysiert. Da die Phenolsäuren, als Hauptkomponente Sinapin, nicht quantitativ als freie Säure vorliegen, sondern hauptsächlich in veresterter Form, wurde vor der Quantifizierung nach KOZLOWSKA et al. 1983 eine Hydrolyse vorgenommen.

5.3 CHARAKTERISIERUNG DER LIPOPHILEN SUBSTANZEN

5.3.1 Bestimmung des Triglyceridgehalts und Charakterisierung des Fettsäuremusters

Der Triglyceridgehalt wurde gravimetrisch aus den Hexan-Eluaten bestimmt (siehe Anhang 11.2.4).

Die Analyse der Fettsäuremuster erfolgte als Fettsäuremethylester (FSME). Zur Umesterung wurde die DGF-Methode mit methanolischem Triborfluorid verwendet und als organisches Lösungsmittel Hexan eingesetzt.

In der DGF-Methode wurden für die Umesterung ca. 100 mg Triglyceride verwendet. Diese Mengen konnten jedoch nicht eingesetzt werden, da die für die Fraktionierung eingesetzten 100 mg Kotelydonenmehl nur maximal 50 mg Triglyceride enthielten.

Die DGF-Methode wurde daher dahingehend in den verwendeten Volumen der Veresterungsreagenzien so modifiziert, dass 0,5-5 mg Triglyceride für die Umesterung und die anschließende GC-Analyse ausreichend waren (siehe Anhang 11.2.5).

Ein Chromatogramm der gaschromatographischen Trennung ist im Anhang 11.2.5.4 dargestellt.

5.3.2 Bestimmung und Charakterisierung der Glycolipide

Für die Bestimmung und Charakterisierung der Glycolipide wurde das Glycolipid-Eluat aus Kapitel 5.2.1 verwendet. Um eine Trennung der Glycolipide und damit Quantifizierung mittels HPTLC zu erreichen, wurde das Laufmittel der Methode nach

5. Bereitstellung des analytischen Instrumentariums

LANGE und FIEBIG 1999 optimiert. Eine Mischung aus Aceton / Chloroform / Wasser (60 / 30 / 4, v / v / v) ergab die besten Resultate. Als stationäre Phase wurde eine Lichrospher® Si 60 F₂₅₄ HPTLC-Platte verwendet.

In Abbildung 16 ist das Chromatogramm des Scans ($\lambda = 720 \text{ nm}$) einer Bahn der HPTLC-Platte der Glycolipidauftrennung mit dem entwickelten Laufmittel Aceton / Chloroform / Wasser (60 / 30 / 4, v / v / v) dargestellt. Die HPTLC-Platte wurde postchromatisch mit Molybdätophosphorsäure derivatisiert (siehe Anhang 11.2.6). Auf dem dargestellten Scan der Bahn der HPTLC-Platte liegen die Glycolipide in folgenden Konzentrationen vor: Digalactosyl Diglycerin 0,3 μg , Cerebrosid 0,1 μg , Sterylglycoside 0,4 μg , Monodigalactosyl Diglycerin < 0,1 μg und veresterte Sterylglycoside 0,1 μg .

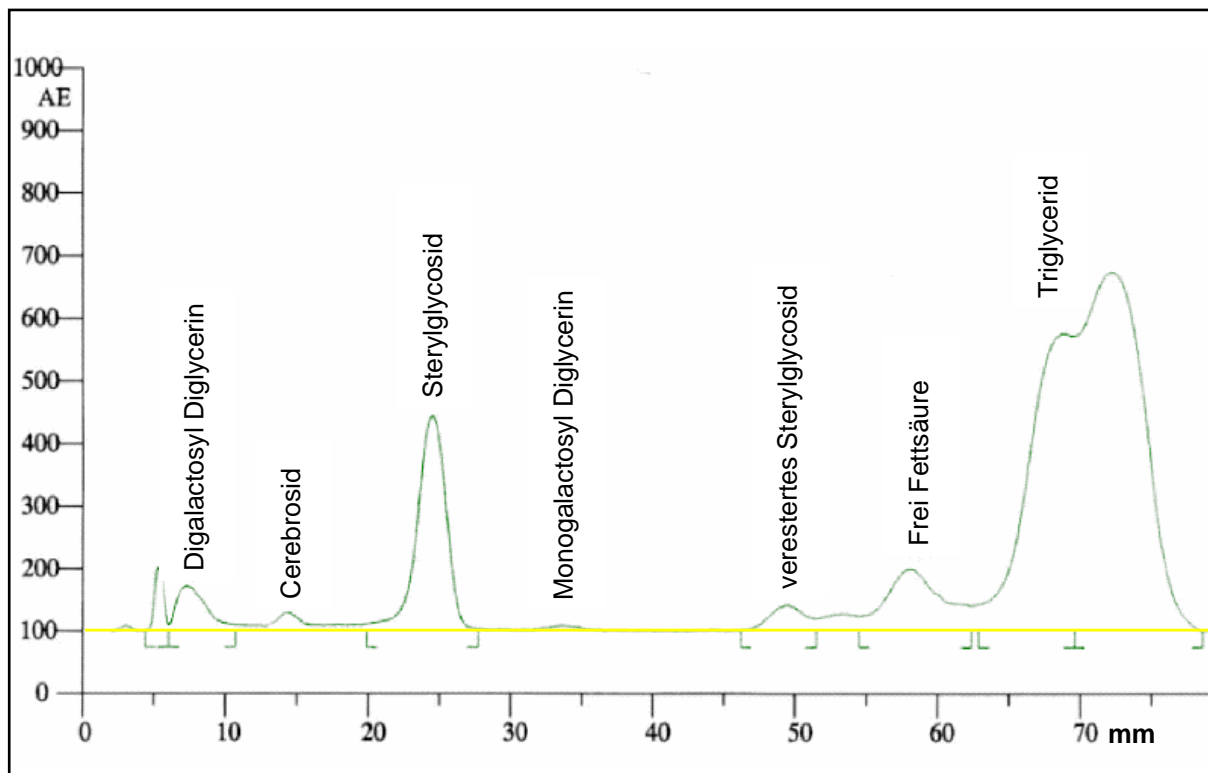


Abb. 16: Chromatogramm des Scans ($\lambda = 720 \text{ nm}$) einer Bahn der Glycolipidauftrennung mittels HPTLC

Die zu analysierenden Glycolipide wurden gleichmäßig über die gesamte Laufstrecke aufgetrennt, womit eine Trennung der individuellen Verbindungen erzielt wurde. Für die Quantifizierung wurde eine Standardreihe im Konzentrationsbereich der individuellen Verbindungen von 0,1 μg bis 2 μg / Auftrag verwendet (siehe Anhang 11.2.6.4).

5.3.3 Bestimmung und Charakterisierung der Phospholipide

Für die Bestimmung und Charakterisierung der Phospholipide wurde das Phospholipid-Eluat aus Kapitel 5.2.1 verwendet.

Um ebenfalls eine Trennung der Phospholipide zu erreichen und damit eine Quantifizierung mittels HPTLC zu ermöglichen, wurde wiederum das Laufmittel der Methode nach LANGE und FIEBIG 1999 zugrunde gelegt und optimiert. Eine Mischung aus Chloroform / Methanol / Aceton / Wasser (90 / 75 / 15 / 5, v / v / v / v) ergab die besten Resultate. Als stationäre Phase wurde eine Lichrospher[®] Si 60 F₂₅₄ HPTLC-Platte verwendet.

Abbildung 17 zeigt das Chromatogramm des Scans ($\lambda = 720 \text{ nm}$) einer Bahn der HPTLC-Platte der Phospholipidauftrennung mit dem Laufmittel Chloroform / Methanol / Aceton / Wasser (90 / 75 / 15 / 5, v / v / v / v). Auch hier wurde postchromatisch mit Molybdätophosphorsäure derivatisiert (siehe Anhang 11.2.7). Auf dem dargestellten Scan der Bahn der HPTLC-Platte liegen die Phospholipide in folgenden Konzentrationen vor: Lysophosphatidylcholin 0,2 μg , Phosphatidylcholin 2,3 μg , Phosphatidylinosit 1,5 μg , Phosphatidylethanolamin 1,2 μg und Phosphatidsäure 0,3 μg .

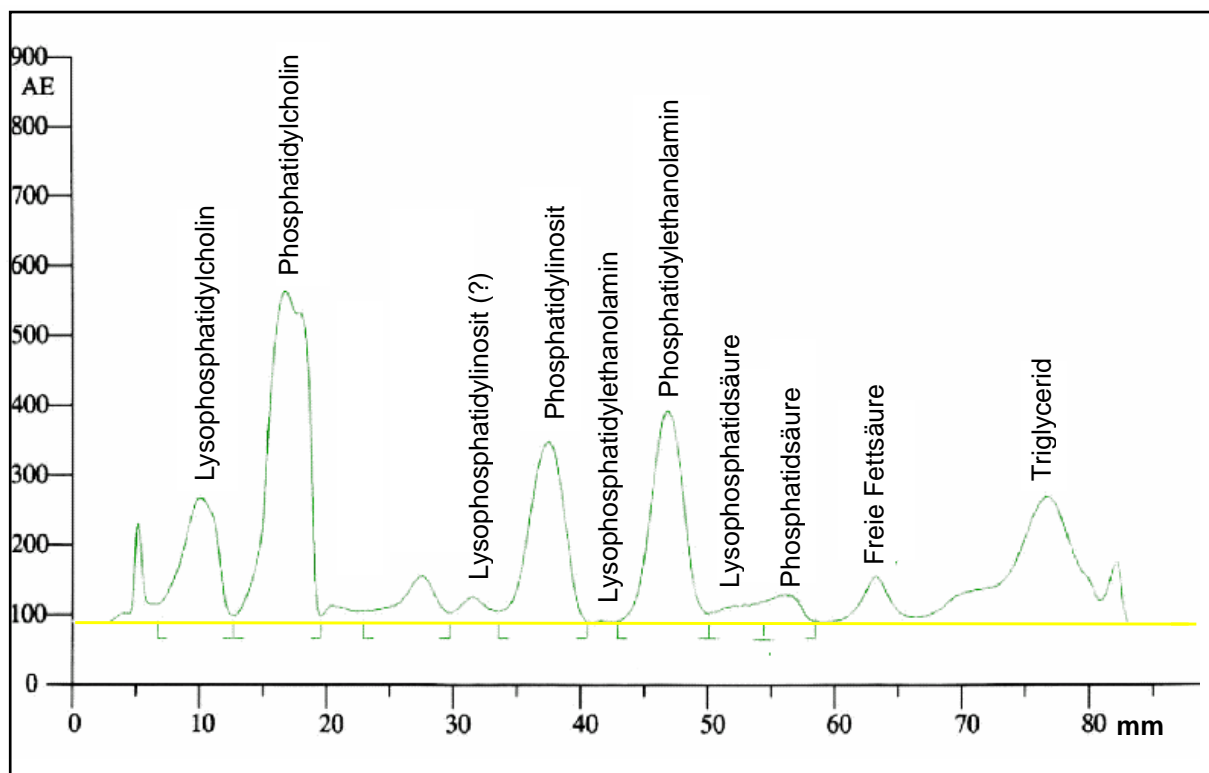


Abb. 17: Chromatogramm des Scans ($\lambda = 720 \text{ nm}$) einer Bahn der Phospholipidauftrennung mittels HPTLC

5. Bereitstellung des analytischen Instrumentariums

Die zu analysierenden Phospholipide wurden gleichmäßig über die gesamte Laufstrecke aufgetrennt, womit eine Separation der individuellen Verbindungen erzielt wurde.

Für die Quantifizierung wurde eine Standardreihe eines Lecithinstandards (Raps) verwendet. Der Lecithinstandard wurde extern über die P^{31} NMR-Methode kalibriert. Als interner Standard wurde ein Rapslecithin verwendet, deren Einzelphospholipidgehalte ebenfalls über die P^{31} NMR-Methode bestimmt wurden.

Abbildung 18 zeigt eine entwickelte und mit Molybdätdiäthylphosphorsäure postchromatisch derivatisierte HPTLC-Platte. Fünf Standards des entölten Rapslecithins im Konzentrationsbereich von 2,2 μg bis 11 μg / Auftrag und die Proben wurden jeweils zweifach aufgetragen. Von dem internen Standard wurde eine Dreifach-Bestimmung durchgeführt (siehe Anhang 11.2.7.4).

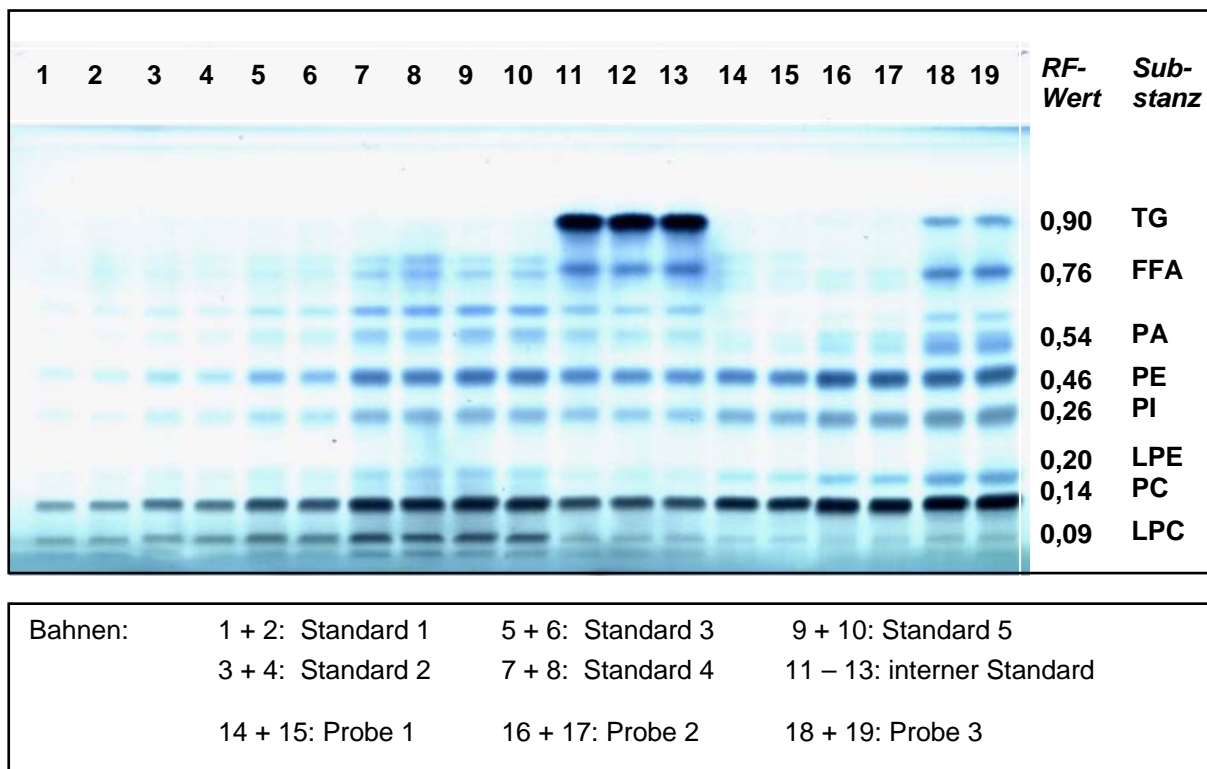


Abb. 18: HPTLC-Platte der Quantifizierung der Phospholipide

5.3.4 Charakterisierung der Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide

Für die Analyse der Fettsäurezusammensetzung wurde das Eluat der Phospholipide verwendet (siehe Abbildung 14). Die Durchführung der Umesterung erfolgte analog zu den Triglyceriden (siehe Triglyceride und Fettsäurezusammensetzung), da diese nach der Modifizierung der Methode auch für sehr geringe Mengen an lipophilen Substanzen geeignet war (siehe Anhang 11.2.8).

5.3.5 Bestimmung und Charakterisierung der Sterole

Für die Analyse der Sterole wurden 100 mg der Saat manuell geschält und das Kotyledonenmehl einer Extraktion mit Chloroform / Methanol unterworfen (siehe Anhang 11.2.9).

Die Bestimmung der Summe der Sterole erfolgte als β -Sitosterol mittels HPTLC bei einem RF-Wert von 0,29. Als Laufmittel wurde, das für die Sterole neu entwickelte Gemisch, Petrolether / Diethylether / Eisessig (49 / 50 / 1, v / v / v) verwendet. Die Detektion erfolgte, wie bei allen lipophilen Substanzen, postchromatisch mit Molybdatphosphorsäure (siehe Anhang 11.2.9.3).

Für die Quantifizierung wurde eine Standardreihe in einem Konzentrationsbereich des β -Sitosterols von 0,05 μg bis 2,5 μg / Auftrag verwendet (siehe Anhang 11.2.9.5).

5.4 CHARAKTERISIERUNG DER HYDROPHILEN SUBSTANZEN

5.4.1 Bestimmung und Charakterisierung der Phenolsäuren

Für die Bestimmung und Charakterisierung der Phenolsäuren wurde der hydrolysierte Extrakt aus Kapitel 5.2.2 verwendet. Für die Quantifizierung der Phenolsäuren wurde in der Literatur keine Methode, die zu einer hinreichenden Trennung mittels TLC und HPTLC führt, beschrieben. Es wurde daraufhin ein Laufmittel für die HPTLC entwickelt, mit dem die Sinapinsäure von den anderen Phenolsäuren getrennt werden konnte.

Abbildung 19 zeigt das Chromatogramm des Scans ($\lambda = 720 \text{ nm}$) einer Bahn der Phenolsäureauftrennung mit dem entwickelten Laufmittel Chloroform / Methanol / Wasser (65 / 25 / 4, v / v / v). Die Lichrospher[®] Si 60 F₂₅₄ HPTLC-Platte wurde postchromatisch mit Molybdatphosphorsäure derivatisiert (siehe Anhang 11.3.2.2.2).

Auf dem dargestellten Scan der Bahn der HPTLC-Platte liegt die Sinapinsäure in einer Konzentration von 2 µg vor.

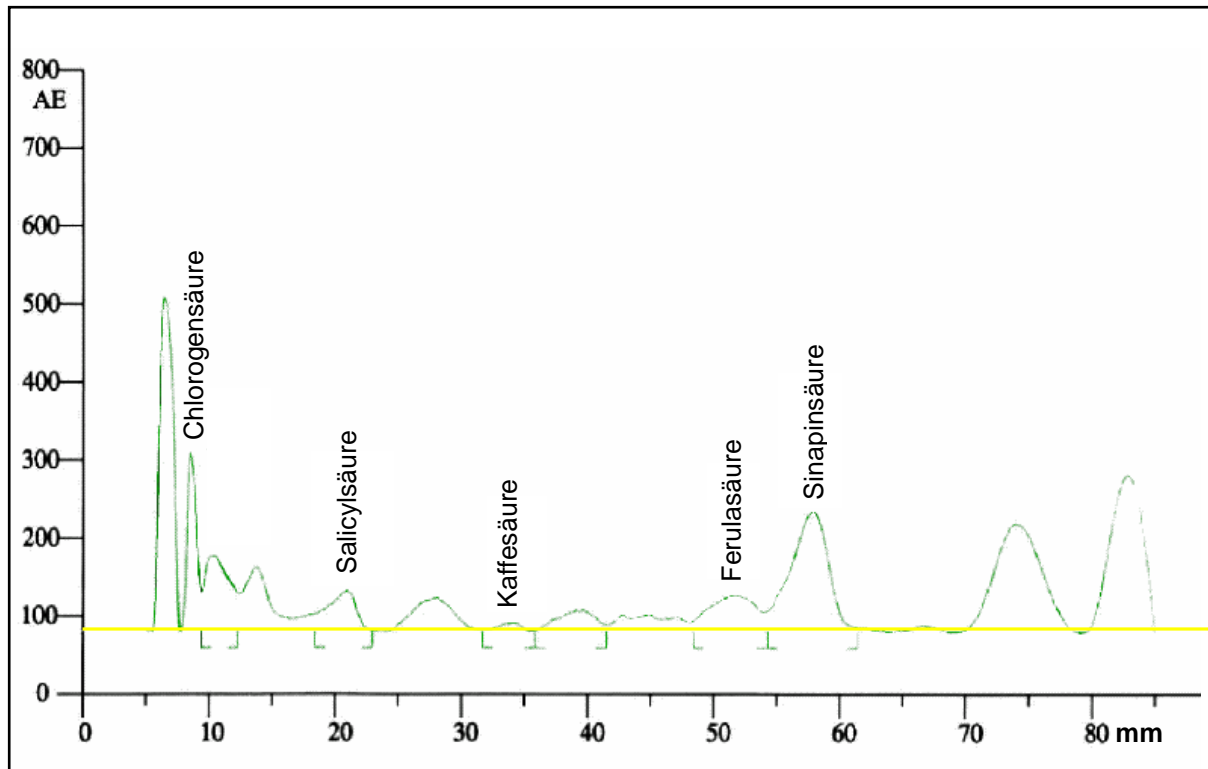


Abb.19: Chromatogramm des Scans ($\lambda = 720 \text{ nm}$) einer Bahn der Phenolsäureauftrennung aus dem Raps mittels HPTLC

Es wurde für die Identifizierung und Quantifizierung der Phenolsäuren im Raps ein Standard im Konzentrationsbereich 0,3 µg bis 4 µg / Auftrag mit den individuellen Verbindungen Sinapinsäure, Chlorogensäure, Salicylsäure, Kaffeesäure und Ferulasäure verwendet.

In Übereinstimmung mit der Literatur konnte gezeigt werden, dass Sinapinsäure die Hauptkomponente der Phenolsäuren im Raps darstellt. Weitere Phenolsäuren bzw. Isomere sind: Chlorogensäure, Salicylsäure, Kaffeesäure und Ferulasäure (KOZLOWSKA et al. 1983). In dieser Arbeit wurde die Sinapinsäure als Schlüsselsubstanz gewählt (siehe Anhang 11.3.2.2.4).

5.4.2 Bestimmung und Charakterisierung der Kohlenhydrate

Für die Bestimmung der Kohlenhydrate wurde der ethanolisch-wässrige Extrakt aus Kapitel 5.2.2. eingesetzt. Für die Durchführung wurde die Methode von CAMAG A-25.2 gewählt und umgesetzt.

Abbildung 20 zeigt das Chromatogramm des Scans ($\lambda = 400 \text{ nm}$) einer Bahn der Kohlenhydratauftrennung mit dem Laufmittel Ethylacetat / Methanol / Eisessig / Wasser (60 / 15 / 15 / 10, v / v / v / v). Die Lichrospher® Si 60 F₂₅₄ HPTLC-Platte wurde postchromatisch mit Diphenylamin und Anisaldehyd derivatisiert (siehe Anhang 11.3.3.2).

Auf dem dargestellten Scan der Bahn der HPTLC-Platte liegen die Kohlenhydrate in den folgenden Konzentrationen vor: Stachyose 0,8 μg , Raffinose 0,8 μg , Saccharose 2 μg und Glucose 1 μg .

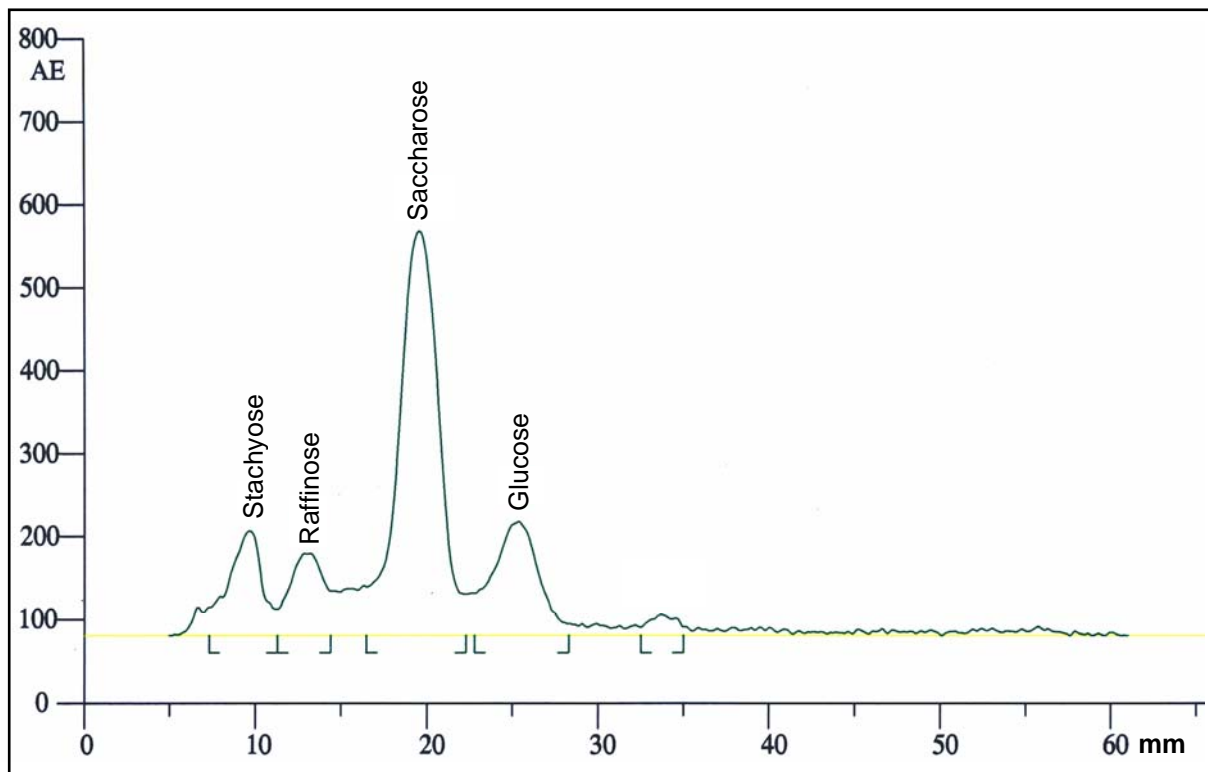


Abb.20: Chromatogramm des Scans einer Bahn der Kohlenhydratauftrennung mittels HPTLC

Für die Quantifizierung wurde eine Standardreihe in dem Konzentrationsbereich der individuellen Verbindungen von 1 μg bis 5 μg / Auftrag verwendet (siehe Anhang 11.3.3.4).

5.4.3 Bestimmung der Farbstoffe

Für die Bestimmung der farbgebenden Substanzen des Rapsmehl wurde der nicht hydolysierte ethanolisch-wässrige Extrakt eingesetzt. In Anlehnung an die Arbeiten von SOSULSKI und DABROWSKI 1984 wurde hierzu das CIE-Lab-Farbsystem verwendet. Als Messgrößen für den Grün- wurden Gelbanteil wurde der $-a^*$ bzw. b^* -Wert herangezogen (siehe Anhang 11.3.4.2).

5. Bereitstellung des analytischen Instrumentariums

Mit dem entwickelten Aufarbeitungsschema und den beschriebenen Verfahren kann die Zusammensetzung der Rapssaat, sowie die Art und Menge der Einzelverbindungen erfasst und beschrieben werden.

Das somit bereitgestellte Methodeninstrumentarium wird im Folgenden auf den Saatenpool zweier Pflanzenzüchter angewendet (siehe Kapitel 4.1) und dessen Variabilität in der Zusammensetzung untersucht (siehe Kapitel 6).

6. Ergebnisse und Diskussion der Untersuchungen der Inhaltsstoffe von Rapssaaten und Beschreibung deren natürlichen Variabilität

Mit den in Kapitel 5 entwickelten Methoden wurden die in Kapitel 4 aufgeführten Saaten untersucht. Es wurden jeweils Doppelbestimmungen durchgeführt. Im Anhang 11.4 sind die Messwerte der Doppelbestimmung aufgeführt. In diesem Kapitel wurden für die Beschreibung der natürlichen Variabilität der Zusammensetzung des Saatenpools die Mittelwerte verwendet.

6.1 GROBZUSAMMENSETZUNG DER KOTYLEDONEN DER RAPSSAATEN

Tabelle 11 gibt einen Überblick über die ermittelte Grobzusammensetzung des Kotyledonenmehls der Rapssorten des Saatenpools. Des Weiteren sind in ihr die Maximal- bzw. Minimalgehalte, die in dem Saatenpool gefunden wurden, aufgeführt. Um die ermittelten Gehalte mit der Literatur vergleichen zu können, wurde zusätzlich ein Mittelwert aus allen 40 Saaten gebildet. Die Analysenwerte der einzelnen Komponenten der Stoffklassen sind im Anhang Kapitel 11.4 dargestellt.

Bedingt durch die Auswahl der Sorten zeigt die Zusammensetzung des Kotyledonenmehls der Saaten eine große Variabilität. Der Proteingehalt variiert innerhalb des Saatenpools von 24,1 % bis 43,5 %, der Kohlenhydratgehalt von 11,7 % bis 17,1 %, der Triglyceridgehalt von 43,4 % bis 54,3 % und der Polarlipidgehalt von 1,4 % bis 4,5 %.

Im Durchschnitt besteht das Kotyledonmehl der untersuchten Saaten aus 34,5 % Protein, 13,6 % Kohlenhydraten, 49,7 % Triglyceriden und 1,4 % Polarlipiden. Diese Gehalte spiegeln die von APPELQVIST und OHLSON 1972, ANJOU et al. 1977, SOLSULSKI et al. 1981 und RAPS-FÖRDERUNGS-FOUND 1986 beschriebenen Zusammensetzung der Rapssaat wieder (siehe Kapitel 2.1.2). Lediglich der Proteingehalt liegt mit 34,5 % im Mittel höher. Dieses könnte jedoch in der Differenzenrechnung begründet liegen.

6. Natürlichen Variabilität der Zusammensetzung des Saatenpools

Tab. 11: Grobzusammensetzung des Kotyledonenmehls der getrockneten Saat des Pools pro 100 mg Kotyledonenmehl

Proben-Nr.	Protein* [mg]	Kohlenhydrate [mg]	Lipide	
			Unpolar [mg]	Polar [mg]
687	32,5	13,5	52,6	1,4
688	35,5	13,9	49,0	1,6
689	35,9	14,8	47,6	1,7
690	40,6	13,2	44,7	1,5
692	33,5	13,4	51,4	1,7
694	33,5	12,5	52,5	1,5
695	33,1	11,8	53,5	1,6
697	32,8	12,3	53,1	1,8
698	32,1	11,9	54,3	1,7
699	35,1	13,8	49,3	1,8
700	38,1	16,5	43,4	2,0
701	35,4	17,1	45,5	2,0
702	32,6	16,0	49,5	1,9
705	36,1	14,9	47,5	1,5
707	37,3	14,4	45,6	2,7
708	35,2	15,4	47,4	2,0
709	34,7	13,0	50,1	2,2
710	35,6	13,4	49,1	1,9
711	34,3	12,6	50,3	2,8
712	35,8	13,9	47,6	2,7
1051	30,5	14,7	50,4	4,4
1052	32,5	12,7	52,3	2,5
1053	33,1	13,7	49,9	3,3
1054	35,9	12,1	49,7	2,3
1055	37,4	12,6	48,0	2,0
1056	32,2	15,6	48,7	3,5
1057	31,5	14,2	49,8	4,5
1058	37,4	12,6	47,5	2,5
1059	36,2	12,3	48,8	2,7
1060	35,7	14,1	47,9	2,3
1061	35,6	12,6	49,8	2,0
1062	37,5	12,2	47,7	2,6
1063	38,3	12,4	47,1	2,2
1064	32,4	12,2	52,7	2,7
1065	31,2	13,0	53,7	2,1
1066	31,4	14,3	52,7	1,6
1067	31,2	14,2	52,9	1,7
1068	33,2	13,1	51,7	2,0
1069	36,1	11,7	50,5	1,7
1070	33,2	13,6	51,1	2,1
Mittelwert	34,5	13,6	49,7	2,2
Minimum	24,1	11,7	43,4	1,4
Maximum	43,5	17,1	54,3	4,5

* Proteingehalt wurde mittels Differenzenrechnung ermittelt

6.2 ZUSAMMENSETZUNG UND VARIABILITÄT DER POLARLIPIDE UND MINORKOMPONENTEN IN RAPSSAATEN

In Tabelle 12 sind die Gehalte der mengenmäßig bestimmenden Phospholipide und Glycolipide der Rapssaaten aufgeführt. Die vollständigen Analysenwerte sind im Anhang Kapitel 11.4 dargestellt.

6. Natürlichen Variabilität der Zusammensetzung des Saatenpools

Tab. 12: Phospho- und Glycolipidgehalte pro 100 mg Kotyledonenmehl des Saatenpools

Proben-Nr.	Total [µg]	PE [µg]	PA [µg]	PI [µg]	PC [µg]	Total [µg]	SG [µg]	DGDG [µg]	Cer [µg]
687	1372	207	25	439	618	121	44	73	≤ 5
688	1626	261	13	504	765	106	45	60	≤ 5
689	1719	254	31	514	815	73	69	< 15	≤ 5
690	1502	268	28	469	682	60	12	48	≤ 5
692	1657	318	11	504	782	52	23	22	≤ 5
694	1507	274	22	436	668	24	24	< 15	≤ 5
695	1609	246	36	484	765	20	20	< 15	≤ 5
697	1784	323	28	538	843	22	22	<15	≤ 5
698	1727	309	23	511	807	14	14	<15	≤ 5
699	1752	248	26	548	847	16	16	< 15	≤ 5
700	2034	329	33	520	1017	38	16	23	≤ 5
701	2005	271	20	544	1007	43	18	25	≤ 5
702	1909	452	10	557	821	42	18	24	≤ 5
705	1536	222	27	257	954	111	54	57	≤ 5
707	2666	604	7	889	1128	83	38	45	≤ 5
708	1985	339	7	545	1045	122	41	58	≤ 5
709	2197	300	24	503	1335	121	38	59	≤ 5
710	1919	267	32	539	1023	119	55	57	≤ 5
711	2773	307	7	729	1682	22	22	< 15	≤ 5
712	2666	358	18	664	1585	41	41	< 15	≤ 5
1051	4454	786	109	1267	2233	83	83	< 15	≤ 5
1052	2491	444	69	776	1039	86	68	18	≤ 5
1053	3271	706	147	835	1545	124	92	31	≤ 5
1054	2287	327	108	799	971	72	49	23	≤ 5
1055	2935	259	46	675	998	45	45	< 15	≤ 5
1056	3524	692	65	959	1738	57	48	< 15	≤ 5
1057	4497	759	131	1392	2170	72	58	14	≤ 5
1058	2513	453	29	944	1061	99	69	23	≤ 5
1059	2665	241	22	1187	1215	105	77	28	≤ 5
1060	2280	376	85	734	1049	123	78	29	≤ 5
1061	1991	288	106	691	891	115	71	34	≤ 5
1062	2643	415	17	1043	1152	66	52	14	≤ 5
1063	2233	585	83	674	853	119	71	21	≤ 5
1064	2716	427	40	692	1439	77	54	16	≤ 5
1065	2106	358	82	750	916	81	63	17	≤ 5
1066	1643	207	25	503	830	92	71	21	≤ 5
1067	1738	197	34	581	893	85	65	20	≤ 5
1068	2017	409	32	633	848	82	56	17	≤ 5
1069	1712	305	7	562	823	78	56	16	≤ 5
1070	2100	235	37	710	1069	84	65	19	≤ 5

6. Natürlichen Variabilität der Zusammensetzung des Saatenpools

Die natürliche Variabilität der Einzelkomponenten und Stoffgruppen des untersuchten Saatenpools sind in Abbildung 21 wiedergegeben. Die gebildeten Mittelwerte aus den Gehalten der 40 Saaten des Pools wurden als Säulendiagramm und die gefundenen maximalen bzw. minimalen Werte als Variationslinie dargestellt. Die Variabilität zwischen den Saaten wurde in % berechnet und als Delta angegeben.

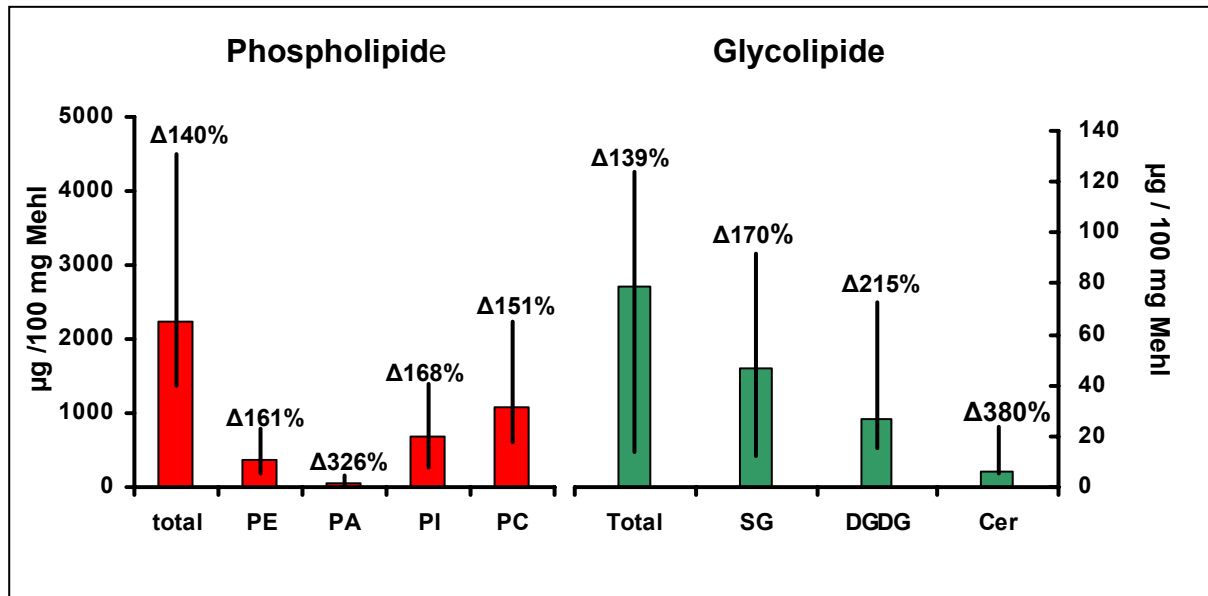


Abb.21: Natürliche Variabilität der Polarlipide des Rapses im Saatenpool

Der durchschnittliche Phospholipidgehalt der Saaten wurde bei 2229 µg gefunden, die Gehalte für PC bei 1073 µg, für PE bei 366 µg, für PI bei 677 µg und für PA bei 43 µg (bezogen auf 100 mg getrocknetes Kotyledonenmehl).

Bei der Betrachtung der Minimal- bzw. Maximalwerte der Stoffgruppen und Einzelkomponenten wird deutlich, dass generell eine sehr große natürliche Variabilität sowohl beim Gesamtpospholipidgehalt als auch bei den individuellen Phospholipiden vorliegt. Für den Gesamtpospholipidgehalt wurde eine Variabilität von 140 % gefunden. Die der Einzelkomponenten PC, PI, PE und PA liegt zwischen 151 % bis 326 %.

Bei den Glycolipidgehalten der Saaten wurde ein durchschnittlicher Gehalt für die DGDG von 27 µg, für SG von 47 µg und für Cer von 5 µg ermittelt (bezogen auf 100 mg getrocknetes Kotyledonenmehl).

Auch hier fällt bei den Einzelwerten auf, dass sich die bei den Phospholipiden bereits festgestellte große Variabilität fortsetzt. Der Gesamtglycolipidgehalt zeigt eine Variabilität von 139 %. Die der Einzelkomponenten DGDG, SG und Cer liegt zwischen 170 % und 380 %.

6. Natürlichen Variabilität der Zusammensetzung des Saatenpools

In Tabelle 13 sind die Gehalte der Minorkomponenten der 40 Saaten des Pools dargestellt. Die vollständigen Analysenwerte sind im Anhang Kapitel 11.4 aufgeführt.

Tab. 13: Minorkomponenten pro 100 mg Kotyledonenmehl

Proben-Nr.	Kohlenhydrate Total [mg]	Sterole [µg]	Sinapinsäure [mg]	Farbstoffe	
				a*Grün [Skt]	b*Gelb [Skt]
687	13,5	258	0,9	-10,7	27,8
688	13,9	364	0,6	-7,7	18,0
689	14,8	229	0,7	-10,6	26,2
690	13,2	227	0,8	-8,3	21,8
692	13,4	240	1,1	-6,9	19,2
694	12,5	235	1,1	-6,4	15,4
695	11,8	120	0,8	-5,8	11,7
697	12,3	184	0,6	-5,0	9,6
698	11,9	248	0,6	-3,2	10,7
699	13,8	133	0,6	-8,3	16,2
700	16,5	112	0,4	-4,9	12,0
701	17,1	100	0,7	-3,2	6,1
702	16,0	100	0,9	-1,2	6,7
705	14,9	61	0,7	-1,2	6,0
707	14,4	68	0,6	-6,8	16,4
708	15,4	75	1,2	-5,7	16,6
709	13,0	83	1,5	-6,1	11,9
710	13,4	61	1,0	-7,0	14,1
711	12,6	125	0,8	-10,8	23,5
712	13,9	132	0,4	-5,8	13,1
1051	14,7	131	0,7	-3,1	16,0
1052	12,7	63	0,5	-6,6	16,3
1053	13,7	58	0,7	-8,7	18,2
1054	12,1	239	0,8	-7,3	15,3
1055	12,6	282	0,5	-5,4	13,1
1056	15,6	163	0,6	-8,5	19,7
1057	14,2	108	0,8	-3,2	11,0
1058	12,6	79	0,6	-7,0	15,6
1059	12,3	153	0,6	-7,6	18,6
1060	14,1	188	0,6	-7,4	18,2
1061	12,6	233	0,6	-3,2	8,9
1062	12,2	147	0,7	-7,1	17,2
1063	12,4	239	0,8	-5,2	14,1
1064	12,2	186	0,8	-5,4	12,8
1065	13,0	149	0,7	-3,3	5,7
1066	14,3	245	0,5	-3,4	6,1
1067	14,2	455	0,7	-3,3	5,3
1068	13,1	165	0,8	-3,4	6,9
1069	11,7	225	0,8	-3,3	5,7
1070	13,6	344	0,9	-2,7	5,4

6. Natürlichen Variabilität der Zusammensetzung des Saatenpools

Die natürliche Variabilität der Minorkomponenten des untersuchten Rapssaatenpools ist in Abbildung 22 wiedergegeben. Die gebildeten Mittelwerte aus den Daten der 40 Saaten des Pools wurden als Säulendiagramm und die maximalen bzw. minimalen Werte als Variationslinie dargestellt. Die Variabilität zwischen den Saaten wurde in % berechnet und als Delta angegeben.

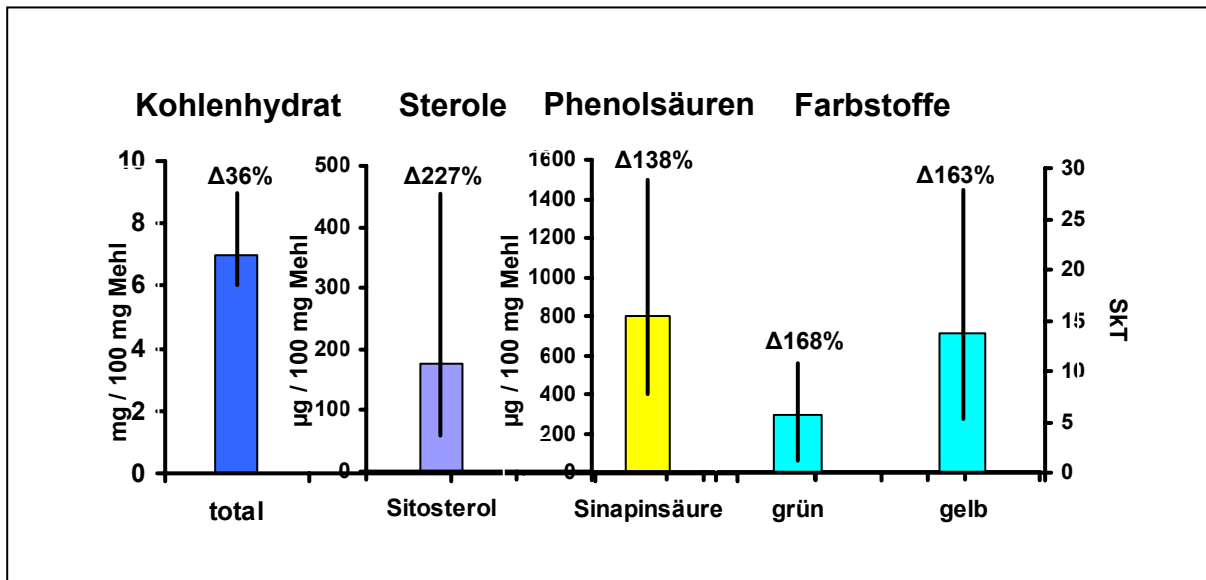


Abb.22: Natürliche Variabilität der Minorkomponenten des Rapses im Saatenpool

Auch bei den Begleitstoffen, wie Phenolsäuren (Hauptkomponente Sinapinsäure), Sterole und Chlorophylle, ist, wie bei den Polarlipiden, eine beträchtliche natürliche Variabilität in dem Saatenpool vorhanden.

Der Gehalt der Sinapinsäure wird zwischen 0,4 bis 1,5 % bestimmt. Für den Chlorophyllanteil in den Saaten, gemessen als Farbwert im CIE-Lab-System, wird ein Grünfaktor von 1,2 bis 10,8 und ein Gelbfaktor von 5,3 bis 27,8 ermittelt.

Für die freien Sterole, die als β -Sitosterol bestimmt wurden, wird der Minimalwert mit 58 μg und Maximalwert mit 455 μg analysiert (bezogen auf 100 mg getrocknetes Kotyledonenmehl).

6.3 STATISTISCHE AUSWERTUNG ZUR GRUPPIERUNG DER RAPSSAATEN NACH GEMEINSAMKEITEN UND UNTERSCHIEDEN IN DER ZUSAMMENSETZUNG

Um innere Zusammenhänge in dem Saatenpool aufzuzeigen und Gruppen von Saaten mit Gemeinsamkeiten bezüglich der Zusammensetzung zu bilden, wurde das aus der Untersuchung auf die natürliche Variabilität (siehe Kapitel 6.2) erhaltene Datenmaterial einer statistische Auswertung in Form einer Clusteranalyse unterworfen (siehe Kapitel 4.3).

Das erstellte Dentogramm der Clusteranalyse ist in Abbildung 23 dargestellt.

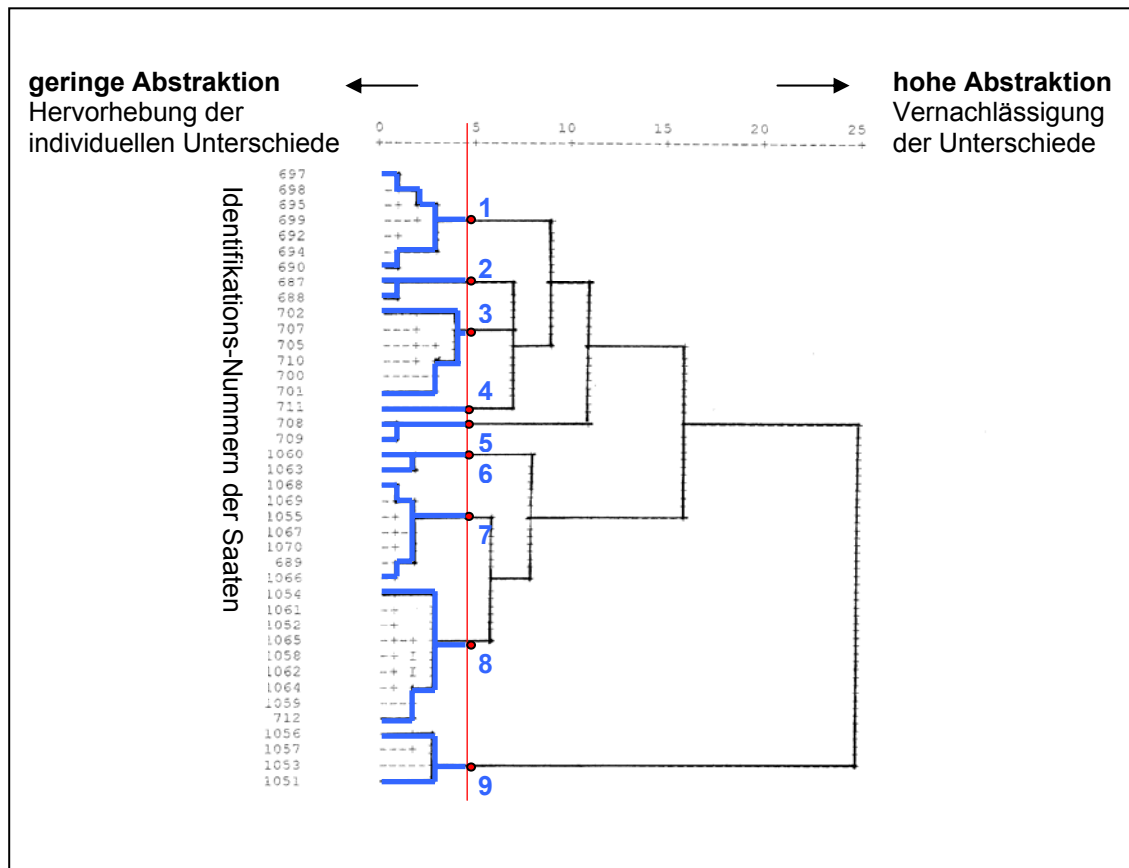


Abb. 23: Dentogramm der Clusteranalyse basierend auf den Ergebnissen der Untersuchung auf die natürliche Variabilität der Zusammensetzung von Rapssaaten

Die Festlegung des Abstraktionsgrades für die Gruppenbildung (Clusterbildung) hängt von der Zielstellung ab und ist frei wählbar. Aus der theoretisch möglichen Vielzahl von Abstraktionsgraden soll hier auf den Grad von 4 (rote Linie) eingegangen werden. Dieser Abstraktionsgrad führt zu einer Einteilung in 9 Clustern (blau markiert), wobei diese eine definierte chemische Zusammensetzung in den Gruppen aufweisen.

1. durchschnittliche Phospho- und Glycolipidgehalte
2. durchschnittliche Phospho- und Glycolipidgehalte
3. erhöhte Glycolipidgehalte (DGDG)
4. erhöhte Glycolipidgehalte (SG)
5. erhöhte Kohlenhydratgehalte
6. erhöhte Glycolipidgehalte (Cer)
7. geringe Sinapinsäuregehalte (Gelbschaligkeit)
8. geringe Sinapinsäuregehalte (schwarze Sorten)
9. deutlich erhöhte Phospholipidgehalte

Durch diese 9 Cluster stehen erstmalig Gruppen bzw. Poole von Saaten mit spezieller Zusammensetzung, wie Sinapinsäure, Kohlenhydraten, Phospho- und Glycolipiden zu Verfügung, wobei bei den Saaten mit niedrigem Sinapinsäuregehalt noch zwischen gelben und schwarzen Sorten unterschieden werden kann. Die Saaten mit einem erhöhten Glycolipidgehalt differenzieren sich in Saaten der individuellen Glycolipide, wie DGDG, SG und Cer. Bei den Phospholipiden wird zwischen Clustern mit durchschnittlichem Gehalt und erhöhtem Gehalt unterschieden.

Basierend auf den Analysenwerten und der statistischen Auswertung können und wurden Saaten mit definierter chemischer Zusammensetzung für Anwendungen ausgewählt.

Für die Gewinnung von Lecithin, Fraktionen und Bereitstellung von Lecithinpräparaten (siehe Kapitel 4.5) für die eigenen Anwendungsversuche (siehe Kapitel 7 und 8) wurden drei Saaten ausgewählt. Zum einen wurde die Saat mit der Nr. 1057 gewählt, da diese Saat in den Cluster Nr. 9 eingeteilt wurde, und damit einen deutlichen erhöhten Phospholipidgehalt besitzt. Zum anderen wurde eine gelbe Rübensorte mit niedrigem Sinapinsäuregehalt aus dem Cluster Nr. 7 ausgewählt. Es wurden dabei ursprünglich die gelben Saaten mit den Nr. 700 oder Nr. 701 favorisiert. Diese Saaten waren aber zu diesem Zeitpunkt von dem Züchter in größeren Mengen, die für die Gewinnung von Präparaten benötigt werden, nicht verfügbar. Es wurde daraufhin auf die adäquate gelbe Rübensorte Nr. 805 zurückgegriffen. Als dritte Saat wurde eine Standardsorte mit der Nr. 688 aus dem Cluster Nr. 1 mit durchschnittlichen Phospho- und Glycolipidgehalten gewählt. Dieser schwarze Raps sollte als Standard und Vergleich in den Untersuchungen dienen.

6.4 MORPHOLOGISCHE INDIZIEN FÜR DIE VARIABILITÄT DER PHOSPHOLIPIDE

Wissenschaftlich interessant war die Frage, ob sich die Unterschiede in den Polarlipidgehalten auch morphologisch im Zellaufbau der Saaten widerspiegeln.

Zur Klärung dieser Fragestellung wurden die Saaten Nr. 688 (Standardraps), Nr. 1057 und 1051 (Sorten mit hohem Phospholipidgehalt, Cluster 9) einer lichtmikroskopischen und transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchung (TEM) unterworfen (Universität Kassel, Fachbereich 18 Naturwissenschaft, Institut für Biologie, Abteilung Zellbiologie).

6. Natürlichen Variabilität der Zusammensetzung des Saatenpools

Die Untersuchung des Kotyledon Außenblatts zeigten bei 100-facher Vergrößerung bei den Sorten Nr. 688 und Nr. 1057 ca. $20 \times 10 \mu\text{m}$ große Zellen, während die von Nr. 1051 eine Größe von ca. $20 \times 15 \mu\text{m}$ aufwiesen. Die Zellen von Nr. 688 und Nr. 1051 enthielten 3-7 Vakuolen, wobei diese bei Nr. 688 wesentlich kleiner waren mit einer Größe von 7×2 zu $10 \times 1 \mu\text{m}$. Die Vakuolen des Nr. 1057-Rapses besaßen nur eine Größe von $7 \times 1 \mu\text{m}$, davon waren jedoch pro Zelle 6-12 vorhanden (siehe Abbildung 24).

Nr. 688 (x100)

Nr. 1057 (x100)

Nr. 1051 (x50)

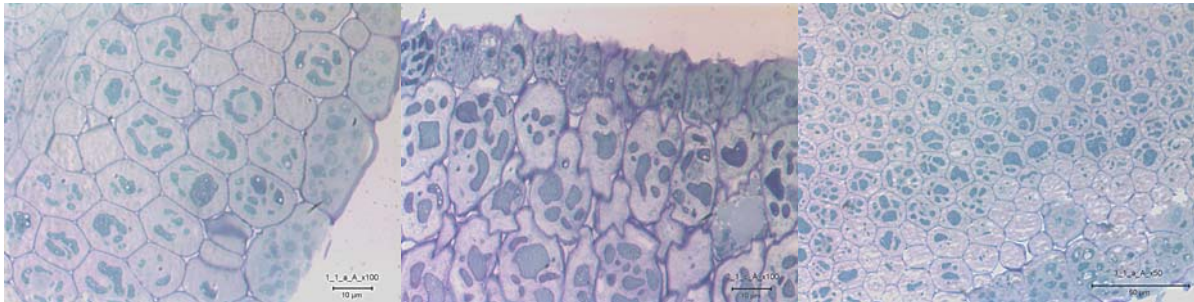


Abb. 24: Lichtmikroskopische Bilder des Kotyledon Außenblatts / Vergr. 50-100-fach

Weitere Unterschiede in den Kompartimenten des Zytoplasmas des Außenblatts konnten selbst bei einer Vergrößerung von 30 000-fach und 50 000-fach nicht gefunden werden.

Die Untersuchung des Kotyledon Innenblatts zeigte bei einer 100-fachen Vergrößerung eine ähnliche Zellstruktur, wie die des Außenblatts. Die vermehrte Vakuolenbildung im Außenblatt bei der Sorte Nr. 1057, konnte im Innenblatt nicht beobachtet werden.

Bei Vergrößerung der Zellschnitte des Kotyledon Innenblatts auf das 50 000 bzw. 85 000-fache zeigte sich bei der Sorte Nr. 688 und Nr. 1051 eine wabenähnliche Struktur der Kompartimente des Zytoplasmas. Bei der Sorte Nr. 1057 hingegen befand sich stellenweise in den Kompartimenten ein zusätzliches membranöses Material in Form von mehr oder wenig parallelen Strängen.

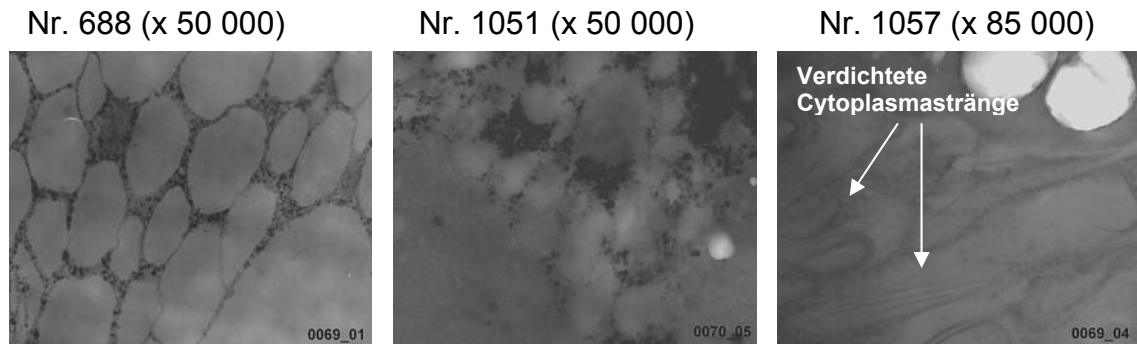


Abb. 25: Vergleich der Transmissionselektronischen Bilder des Kotyledon Innenblattes / Vergr. 50 000 - 85 000-fach

Die Zellkompartimente bei Nr. 1057 sind mengenmäßig mehr, dichter und unregelmäßiger als bei Nr. 688 und Nr. 1051 (siehe Abbildung 25). Dieses konnte so bisher nur bei der Sorte Nr. 1057 visualisiert und nachgewiesen werden.

Die kleineren Zellstrukturen bei höherer Zahl von Objekten je Zelleinheit sowie der Nachweis von dichteren und unregelmäßigeren Zellkompartimenten bei Nr. 1057 könnte ein gesuchtes morphologisches Indiz für den höheren Anteil an polaren Verbindungen sein.

7. Ergebnisse und Diskussion der Anwendungsversuche von Rapslecithin in Lebensmittelemulsionen

7.1 CHARAKTERISIERUNG VON W/O-EMULSIONEN MIT RAPSLECITHIN ALS EMULGATOR

Für die Herstellung von W/O-Emulsionen wurden die Präparate A bis P aus dem Kapitel 4.5.3 als Emulgator verwendet. Die Charakterisierung der W/O-Emulsionen erfolgte mit den in Kapitel 4.6 beschriebenen Verfahren und Methoden.

7.1.1 Makroskopische Charakterisierung der Stabilität der W/O-Emulsionen

Die Stabilität der hergestellten W/O-Emulsionen wurde makroskopisch beurteilt (siehe Kapitel 4.6.3.1). Tabelle 14 gibt einen Überblick über die Ergebnisse der makroskopischen Untersuchung 1 Stunde nach der Herstellung.

Tab. 14: Stabilität der W/O-Modellemulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis P als Emulgator 1 Stunde nach der Herstellung

Modellemulsionen: 60 % H₂O / 40 % Öl 0,8 % Präparat	Stabilität nach 1 h
Präparat A	gebrochen
Präparat B	gebrochen
Präparat C	gebrochen
Präparat D	gebrochen
Präparat E	gebrochen
Präparat F	stabil
Präparat G	stabil
Präparat H	stabil
Präparat I	gebrochen
Präparat K	stabil
Präparat L	stabil
Präparat M	stabil
Präparat N	stabil
Präparat O	gebrochen
Präparat P	stabil

7. Anwendungsversuche - Lebensmittelemulsionen

Aus Tabelle 14 folgt, dass sich die hergestellten Modellemulsionen bereits makroskopisch in zwei Gruppen teilen ließen. Die W/O-Emulsionen, die nach 1 Stunde stabil waren und der andere Teil, der bereits „gebrochen“ war. Diese beiden Gruppen ließen sich weiterhin in Bezug auf Viskosität und Struktur, als auch in der Farbintensität, unterteilen.

In Tabelle 15 sind diese makroskopischen Emulsionsbeurteilungen 1 Stunde nach der Herstellung zusammengefasst und die entsprechenden Präparate zugeordnet.

Tab. 15: Makroskopische Beurteilung der W/O-Modellemulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis P als Emulgator 1 Stunde nach der Herstellung

Gruppe	Präparate	Emulgierergebnis
1 homogene Emulsion	F, G, H, K, M, P	viskos, cremeförmig, glatt glänzend, homogen
2 inhomogene Färbung und Struktur	L, N	viskos, cremeförmig, grießselig, blaue Schlieren
3 Emulsion trennt sofort	E, I, O	viskose grießselige W/O- Emulsion, vollständige Trennung nach 1h
4 keine W/O-Emulsion	A, B, C, D	Bildung einer W/O-Emulsion nicht möglich

Die untersuchten Lecithine ließen sich aufgrund der Funktionalität in drei Gruppen unterteilen:

1. Der Einsatz führt zu *stabilen* W/O-Emulsionen mit einer homogenen Struktur.
2. Der Einsatz führt zu einer *partiell stabilen* W/O-Emulsion, jedoch weist die Emulsion bereits nach einer Stunde eine inhomogene Färbung und Struktur auf.
3. Der Einsatz führt zu *keiner stabilen* W/O-Emulsion. Die Emulsion beginnt sich nach Ende der Scherung zu trennen und die Phasen sind nach kürzester Zeit vollständig getrennt oder es ist keine Herstellung möglich.

Diese Gruppierung wurde genutzt, um den Einfluss der Phospholipid-zusammensetzung der Präparate als Emulgator in Bezug auf die Stabilität von W/O-Emulsionen zu untersuchen.

7.1.1.1 Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Präparate als Emulgator in Bezug auf die Stabilität in W/O-Emulsionen

Um den Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Präparate als Emulgator in Bezug auf die Stabilität von W/O-Emulsionen zu untersuchen, wurden die Modellemulsionen nach Gruppen aus Kapitel 7.11 homogen stabil, partiell stabil und instabil sortiert.

Tab. 16: Phospholipidgehalte [%] und deren Quotienten zur Prüfung des Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate A bis P als Emulgator in Bezug auf die Stabilität in W/O-Emulsionen

Präparate	PC	PI	PC	PI	LPC+PI+PA	PC+PI	PC+PI	PC+LPC+PI+PA
			PE	PE	PE	PE	PE+PA	PE
Homogen stabile W/O-Emulsion								
F	4,5	14,5	0,3	1,1	1,6	1,4	1,5	1,9
G	11,5	10,3	0,9	0,8	1,1	1,7	1,4	2,1
H	16,1	9,4	1,2	0,7	1,0	1,9	1,5	2,2
K	8,0	12,4	0,6	0,9	1,4	1,5	1,1	2,0
M	11,5	11,2	1,0	1,0	1,3	1,9	1,5	2,4
P	6,6	14,2	0,5	1,1	1,4	1,6	1,2	1,9
Partiell stabile W/O-Emulsion								
L	7,9	13,9	0,7	1,2	1,7	1,8	1,3	2,5
N	7,3	14,2	0,6	1,2	1,7	1,9	1,3	2,5
Instabil Emulsion								
E	10,1	14,8	1,0	1,4	1,8	2,3	1,9	2,7
I	11,4	13,3	1,2	1,3	1,9	2,5	1,7	3,0
O	10,3	10,8	1,0	1,3	1,6	2,2	1,7	2,6
A	14,5	8,9	1,9	1,1	1,5	3,0	2,5	3,3
B	18,4	10,2	2,1	1,2	1,3	3,2	2,7	3,6
C	19,0	11,3	2,2	1,3	1,7	3,5	2,8	3,9
D	10,1	13,9	1,1	1,5	2,0	2,6	2,0	3,1

Nach SCHNEIDER 1997 helfen besonders PC-abgereicherte Fraktionen als Emulgator bei der Stabilisierung von W/O-Emulsionen. Dieses konnte in dieser Arbeit nur tendenziell bestätigt werden (siehe Tabelle 16). Die W/O-Emulsionen, die mit den Präparaten mit den niedrigeren PC-Gehalten hergestellt wurden, waren im Großen und Ganzen stabiler als die mit den höheren PC-Gehalten. Jedoch wiesen die stabilen W/O-Emulsionen zum Teil wie z.B. das Präparat H einen hohen PC-Gehalt von 16,1 % auf.

BERGENSTAHL 1991 beschreibt, dass der PI-Gehalt der Emulgatoren einen größeren Einfluss auf die Stabilität von W/O-Emulsionen hat als das PC und dass der Quotient PI/PE der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate wichtiger und ausschlaggebender ist für die Stabilität, als der Quotient PC/PE. Diese zwei Aussagen wurden geprüft (siehe Tabelle 16). Die Aussage, dass der PI-Gehalt des Emulgators einen größeren Einfluss auf die Stabilität von W/O-Emulsion hat als das PC, konnten durch die Ergebnisse in Tabelle 16 nicht gestützt werden. Die PI-Gehalte der Präparate streuten unsystematischer als der PC-Gehalt in den stabilen und instabilen W/O-Emulsionen.

Des Weiteren ist nach BERGENSTAHL 1991 der Quotient PI/PE der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate ausschlaggebender für die Stabilität von W/O-Emulsionen als der Quotient PC/PE. Der Quotient PC/PE der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate zeigten Werte, die von 0,3 bis 1,2 bei den stabilen Emulsionen reichen und bei den instabilen von 1,0 bis 2,2. Dieses ist ein Überlappungsbereich der beiden Gruppen „Stabil“ zu „Instabil“ im Bereich von 1,0 bis 1,2. Die Werte innerhalb der Gruppen zeigten keinen linearen Zusammenhang zur Stabilität der W/O-Emulsionen. Die Werte streuten innerhalb der Gruppe „Stabil“ als auch in der „Instabilen“ unsystematisch.

Der Quotient PI/PE der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate ergab bei den stabilen W/O-Modellemulsionen Werte von 0,7 bis 1,2 und bei den instabilen von 1,1 bis 1,5. Dieses ist nur ein Überlappungsbereich der Gruppen „Stabil“ und „Instabil“ im Bereich von 1,1 bis 1,2. Innerhalb der Gruppen zeigten die Quotienten der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate systematischere Werte. Er ist daher geeignet, eine grobe Einschätzung zur Stabilität einer W/O-Emulsion zu geben.

Es konnte somit in Übereinstimmung mit BERGENSTAHL 1991 gezeigt werden, dass der Quotient PI/PE der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate ausschlaggebender für die Stabilität einer W/O-Emulsion ist als der Quotient PC/PE.

JOHANSSON und BERGENSTAHL 1995 stellen einen Zusammenhang zwischen der zunehmenden Polarität der Phospholipidzusammensetzung des Lecithins zur abnehmenden Stabilität von Emulsionen auf und ermitteln folgenden Zusammenhang $\Sigma \text{LPC} + \text{PI} + \text{PA} / \text{PE}$ zur Charakterisierung der Polarität von Lecithin. Mit diesem Ansatz konnte in dieser Arbeit kein systematischer Zusammenhang zwischen dem Quotienten der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate und der Stabilität von W/O-Emulsionen beobachtet werden (siehe Tabelle 16). Sowohl die stabilen als auch instabilen Emulsionen besaßen Quotienten der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate mit einem Wert von 1,3. Allerdings wurden in den Untersuchungen von JOHANSSON und BERGENSTAHL 1995 Lecithine in Margarine (60 % Fett, zusätzliche Stabilisierung durch

Fettkristallnetzwerk) eingesetzt und die Stabilität über die Spritzintensität der Margarine beim Braten ermittelt. Damit sind die Ergebnisse nur eingeschränkt vergleichbar.

Da die in der Literatur beschriebenen Zusammenhänge zwischen Zusammensetzung des Präparats und der Stabilität von W/O-Emulsionen nur unzureichend dazu geeignet sind, die Stabilität zu prognostizieren, wurde ein anderer Ansatz verfolgt.

Eine andere Möglichkeit zur Lösung ist der Weg, die Problemstellung von der Seite der molekularen Geometrie der Phospholipide anzugehen (siehe Kapitel 2.5.2). In die Betrachtungsweise wurden zunächst nur die Hauptkomponenten PC, PE und PI der Phospholipide miteinbezogen.

Die hydrophilen PC und PI bilden aufgrund des Molekülaufbaus an der Wasser/Öl Grenzschicht lamellare Strukturen aus. Das hydrophobe PE bildet hingegen eine revershexagonale Phase (BERGENSTAHL 1991) (siehe Kapitel 2.5.2). Es wurde ein Quotient aus den Phospholipiden, die eine lamellare Struktur und denen, die eine revershexagonale Phase bilden, ermittelt. Die Gehalte der Quotienten $\Sigma PC+PI / PE$ der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate sind in Tabelle 16 dargestellt. Die stabilen W/O-Emulsionen besaßen Werte von 1,4 bis 1,9, während die instabilen Emulsionen Werte von 2,2 bis 3,5 aufwiesen. Die Werte der Quotienten der Phospholipidzusammensetzung der Präparate zeigten also einen systematischen Zusammenhang zur Stabilität der Emulsionen.

Bezieht man in diese Betrachtungsweise das PA, das aufgrund seiner kleinen Kopfgruppe sowohl lamellare Strukturen als auch revershexagonale Phasen bilden kann mit ein, erhielt man zwei mögliche Ansätze $\Sigma PC+PI / \Sigma PE+PA$ oder $\Sigma PC+PI+PA / PE$. Bei dem Quotienten $\Sigma PC+PI+PA / PE$ der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate erschien es sinnvoll, das LPC mit einzubeziehen, da es dann zusätzlich ein Quotient aus den hydrophilen Verbindungen PC, PI, PA, LPC zu dem hydrophoben PE ist.

Auch der Quotient $\Sigma PC+PI / \Sigma PE+PA$ der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate führten zu einem systematischen Zusammenhang. Die stabilen W/O-Emulsionen besaßen Werte von 1,1 bis 1,5 und die instabilen Emulsionen von 1,7 bis 2,8.

Der Quotient der hydrophilen und hydrophoben Phospholipide $\Sigma PC+LPC+PI+PA / PE$ führten ebenfalls zu einem systematischen Zusammenhang. Die stabilen W/O-Emulsionen besaßen Werte von 1,9 bis 2,5 und die instabilen Emulsionen von 2,6 bis 3,9.

Sowohl der Quotient $\Sigma PC+PI / PE$, $\Sigma PC+PI / \Sigma PE+PA$ als auch $\Sigma PC+LPC+PI+PA / PE$ der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate zeigten einen systematischen Zusammenhang zwischen den Werten und der Stabilität der

W/O-Emulsionen. Die Einbeziehung vom PA veränderte bei den untersuchten Emulsionen nicht die Aussage über die Stabilität. Mit diesen Quotienten können Prognosen getroffen werden, ob eine Emulsion stabil oder instabil ist. Neben dem Qualitätsmerkmal der Stabilität spielt auch die Tropfengröße und -verteilung einer W/O-Emulsion eine große Rolle für die Produktbeschaffenheit. Es wird daher im Folgenden geprüft, ob diese Quotienten oder welcher Quotient der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate auch Korrelationen mit der Tropfengrößenverteilung der W/O-Modellemulsionen zeigt.

7.1.2 Charakterisierung der Tropfengrößenverteilung und Koaleszenzerscheinungen der W/O-Emulsionen

Die Charakterisierung der Tropfengrößenverteilung der W/O-Emulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis P als Emulgator erfolgte mittels Coulter LS 230. Wie bereits bei der makroskopischen Untersuchung beschrieben, sind Modellemulsionen direkt nach der Herstellung oder 1 Stunde nach der Herstellung gebrochen. Eine Bestimmung der Tropfengrößenverteilung konnte daher von diesen W/O-Emulsionen nicht erfolgen. Die Messwerte sind im Anhang Kapitel 11.6.4 tabellarisch dargestellt.

In Abbildung 26 sind die Messwerte des mittleren oberflächenbezogenen Tropfendurchmessers $d_{3,2}$ der stabilen W/O-Modellemulsionen mit den unterschiedlichen Präparaten als Emulgator graphisch dargestellt.

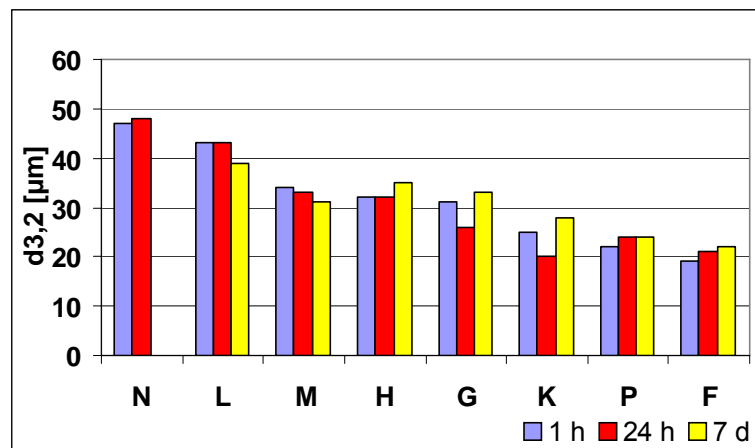


Abb. 26: $d_{3,2}$ der stabilen W/O-Emulsionen 1 Stunde (blau), 24 Stunden (rot) und 7 Tage (gelb) nach der Herstellung

Die verschiedenen Modellemulsionen wurden auf der Y-Achse nach abnehmenden $d_{3,2}$ sortiert. Es wurde für die verschiedenen Emulsionen jeweils der Messwert nach 1 Stunde (blau), nach 24 Stunden (rot) und nach 7 Tagen (gelb) als Säulendiagramm dargestellt.

Aus der Graphik wird ersichtlich, dass die in der makroskopischen Beurteilung nach 1 Stunde als partiell instabil eingestuften W/O-Modellemulsionen L und N auch einen größeren $d_{3,2}$ aufwiesen als die Emulsionen, die als stabil eingeordnet wurden. Die W/O-Modellemulsion die mit dem Präparat N als Emulgator hergestellt wurde, ist bereits am 7. Tag gebrochen.

Die makroskopisch partiell instabileren Modellemulsionen mit den Präparaten L und N als Emulgator besaßen nach 1 Stunde einen großen $d_{3,2}$ von 43 μm und 47 μm . Die Modellemulsionen mit den Präparaten G, H, K und M zeigten einen mittelgroßen $d_{3,2}$ von 31 μm , 32 μm , 25 μm bzw. 34 μm und die Emulsionen mit den Präparaten F bzw. P als Emulgator kleine Tropfendurchmesser mit einem $d_{3,2}$ von 19 μm bzw. 22 μm .

Zieht man die Zunahme des Tropfendurchmessers für die Aussagen über das Koaleszenzverhalten einer Emulsion heran, zeigten die Emulsionen mit den Präparaten F, N und P als Emulgator Koaleszenzerscheinungen. Der $d_{3,2}$ von 1 Stunde nach der Herstellung nahm bis zu 24 Stunden bei den Emulsionen mit den Präparaten F bzw. P als Emulgator um 2 μm und mit dem Präparat N um 1 μm zu. Bis zum 7. Tag nahm der $d_{3,2}$ der W/O-Modellemulsion mit den Präparaten F und P als Emulgator um einen weiteren μm zu. Die Modellemulsion mit dem Präparat N als Emulgator zeigte eine starke Koaleszenz bis hin zu einer Separation.

Betrachtet man die Modellemulsionen mit den Präparaten L, G, K und M als Emulgator, dann nahmen die $d_{3,2}$ im Laufe der Lagerung ab. Dieses hieße, dass die Emulsionen stabiler wurden. Es wird somit deutlich, dass man nicht nur den mittleren Tropfendurchmesser zur Beurteilung von Koaleszenzerscheinungen heranziehen kann. Es muss die gesamte Tropfenverteilung betrachtet werden.

Wie in Kapitel 4.6.3.3 beschrieben, wurde für die Betrachtung der Tropfenverteilung der mittlere volumenbezogene Tropfendurchmesser ($d_{4,3}$) herangezogen, da bei dieser Darstellungsform die größeren Tropfen in der Verteilung mehr ins Gewicht fallen.

In Abbildung 27 ist die Tropfengrößenverteilung der W/O-Modellemulsion mit dem Präparat L als Emulgator nach 1 Stunde (blau), nach 24 Stunden (rosa) und am 7. Tag (rot) dargestellt.

7. Anwendungsversuche - Lebensmittelemulsionen

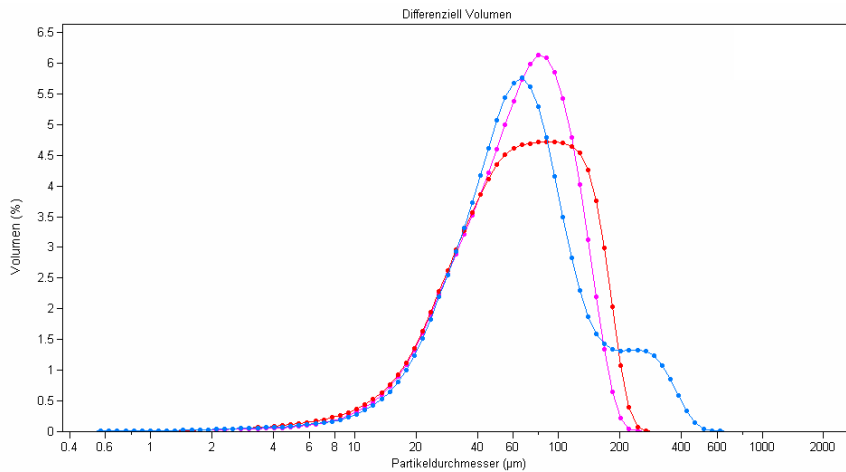


Abb. 27: Volumenbezogene Tropfengrößenverteilung der Modellemulsion mit dem Präparat L als Emulgator 1 Stunde (blau), 24 Stunden (rosa) und 7 Tage (rot) nach der Herstellung

Der mittels Coulter LS 230 bestimmte $d_{3,2}$ der mit dem Präparat L hergestellten W/O-Emulsion war nach 1 Stunde und nach 24 Stunden gleich. Er lag bei $43 \mu\text{m}$. Die Tröpfchengrößenverteilung nach 1 Stunde, dargestellt über das Volumen, war eine Normalverteilung mit einem Anteil von größeren Tropfen. Nach 24 Stunden waren die größeren Tropfen koalesziert. Die gesamte Kurve hatte sich nach rechts, zu den größeren Tropfen verschoben. Es hatte Koaleszenz stattgefunden. Der Mittelwert ist jedoch gleich geblieben. Am 7. Tag hatte sich die Kurve noch weiter nach rechts verschoben, d.h. es hatte weiterhin Koaleszenz stattgefunden. Der Anteil der mittleren Tropfengröße hatte sich jedoch mengenmäßig reduziert, wodurch der mittlere oberflächenbezogene Tropfendurchmesser auf $39 \mu\text{m}$ sank.

Bei der W/O-Emulsion mit dem Präparat G als Emulgator fand, analog zu der mit dem Präparat L hergestellten Emulsion, Koaleszenz statt, obwohl sich der $d_{3,2}$ verringerte. Die volumenbezogene Tropfengrößenverteilung ist in Abbildung 28 dargestellt.

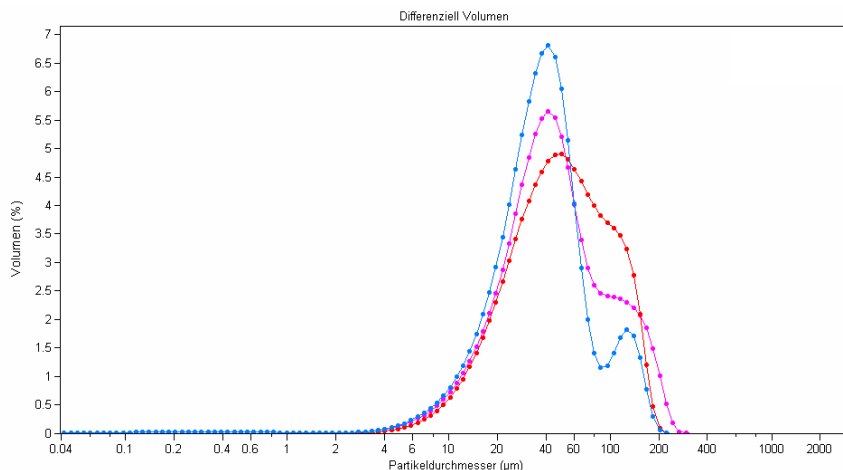


Abb. 28: Volumenbezogene Tropfengrößenverteilung der Modellemulsion mit dem Präparat G als Emulgator 1 Stunde (blau), 24 Stunden (rosa) und 7 Tage (rot) nach der Herstellung

Die Tropfengrößenverteilung nach 1 Stunde war eine Normalverteilung, mit einer „Schulter“, d.h. mit einem Anteil größerer Tröpfchen. Nach 24 Stunden hatte sich die „Schulter“, d.h. die Anzahl der größeren Tropfen, erhöht. Zusätzlich hatte sich die Kurve weiter nach rechts verschoben. Der Anteil der mittleren Tropfen hatte jedoch abgenommen, wodurch sich der $d_{3,2}$ um 5 μm auf 26 μm reduziert hatte. Am 7. Tag hatte sich die „Schulter“ weiterhin vergrößert und die gesamte Kurve nach rechts verschoben, wobei sich der $d_{3,2}$ der W/O-Emulsionen sich wieder um 7 μm auf 33 μm vergrößert hatte.

Bei allen als Emulgator eingesetzten Präparaten hatten Koaleszenzen stattgefunden. Dieses wurde durch die Betrachtung der Tropfengrößenverteilung überprüft. Sie waren jedoch teilweise so gering, dass sie durch das oben gezeigte Prinzip der Mittelwertbildung nicht dargestellt werden konnten. Der $d_{3,2}$ eignet sich jedoch gut, um einen Wert zu besitzen, mit dem die W/O-Emulsionen untereinander verglichen werden können. Liegen die Werte dicht beisammen, sollte zusätzlich die Tropfengrößenverteilung herangezogen werden.

7.1.2.1 Eignung der Präparate als W/O-Emulgator in Bezug auf Stabilität und Tropfengrößenverteilung

In Kapitel 7.1.1.1 wurde der Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Präparate als Emulgator in Bezug auf die Stabilität von W/O-Emulsionen geprüft. Dabei wurden drei Quotienten entwickelt, die einen systematischen Zusammenhang zeigten zwischen der Zusammensetzung der Lecithinpräparate und der Stabilität von W/O-Emulsionen. Es sollte weiter geprüft werden, ob die ermittelten Quotienten oder welcher Quotient der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate auch auf die Tropfengrößenverteilung der W/O-Emulsionen anwendbar ist.

Der gebildete Quotient $\Sigma\text{PC}+\text{PI} / \text{PE}$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate führte mit Werten von 1,4 bis 1,9 zu makroskopisch stabilen W/O-Emulsionen und mit den Werten von 2,2 bis 3,5 zu einer instabilen W/O-Emulsionen.

In Abbildung 29 wurde der mittlere oberflächenbezogene Tropfendurchmesser ($d_{3,2}$) 1 Stunde nach der Herstellung der Emulsion und der gebildete Index (Wert des Quotienten) des entsprechenden Präparats gegenübergestellt. Hierzu wurden die Präparate nach abnehmenden $d_{3,2}$ geordnet. Der $d_{3,2}$ ist als Säulendiagramm (blau) und der Index als Linie (rot) dargestellt.

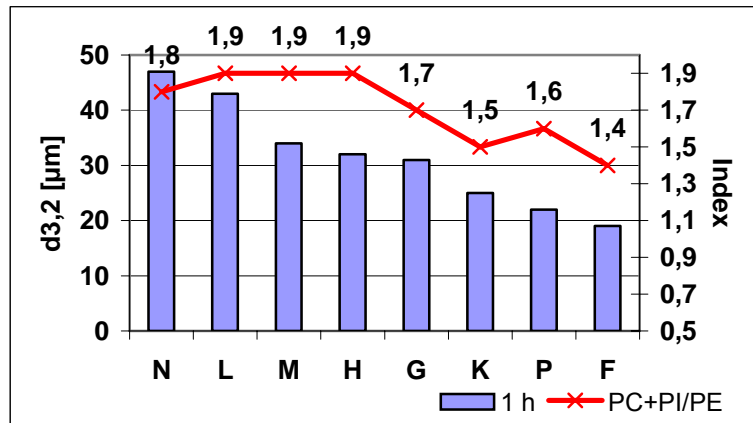


Abb. 29: Graphischer Zusammenhang zwischen dem $d_{3,2}$ der Emulsion 1 Stunde nach der Herstellung (blau) und dem Quotienten $\Sigma\text{PC}+\text{PI} / \text{PE}$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate (rot)

Aus der Graphik wird deutlich, dass tendenziell ein Zusammenhang zwischen dem $d_{3,2}$ und dem Index aus dem Quotienten $\Sigma\text{PC}+\text{PI} / \text{PE}$ der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate besteht. Jedoch ließ dieser Zusammenhang keine differenzierten Abstufungen bei einer Prognose der Tropfengrößenverteilung zu. Sowohl die als makroskopisch partiell stabil eingeordnete Emulsion mit dem Präparat L mit einem relativ großen $d_{3,2}$ von 43 μm , als auch die Emulsionen mit den Präparaten M und H, die nur einen $d_{3,2}$ von 34 μm bzw. 32 μm aufwiesen, besaßen den gleichen Index von 1,9. Des Weiteren war die Differenzierung zwischen den Indices der Emulsionen mit den Präparaten G, K, P und F und des $d_{3,2}$ nicht hinreichend.

Der Quotient $\Sigma\text{PC}+\text{PI} / \text{PE}$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate ist geeignet um eine Prognose über die Stabilität der W/O-Emulsionen zu geben. Er ist aber nur tendenziell geeignet, um Rückschlüsse auf die Tropfengrößenverteilung zu ziehen.

Der zweite gebildete Quotient $\Sigma\text{PC}+\text{PI} / \Sigma\text{PE}+\text{PA}$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate führte mit Werten von 1,1 bis 1,5 zu makroskopisch stabilen W/O-Emulsionen und mit den Werten von 1,7 bis 2,8 zu einer makroskopisch instabilen W/O-Emulsion.

In Abbildung 30 wurde der $d_{3,2}$ 1 Stunde nach der Herstellung der W/O-Emulsion und der gebildete Index des entsprechenden Präparats gegenübergestellt. Auch hierzu wurden die Präparate nach abnehmenden $d_{3,2}$ geordnet. Der $d_{3,2}$ ist als Säulendiagramm (blau) und der Index als Linie (rot) dargestellt.

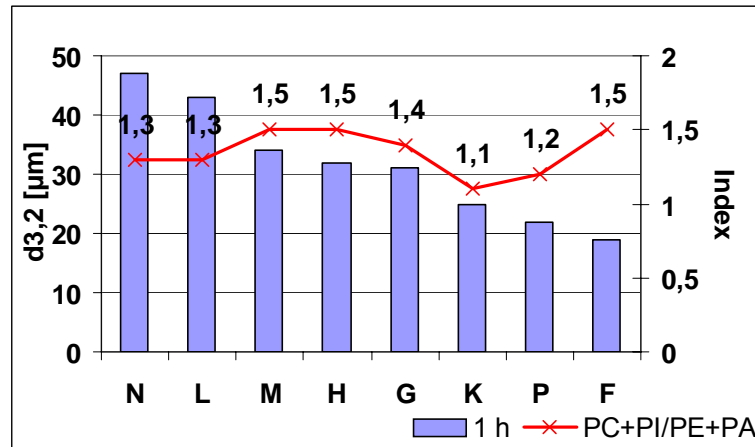


Abb. 30: Graphischer Zusammenhang zwischen dem $d_{3,2}$ der Emulsion 1 Stunde nach der Herstellung (blau) und dem Quotienten $\Sigma PC+PI / \Sigma PE+PA$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate (rot)

Aus der Graphik wird deutlich, dass kein Zusammenhang zwischen dem $d_{3,2}$ und dem Index aus dem Quotienten $\Sigma PC+PI / \Sigma PE+PA$ der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate besteht. Sowohl die Modellemulsionen mit den Präparaten M und H als Emulgator mit einem $d_{3,2}$ von 34 µm bzw. 32 µm, als auch die Emulsion mit dem Präparat F, die einen $d_{3,2}$ von 19 µm aufwiesen, besaßen einen Index von 1,5. Die Indices der anderen Präparate streuten ebenfalls willkürlich zu den $d_{3,2}$ der Modellemulsionen.

Der Quotient $\Sigma PC+PI / \Sigma PE+PA$ ist geeignet um eine Prognose über die Stabilität der W/O-Emulsionen zu geben. Er ist aber nicht geeignet, um Rückschlüsse auf die Tropfengrößenverteilung zu ziehen.

Der dritte gebildete Quotient $\Sigma PC+LPC+PI+PA / PE$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate, der sowohl die molekulare Geometrie als auch die hydrophilen und hydrophoben Eigenschaften der Phospholipide vereinigt, führte mit Werten von 1,9 bis 2,5 zu makroskopisch stabilen W/O-Emulsionen und mit den Werten von 2,6 bis 3,9 zu makroskopisch instabilen W/O-Emulsionen.

In Abbildung 31 wurde der $d_{3,2}$ 1 Stunde nach der Herstellung der Emulsion und der gebildete Index des entsprechenden Präparats gegenübergestellt. Auch hierzu wurden die Präparate nach abnehmenden $d_{3,2}$ geordnet. Der $d_{3,2}$ ist als Säulendiagramm (blau) und der Index als Linie (rot) dargestellt.

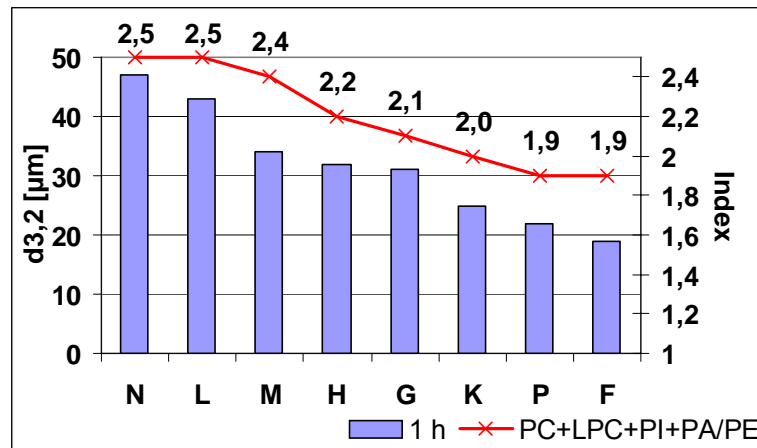


Abb. 31: Graphischer Zusammenhang zwischen dem $d_{3,2}$ der Emulsion 1 Stunde nach der Herstellung (blau) und dem Quotienten $\frac{\Sigma PC+LPC+PI+PA}{\Sigma PE}$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate (rot)

Aus der Graphik wird deutlich, dass ein linearer Zusammenhang zwischen dem $d_{3,2}$ und dem Index aus dem Quotienten $\frac{\Sigma PC+LPC+PI+PA}{PE}$ der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate besteht. Mit abnehmendem Index nahm der $d_{3,2}$ der Modellemulsionen ab.

Es lassen sich mit dem Quotienten $\frac{\Sigma PC+LPC+PI+PA}{PE}$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate daher Prognosen sowohl über die Stabilität als auch über die Tropfengrößenverteilung einer W/O-Emulsion treffen.

7.1.3 Charakterisierung rheologischer Eigenschaften von W/O-Emulsionen

Während sich durch die Veränderung der Tröpfchengrößenverteilung Rückschlüsse über Koaleszenzerscheinungen, d.h. irreversible „Zersetzung“ der Emulsionen ziehen lassen, geben die rheologischen Eigenschaften Aussagen über Agglomerationen bzw. die Anziehungskräfte der Tropfen.

Die Messwerte der rheologischen Charakterisierung sind im Anhang Kapitel 11.6.5 tabellarisch aufgeführt.

In Abbildungen 32 und 33 sind die Viskositäten bei einer Schubspannung von 150 Pa und die Fließgrenzen der stabilen W/O-Emulsionen graphisch dargestellt.

Die Modellemulsionen wurden auf der y-Achse nach abnehmenden $d_{3,2}$ (siehe Kapitel 7.1.2) sortiert. Es wurde für die verschiedenen Präparate jeweils der Messwert nach 1 Stunde (blau), nach 24 Stunden (rot) und nach 7 Tagen (gelb) als Säulendiagramm dargestellt.

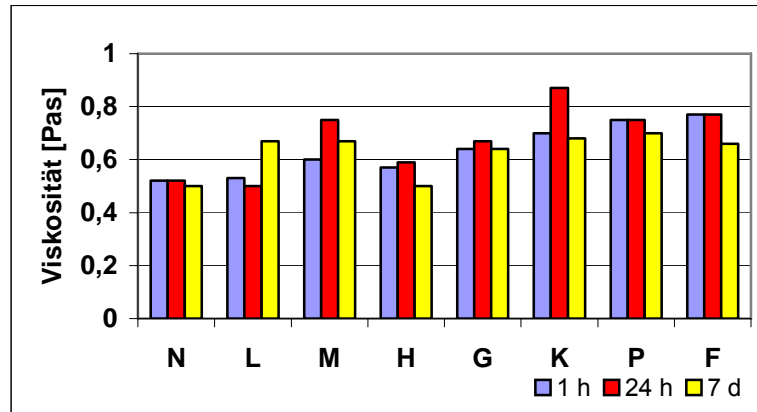


Abb. 32: Viskosität [Pas] der W/O-Emulsionen bei einer Schubspannung von 150 Pa 1 Stunde (blau), 24 Stunden (rot) und 7 Tage (gelb) nach der Herstellung

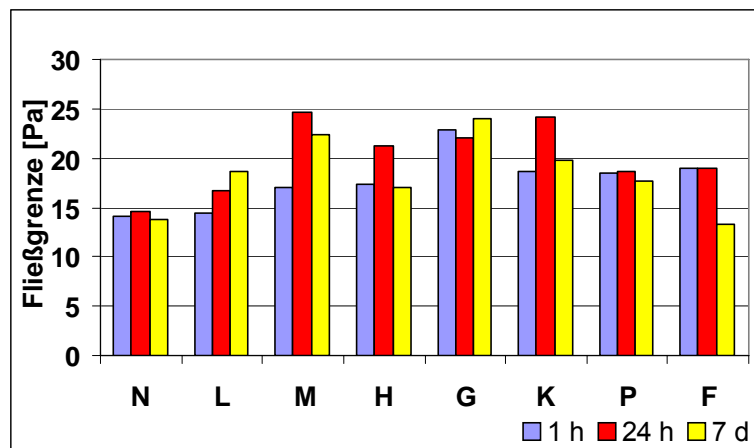


Abb. 33: Fließgrenze [Pa] der W/O-Emulsionen 1 Stunde (blau), 24 Stunden (rot) und 7 Tage (gelb) nach der Herstellung

Aus der Graphik wird ersichtlich, dass bei den W/O-Emulsionen 1 Stunde nach der Herstellung ein linearer Zusammenhang zwischen der Viskosität bzw. der Fließgrenze und dem $d_{3,2}$ bestand. Die Viskosität und die Fließgrenze der W/O-Emulsionen nahmen von rechts nach links mit Abnahme des $d_{3,2}$ zu. Eine Ausnahme war die Fließgrenze der Modellemulsion, die mit dem Präparat G als Emulgator hergestellt wurde.

Innerhalb der ersten 24 Stunden nach der Herstellung stiegen Viskosität und Fließgrenze aller vermessenen Modellemulsionen mit Ausnahme der mit dem Präparat L hergestellten Emulsion an. Dieses Verhalten ließ auf eine Agglomeration der Wassertropfen schließen. Nach einer Woche sank die Viskosität und Fließgrenze bei allen Modellemulsionen, außer die der Emulsion mit dem Präparat L, bedingt durch auftretende Koaleszenzerscheinungen. Diese Koaleszenzerscheinungen wurden in Kapitel 4.8.1.2 bestätigt. Bei der Modellemulsion mit dem Präparat L als

Emulgator hingegen, nahm die Viskosität trotz Koaleszenzen um 0,17 Pas und die Fließgrenze um 2 Pa zu. Diese W/O-Emulsion schien in der Lage zu sein, ihre ohnehin überdurchschnittlich großen Tropfen (siehe Kapitel 7.1.2) in Folge von Wechselwirkungen der oberflächenbenetzenden Phospholipide so zu stabilisieren bzw. agglomerieren, dass die Emulsion durch die Lagerung von 7 Tagen nicht an Stabilität verlor.

Die Viskosität und die Fließgrenze der Modellemulsionen verhielten sich am Tag der Herstellung parallel zur Tropfengröße und -verteilung. 24 Stunden nach der Herstellung stieg ihre Viskosität und Fließgrenze durch Agglomerationen an, um bedingt durch Koaleszenzerscheinungen am 7. Tag zu sinken.

Mit den durchgeführten Untersuchungen im Bereich W/O-Emulsionen konnte ein Modellsystem erstellt werden, um Prognosen zu treffen, über die Eignung eines Rapslecithinpräparats als W/O-Emulgator in Bezug auf Stabilität, Tropfengrößenverteilung und rheologische Eigenschaften.

7.2 CHARAKTERISIERUNG VON O/W-EMULSIONEN MIT RAPSLECITHIN ALS EMULGATOR

Für die Herstellung von O/W-Emulsionen wurden die Präparate A bis K und R aus dem Kapitel 4.5.3 als Emulgator verwendet. Die Charakterisierung der O/W-Emulsionen erfolgte mit den in Kapitel 4.6 beschriebenen Verfahren und Methoden.

7.2.1 Makroskopische Untersuchung der Stabilität der O/W-Emulsionen

Die Stabilität der hergestellten O/W-Emulsionen wurde makroskopisch beurteilt (siehe Kapitel 4.6.3.1). Tabelle 17 gibt einen Überblick über die Ergebnisse der makroskopischen Untersuchung 1 Stunde nach der Emulsionsherstellung.

Tab. 17: Stabilität der O/W-Modellemulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis K und R als Emulgator 1 Stunde nach der Herstellung

Modellemulsionen: 70 % H₂O / 30 % Öl 0,8 % Präparat	Stabilität nach 1 h
Präparat A	stabil
Präparat B	stabil
Präparat C	stabil
Präparat D	stabil
Präparat E	stabil
Präparat F	stabil
Präparat G	stabil
Präparat H	stabil
Präparat I	stabil
Präparat K	stabil
Präparat R	stabil

Aus Tabelle 17 wird deutlich, dass alle hergestellten Modellemulsionen nach 1 Stunde stabil waren.

Es ließen sich jedoch zwischen den Emulsionen makroskopisch Unterschiede in Bezug auf die Aufrahmung, die Struktur als auch in der Farbintensität beobachten.

7. Anwendungsversuche - Lebensmittelemulsionen

In Tabelle 18 sind die makroskopischen Emulsionsbeurteilungen 1 Stunde nach der Herstellung zusammengefasst und den entsprechenden Präparaten zugeordnet.

Tab.18: Makroskopische Beurteilung der O/W-Modellemulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis K und R als Emulgator 1 Stunde nach der Herstellung

Gruppe	Präparate	Emulgierergebnis
1 Aufrahmung < 1	Kein Präparat	homogene Färbung und Struktur
2 Aufrahmung ≥ 1	A, B, H, I, K	homogene Färbung und Struktur
3 Aufrahmung ≥ 1	C, D, E, G, R	inhomogene Färbung und Struktur
4 Aufrahmung ≥ 5	F	homogene Färbung und Struktur
5 Aufrahmung ≥ 5	Kein Präparat	inhomogene Färbung und Struktur

Im Laufe der Lagerung der Emulsionen schritt die Aufrahmung in Folge von Koaleszenzerscheinungen fort. Es erfolgte eine Einteilung in 3 Gruppen, basierend auf der Aufrahmungsrates der O/W-Modellemulsionen nach einer Lagerung von 7 Tagen (siehe Tabelle 19). Die Aufrahmungsrates nach 1 Stunde, 24 Stunden und 7 Tagen sind im Anhang Kapitel 11.7.5 dargestellt.

Tab.19: Makroskopische Beurteilung der O/W-Modellemulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis K und R als Emulgator 7 Tage nach der Herstellung

Gruppe	Präparate
1 Aufrahmung von 15 % bis 20 %	I, K, H, A
2 Aufrahmung von 21 % bis 25 %	F, B, G
3 Aufrahmung von 26 % bis 40 %	R, C, D

Die Gruppierung aus Tabelle 19 wurde genutzt, um den Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate als Emulgator in Bezug auf die Stabilität in O/W-Emulsionen zu untersuchen.

7.2.1.1 Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Präparate als Emulgator in Bezug auf die Stabilität in O/W-Emulsionen

Für Aussagen über den Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate als Emulgator in Bezug auf die Stabilität einer O/W-Emulsion wurde die Aufrahmrungsrate [%] nach 7 Tagen herangezogen.

Tab. 20: Phospholipidgehalte [%] und deren Quotienten zur Prüfung des Einfluss der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate A bis K und R als Emulgator in Bezug auf die Stabilität von O/W-Emulsionen

Präparate	PC	PE	PC+PE	PI+PA	PC+PE	PC+PI	PC+LPC+PI+PA
					PI+PA	PE+PA	PE
Aufrahmrungsrate 15 % - 20 %							
I	11,4	9,9	21,3	17,7	1,2	1,7	3,0
K	8,0	13,2	21,2	17,2	1,2	1,1	2,0
H	16,1	13,5	29,6	12,7	2,3	1,5	2,2
A	14,5	7,8	22,3	10,6	2,1	2,5	3,3
Aufrahmrungsrate 21 % - 25 %							
F	4,5	13,8	18,3	20,9	0,8	1,5	1,9
B	18,4	8,8	27,2	12,1	2,2	2,7	3,6
G	11,5	12,6	24,1	13,5	1,7	1,4	2,1
Aufrahmrungsrate 26 % - 40 %							
R	18,5	8,3	26,8	13,4	2,0	2,8	3,9
C	19,0	8,6	27,6	13,4	2,1	2,8	3,9
D	10,1	9,1	19,2	16,7	1,1	2,0	3,1
E	10,1	10,6	20,7	17,6	1,2	1,9	2,7

In zahlreichen Literaturstellen wird PC als guter O/W-Emulgator beschrieben, wobei das PE die Funktion des Co-Emulgators übernimmt (PARDUN 1988, GHYCZY 1995). Die PC-Gehalte der in dieser Arbeit verwendeten Präparate sind in Tabelle 20 dargestellt. Sowohl die PC-Gehalte, als auch die PE-Gehalte, streuten unsystematisch ohne Zusammenhang zur Aufrahmrungsrate. Es konnte daher an dieser Stelle der Arbeit kein direkter Zusammenhang zwischen der Stabilität der O/W-Emulsionen und des PC-Gehalts sowie des PE-Gehalts bzw. der Summe Σ PC+PE des Präparats beobachtet werden.

Nach PARDUN 1989 sind die negativ geladenen Phospholipide PI und PA wesentlich bessere Stabilisatoren für O/W-Emulsionen als die neutralen Verbindungen PC und PE. Die Werte der Summe Σ PI+PA zeigten keinen Zusammenhang zur Stabilität der Emulsionen. Sowohl die Präparate, die zu Emulsionen mit niedrigen Aufrahmrungsraten von 15 % bis 20 % führten, besaßen eine Summe

Σ PI+PA von 17, als auch die Präparate, die zu einer Emulsion mit einer hohen Aufrahmrungsrate von 31 % bis 40 % führten.

Auch mit dem Quotienten (Index) Σ PC+PE / Σ PI+PA aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate konnte kein Zusammenhang zur Stabilität aufgezeigt werden (siehe Tabelle 20).

Eine andere Möglichkeit zur Lösung war es, wie bei den W/O-Emulsionen, die Problemstellung von der Seite der molekularen Geometrie der Phospholipide anzugehen. Es wurde ein Quotient aus den Phospholipiden, die eine lamellare Struktur und denen die eine revershexagonale Phase bilden, ermittelt. Die Gehalte des Quotienten Σ PC+PI / Σ PE+PA aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate sind in Tabelle 20 dargestellt. Auch hier konnte kein linearer Zusammenhang zwischen der Stabilität der O/W-Emulsionen und des Quotienten aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate aufgezeigt werden.

Der Quotient der hydrophilen und hydrophoben Phospholipide Σ PC+LPC+PI+PA / PE (siehe Tabelle 20), zeigten ebenso keinen Zusammenhang zur Aufrahmrungsrate. Die Gehalte streuten unsystematisch ohne Zusammenhang.

Um den Einfluss aller Phospholipide eines Präparats gemeinsam auf die Stabilität zu prüfen, wurden die Phospholipidzusammensetzung der Präparate im „Netzprinzip“ graphisch dargestellt. Es wurde dazu die Gruppierung nach den Aufrahmrungsraten aus Tabelle 20 beibehalten. In Abbildung 34 ist die Phospholipidzusammensetzung der Präparate, die zu der geringen Aufrahmrungsrate von 15 % bis 20 % in den O/W-Emulsionen nach 7 Tagen geführt haben, dargestellt.

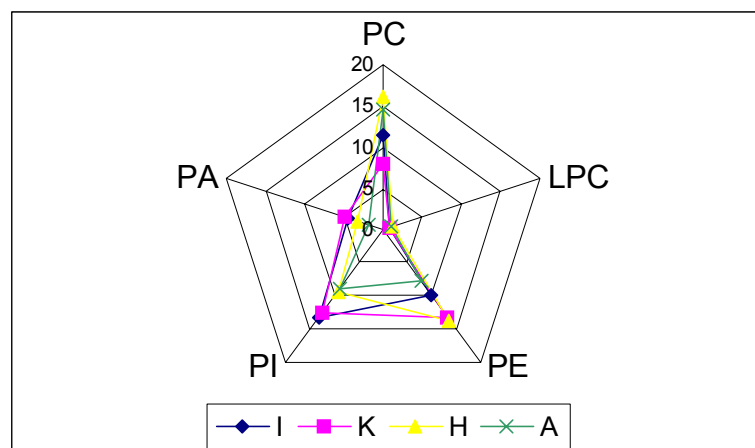


Abb. 34: Graphische Darstellung der Einzelphospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate, die als Emulgator in O/W-Emulsionen nach 7 Tagen zu einer Aufrahmrungsrate von 15 % bis 20 % geführt haben

7. Anwendungsversuche - Lebensmittelemulsionen

Aus Abbildung 34 wird sichtbar, dass die Präparate, die als Emulgator eine gute Stabilität zeigten, meistens aber nicht zwangsläufig einen hohen PC-Gehalt besaßen, wie z.B. das Präparat I. Dieses Präparat I besaß jedoch einen relativ hohen PI-Gehalt von 13,3 % und nur einen PE-Gehalt von 9,9 %. Auffällig war der relativ hohe PA-Gehalt von 4,4 %. Auch der PA-Gehalt des Präparats K war hoch, mit einem Gehalt von 3,3 %. Jedoch besaß dieses Präparat K zusätzlich einen relativ hohen PC-Gehalt von 16,1 % und einen PE-Gehalt von 13,5 % mit einem niedrigen PI-Gehalt von 9,4 %. Auch bei dem Präparat F (siehe Abbildung 35) war der hohe PA-Gehalt von 6,4 % auffällig. Der PC-Gehalt war bei diesem Präparat jedoch extrem niedrig mit 4,5 % und der PE- und PI-Gehalt mit 13,8 % bzw. 14,5 % sehr hoch. Das Präparat B zeigte wieder einen hohen PC-Gehalt von 18,4 %, mit einem durchschnittlichen PE- und PI-Gehalt von 8,8 % bzw. 10,2 %, während das Präparat G einen niedrigen PC-Gehalt von 11,5 % besaß, mit einem hohen PE-Gehalt von 12,6 %.

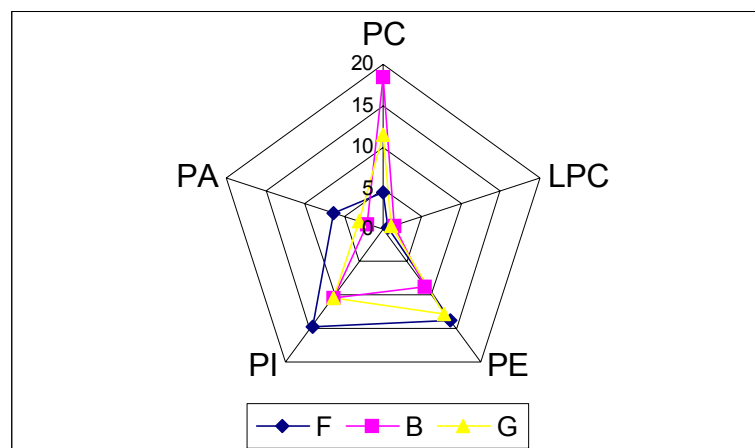


Abb. 35: Graphische Darstellung der Einzelphospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate, die als Emulgator in O/W-Emulsionen nach 7 Tagen zu einer Aufrahmrungsrate von 21 % bis 25 % geführt haben

Betrachtet man die Phospholipidzusammensetzung der Präparate, die eine schlechte Stabilität und damit eine hohe Aufrahmrungsrate von 26 % bis 40 % besaßen (siehe Abbildung 36) fällt auf, dass diese Präparate einen relativ niedrigen PA-Gehalt (2,1 % bis 2,8 %) und einen hohen PI-Gehalt (11,2 % bis 14,8 %) mit einem durchschnittlichen PE-Gehalt (8,3 % bis 10,6 %) hatten.

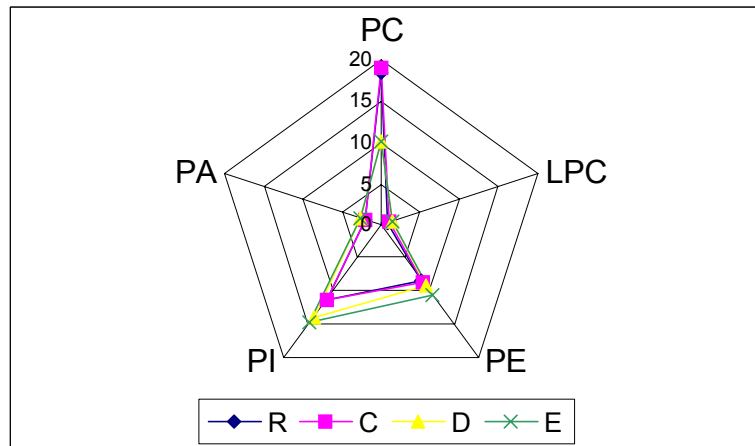


Abb. 36: Graphische Darstellung der Einzelphospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate, die als Emulgator in O/W-Emulsionen nach 7 Tagen zu einer Aufrahmrungsrate von 31 % bis 40 % geführt haben

Aus diesen Ergebnissen wurde geschlossen, dass nicht nur der PC-Gehalt der Präparate, wie in der Literatur beschrieben, einen Einfluss auf die Stabilität von O/W-Emulsionen hat, sondern auch die Gehalte der Phospholipide PE, PA und PI. Es wurde ein Zusammenhang zwischen der Phospholipidzusammensetzung von PE, PA und PI und der Aufrahmrungsrate bzw. Stabilität der O/W-Emulsion hergestellt, der Quotient $\Sigma PE+PA / PI$. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 37 dargestellt. Die Präparate wurden nach aufsteigender Aufrahmrungsrate [%] sortiert und sind als Säulendiagramm (blau) dargestellt. Der Wert des Quotienten $\Sigma PE+PA / PI$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate ist als Index (rot) dargestellt.

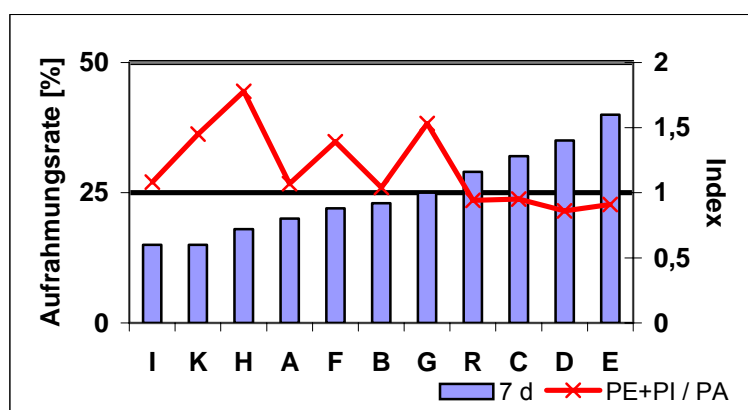


Abb. 37: Graphischer Zusammenhang zwischen der Aufrahmung der O/W-Emulsionen 7 Tage nach der Herstellung (blau) und dem Quotienten $\Sigma PE+PA / PI$ aus der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate A bis K und R als Emulgator (rot)

Aus Abbildung 37 wird sichtbar, dass die O/W-Modellemulsionen mit den Präparaten mit einem Index > 1 zu stabilen Emulsionen mit einer Aufrahmrungsrate unter 25 % nach einer 7-tägigen Lagerung führten. Die Modellemulsionen, die mit Präparaten mit einem Index < 1 hergestellt wurden, zeigten nach 7 Tagen starke Koaleszenzen bzw. eine Aufrahmrungsrate von über 25 % bis 40 %.

Zusammenfassend konnte gezeigt werden, dass der PC-Gehalt der als Emulgatoren verwendeten Präparate einen Einfluss auf die Stabilität von O/W-Emulsionen hat. Aber auch das Verhältnis von PE, PA und PI im Präparat ist entscheidend für die Stabilität einer O/W-Emulsion. Ein Verhältnis von $\Sigma PE+PA / PI > 1$ im Präparat führt nach einer 7-tägigen Lagerung zu stabilen O/W-Emulsionen mit einer Aufrahmrungsrate unter 25 %. Während der Quotient $PE+PA / PI < 1$ zu instabilen O/W-Emulsionen mit einer Aufrahmung größer 25 % führt.

7.2.2 Charakterisierung der Tropfengrößenverteilung und Koaleszenzerscheinungen von O/W-Emulsionen

Die Charakterisierung der Tropfengrößenverteilung der O/W-Emulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis K und R als Emulgator erfolgte mittels Coulter LS 230. Die Messwerte sind im Anhang Kapitel 11.7.5 dargestellt.

In Abbildung 38 sind die Messwerte des mittleren oberflächenbezogenen Tropfendurchmessers $d_{3,2}$ der O/W-Modellemulsionen mit den unterschiedlichen Präparaten graphisch dargestellt.

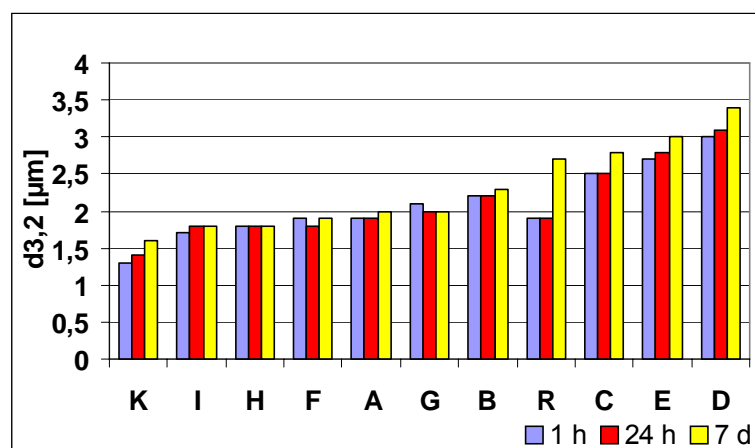


Abb. 38: $d_{3,2}$ der O/W-Emulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis K und R als Emulgator 1 Stunde (blau), 24 Stunden (rot) und 7 Tage (gelb) nach der Herstellung

Die verschiedenen Modellemulsionen wurden auf der Y-Achse nach zunehmenden $d_{3,2}$ sortiert. Es wurde für die verschiedenen Emulsionen jeweils der Messwert nach 1 Stunde (blau), nach 24 Stunden (rot) und nach 7 Tagen (gelb) als Säulendiagramm dargestellt.

Aus Abbildung 38 wird deutlich, dass der $d_{3,2}$ der Emulsionen mit den Präparaten K, I, H, F, A, G und B als Emulgator im Laufe der 7-tägigen Lagerung nur geringfügig zunahm und größten Teils konstant blieb, d.h. nur geringe Koaleszenzen stattgefunden haben. Die Emulsionen mit den Präparaten R, C, E und D als Emulgator, die nach der Herstellung einen großen $d_{3,2}$ besaßen, zeigten während der Lagerung stärkere Koaleszenzerscheinungen. Der $d_{3,2}$ der Emulsion mit dem Präparat R als Emulgator nahm während der 7-tägigen Lagerung um $0,8 \mu\text{m}$ zu, bei den Präparaten C, E und D um $0,3 \mu\text{m}$ bzw. um $0,4 \mu\text{m}$.

7.2.3 Einfluss des PC-Gehalts des Emulgators auf die Gesamtstabilität und Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Stabilität von O/W-Emulsionen

In Kapitel 7.2.1.1 konnte gezeigt werden welchen Einfluss der Quotient $\Sigma\text{PE}+\text{PA} / \text{PI}$ des Präparats auf die Stabilität von O/W-Emulsionen hat. Weiterhin wurde dem PC als Emulgator ein positiver Einfluss auf die Stabilität von Emulsionen zugeschrieben. Wie groß der Einfluss auf die Stabilität ist, soll in diesem Kapitel näher untersucht werden.

Hierzu wurde das Präparat C und D gewählt, wobei sich das Präparat C und D bezüglich der Phospholipidzusammensetzung nur im PC-Gehalt unterschieden. Das Präparat C hatte einen PC-Gehalt von 19 % und das Präparat D von 10,1 %.

Für die Untersuchungen wurden diesen beiden Präparaten jeweils 20 % eines PC-, LPC-, PE-, PI- und PA-Präparats zugesetzt. Die Phospholipidzusammensetzung ist in Kapitel 4.5.3 dargestellt.

Die Charakterisierung der Stabilität der O/W-Emulsionen erfolgte mit den in Kapitel 4.6 beschriebenen Verfahren der Aufrahmrates 1 Stunde, 24 Stunden und 7 Tage nach der Herstellung. Im Anhang Kapitel 11.7.5 sind die Aufrahmrates dargestellt.

Abbildung 39 zeigt die Aufrahmrungsrate [%] der O/W-Modellemulsionen mit den Präparaten C und D als Emulgator nach 7-tägiger Lagerung.

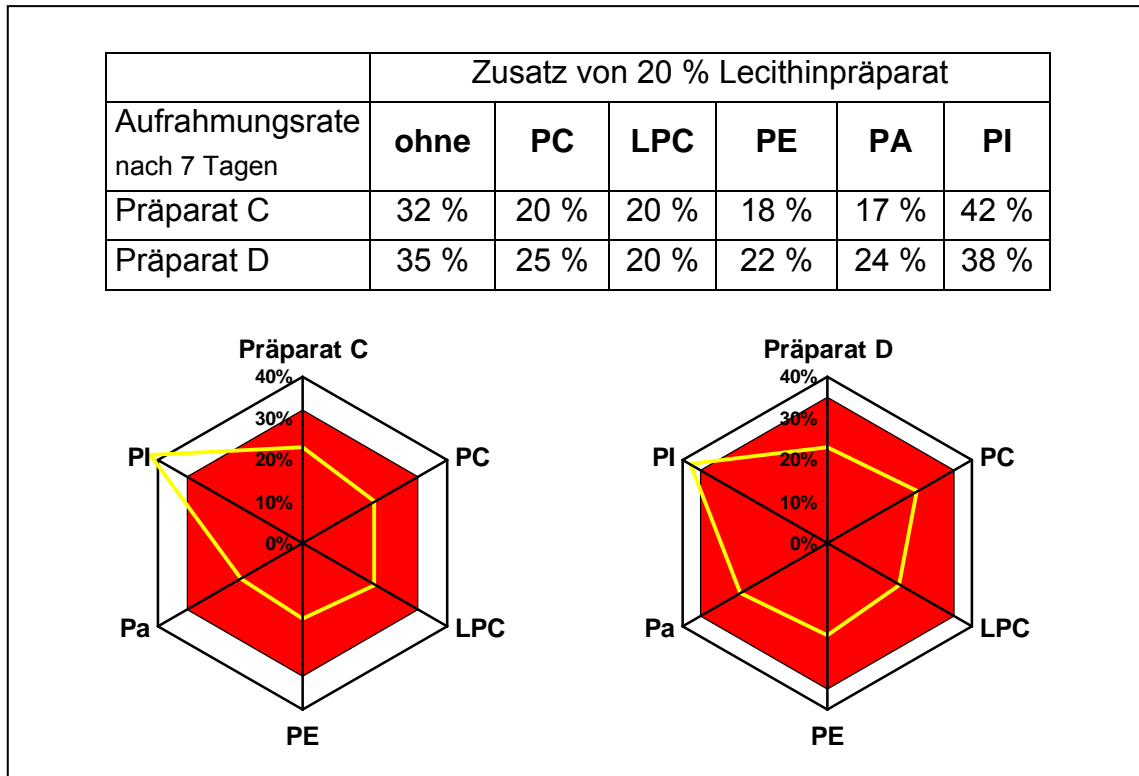


Abb. 39: Einfluss des PC-Gehalts des Emulgators auf die Gesamtstabilität und Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Stabilität von O/W-Emulsionen 7 Tage nach der Herstellung

Die Herstellung der Modellemulsionen mit dem Präparat C als Emulgator mit einem PC-Gehalt von 19 % führte nach 7 Tagen zu einer Aufrahmung von 32 %, mit dem Präparat D mit einem PC-Gehalt von 10,1 % zu einer Aufrahmung von 35 %. Die Zugabe des PI-Präparats führte bei beiden Präparaten zu einer Verschlechterung der Stabilität der Emulsion und damit zu einer Erhöhung der Aufrahmung. Eine Beimischung von 20 % der PC-, LPC-, PE- und PA-Präparate führte hingegen bei allen Modellemulsionen zu einer Verringerung der Aufrahmung. Bei Präparat C wurde die Aufrahmrungsrate von 32 % auf 17 % bis 20 % verringert. Auch bei dem Präparat D reduzierten die Zugaben die Aufrahmung, allerdings nur von 35 % auf 20 % bis 25 %.

Eine hohe Ausgangskonzentration des PC-Gehalts als Emulgator eines Präparats ist daher sowohl eine positive Einflussgröße auf die Gesamtstabilität einer O/W-Emulsion, als auch ein wichtiger Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Stabilität einer Emulsion.

7.2.4 Einfluss des PC-Gehalts des Emulgators auf die Tropfengröße bzw. -verteilung und Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Tropfengröße bzw. -verteilung von O/W-Emulsionen

Die Charakterisierung der Tropfengröße und -verteilung der O/W-Emulsionen erfolgte mittels Coulter LS 230 1 Stunde, 24 Stunden und am 7. Tag nach der Herstellung. Die Ergebnisse sind im Anhang Kapitel 11.7.5 tabellarisch dargestellt.

In Abbildung 40 sind die Messwerte des mittleren oberflächenbezogenen Tropfendurchmessers $d_{3,2}$ der O/W-Modellemulsionen nach einer Lagerung von 7 Tagen dargestellt. Die Emulsionen mit dem Präparat C als Emulgator, mit einem PC-Gehalt von 19 %, wurden blau und die Emulsion mit dem Präparat D, mit einem PC-Gehalt von 10,1 %, rot als Säulendiagramm abgebildet.

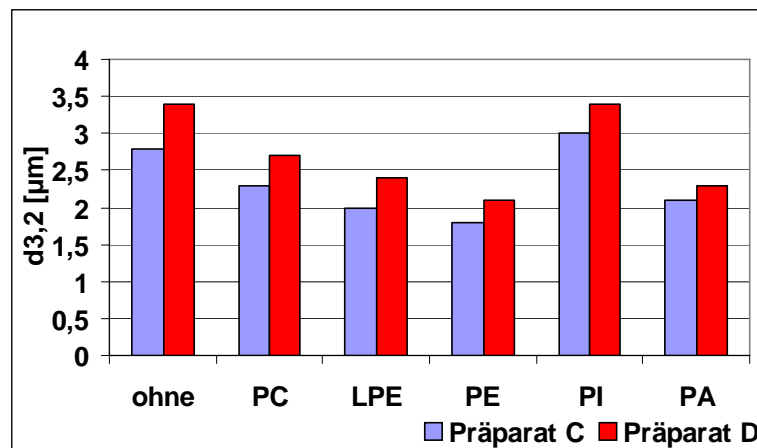


Abb. 40: Einfluss des PC-Gehalts des Emulgators auf den $d_{3,2}$ und Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf den $d_{3,2}$ der O/W-Modellemulsion 7 Tage nach der Herstellung

Aus Abbildung 40 wird deutlich, dass die Modellemulsionen, die mit dem Präparat D als Emulgator hergestellt wurden, durchgängig einen größeren $d_{3,2}$ besaßen als die Emulsionen, die mit dem Präparat C hergestellt wurden. Die Modellemulsion mit dem Präparat C besaß einen $d_{3,2}$ von 2,8 µm und die Emulsion mit dem Präparat D von 3,4 µm. Die Zugabe des PI-Präparats führte bei den Präparaten zu einer Vergrößerung bzw. Konstanz des $d_{3,2}$. Bei dem Präparat C zu einer Vergrößerung von 0,2 µm und bei dem Präparat D zu einer Konstanz.

Die Beimischung von 20 % des PC-, LPC-, PE- und PA-Präparats als Emulgator zum Lecithinpräparat C bzw. D verursachte hingegen bei allen Modellemulsionen eine Verkleinerung des Tropfendurchmessers, wobei die Verringerung des $d_{3,2}$ parallel zur Tropfenausgangsgröße verlief, d.h. der Tropfendurchmesser des Präparats C war immer kleiner als der entsprechende des Präparats D.

Eine hohe Ausgangskonzentration des PC-Gehalts eines Präparats ist daher sowohl eine Einflussgröße auf den Tropfendurchmesser $d_{3,2}$ einer O/W-Emulsion, als auch ein wichtiger Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf den $d_{3,2}$ einer Emulsion.

Dieses spiegelte sich auch in der Tropfengrößenverteilung wieder. Wie in Kapitel 4.6.3.3 beschrieben, wurde für die Betrachtung der Tropfengrößenverteilung der mittlere volumenbezogene Tropfendurchmesser ($d_{4,3}$) herangezogen, da bei dieser Darstellung die großen Tropfen in der Verteilung mehr ins Gewicht fallen. In Abbildung 41 wurde die Tropfengrößenverteilung des Präparats C (blau) und des Präparats D (rosa) dargestellt.

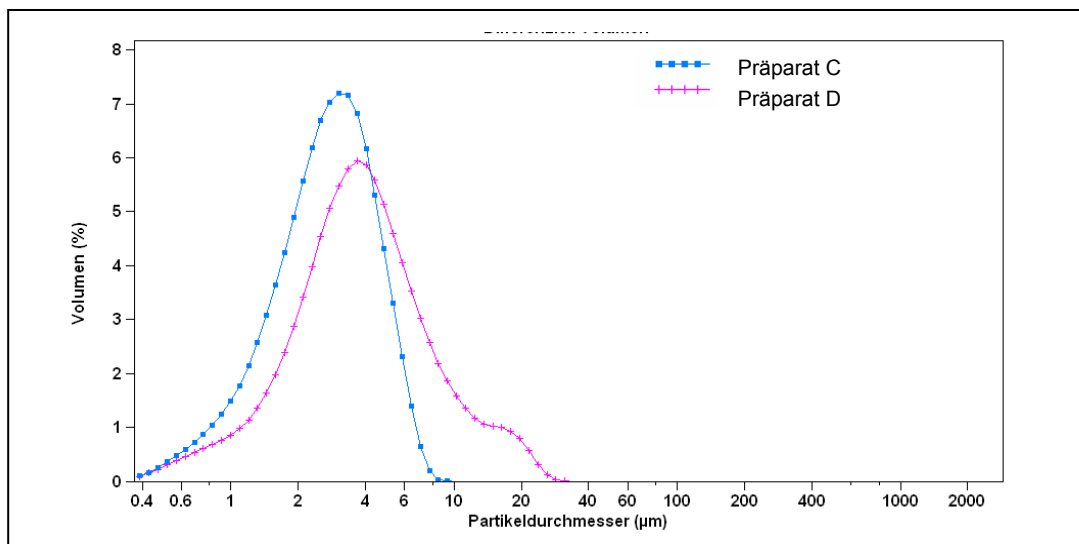


Abb. 41: Volumenbezogene Tropfengrößenverteilung der O/W-Modellemulsionen mit den Präparaten C und D als Emulgator 7 Tage nach der Herstellung

Bei der Tropfengrößenverteilung des Präparats C handelte es sich mehr oder weniger um eine Normalverteilung. Während das Präparat D eine sehr breite Tropfengrößenverteilung aufwies, mit einem hohen Anteil großer Tropfen.

Ein Zusatz des PC-Präparats führte bei dem Präparat C als Emulgator zu einer zusätzlichen Verschmälerung der Normalfunktion, während diese Zugabe bei dem Präparat D zu einer Normalfunktion der Tropfengrößenverteilung führte, wie sie von dem Präparat C ohne Zugabe des PC-Präparats erzielt wurde. Die Funktionen sind in Abbildung 42 dargestellt.

7. Anwendungsversuche - Lebensmittelemulsionen

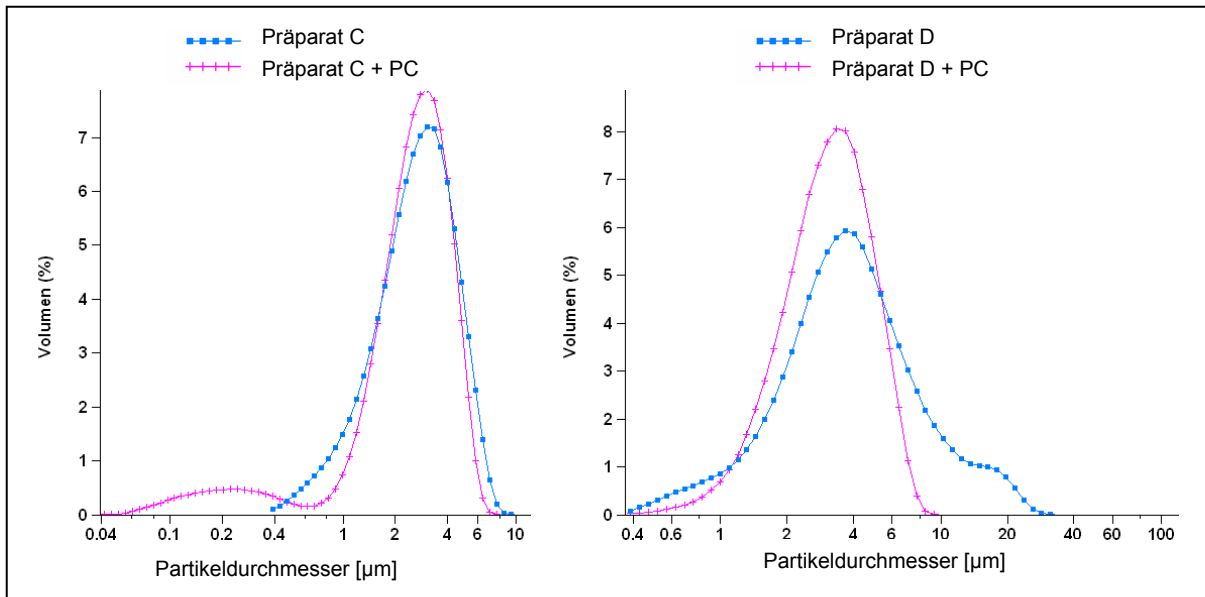


Abb. 42: Volumenbezogene Tropfengrößenverteilung der O/W-Modellemulsionen mit den Präparaten C und D mit 20 % des PC-Präparats als Emulgator 7 Tage nach der Herstellung

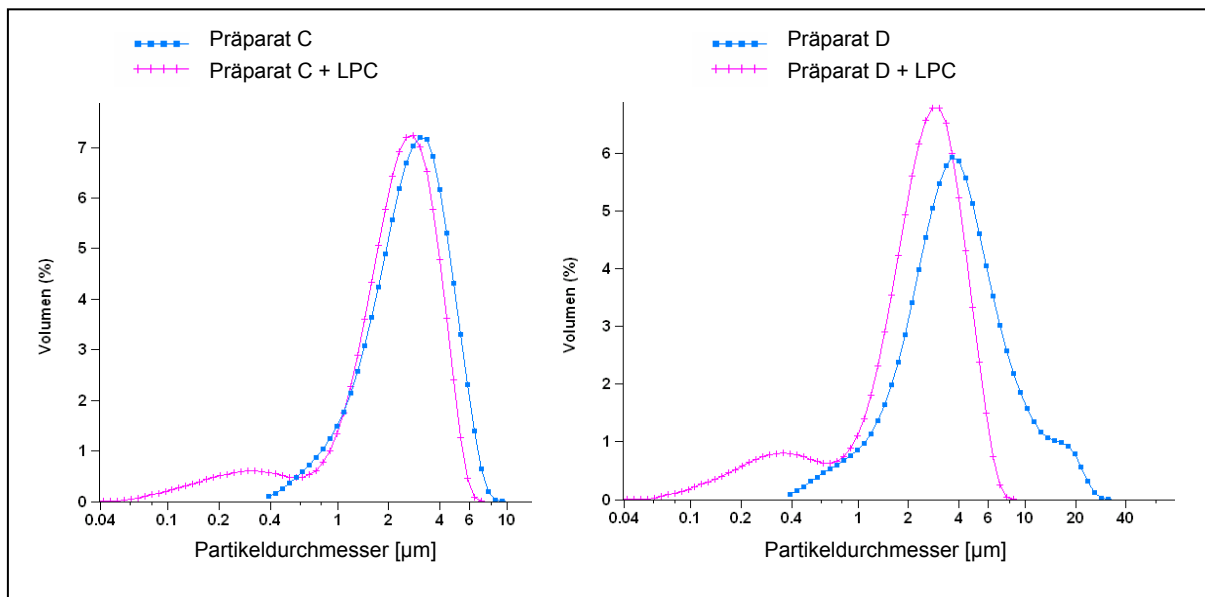


Abb. 43: Volumenbezogene Tropfengrößenverteilung der O/W-Modellemulsionen mit den Präparaten C und D mit 20 % des LPC-Präparats als Emulgator 7 Tage nach der Herstellung

Das Präparat C mit einer Zugabe des LPC-Präparats führte zu einer Verschiebung der gesamten Funktion zu den kleineren Tropfendurchmessern, wobei sich ein Anteil kleinerer Tropfen gebildet hatte. Die sehr breite Tropfengrößenverteilung des Präparats D zeigte nach der Beimischung des LPC-Präparats eine Verschmälerung der Funktion, mit gleichzeitiger Verschiebung zu den kleineren Tropfen. Zusätzlich hatte sich ein Anteil an kleineren Tropfen gebildet. Die Funktionen sind in Abbildung 43 dargestellt.

7. Anwendungsversuche - Lebensmittelemulsionen

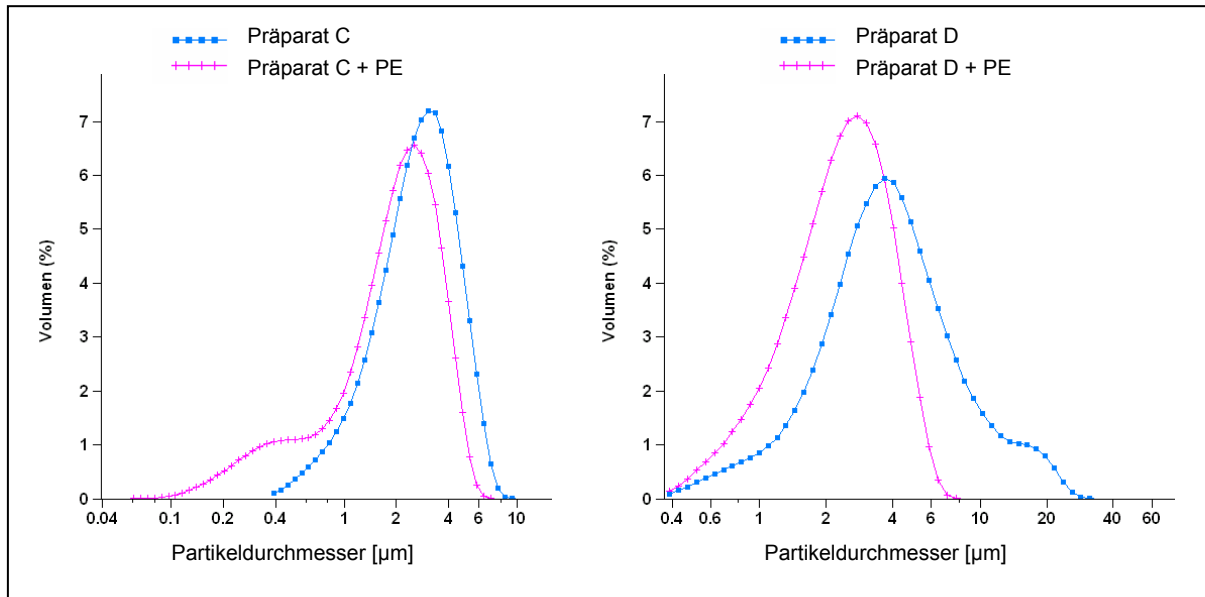


Abb. 44: Volumenbezogene Tropfengrößenverteilung der O/W-Modellemulsionen mit den Präparaten C und D mit 20 % des PE-Präparats als Emulgator 7 Tage nach der Herstellung

Die Zugabe des PE-Präparats zu dem Präparat C führte zu einer Verschiebung der gesamten Funktion zu kleineren Tropfendurchmessern, wobei sich ein Anteil kleinerer Tropfen gebildet hatte. Die breite Tropfengrößenverteilung des Präparats D zeigte nach der Beimischung des PE-Präparats wieder eine Verschmälerung der Funktion mit gleichzeitiger Verschiebung zu den kleineren Tropfen. Zusätzlich hatte sich ein Anteil an kleineren Tropfen gebildet. Die Funktionen sind in Abbildung 44 dargestellt.

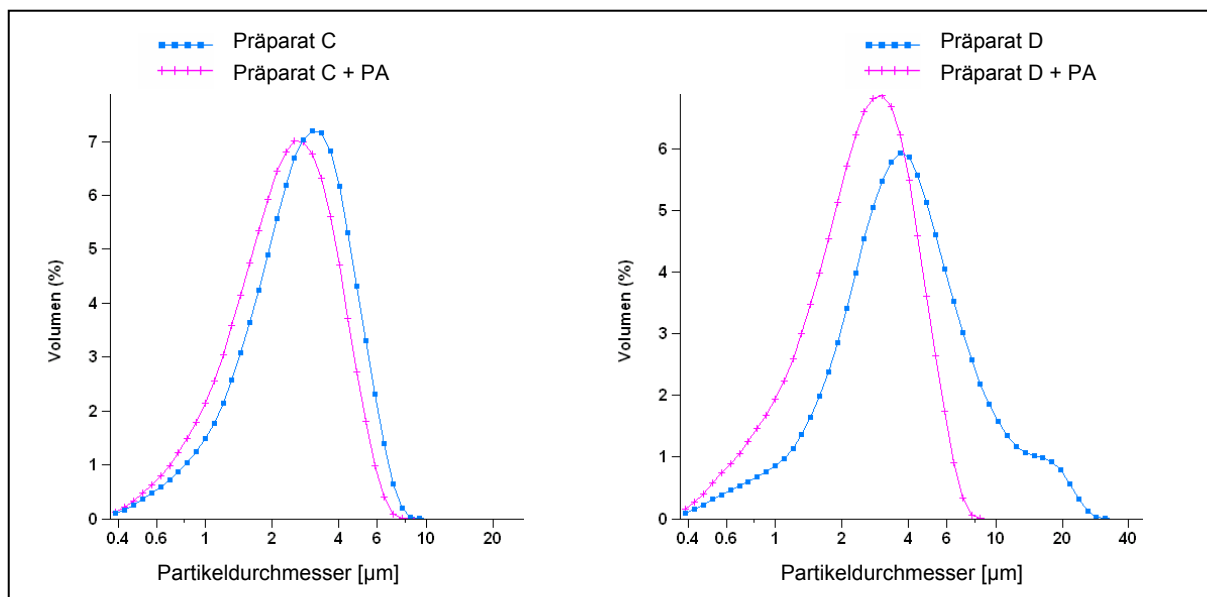


Abb. 45: Volumenbezogene Tropfengrößenverteilung der O/W-Modellemulsionen mit den Präparaten C und D mit 20 % des PA-Präparats als Emulgator 7 Tage nach der Herstellung

7. Anwendungsversuche - Lebensmittelemulsionen

Auch die Zugabe des PA-Präparats zu dem Präparat C als Emulgator führte zu einer Verschiebung der gesamten Normalfunktion. Die breite Tropfengrößenverteilung des Präparats D wurde nach der Beimischung des PA-Präparats etwas verschmälert und die gesamte Funktion zu den kleineren Tropfen verschoben. Die Verteilungen sind in Abbildung 45 dargestellt.

Die Zugabe von PI führte, wie bereits festgestellt, zu einer Verschlechterung der Stabilität und des Tropfendurchmessers. Durch die Beimischung zum Präparat C wurde die Normalfunktion nach rechts, also zum größeren Tropfendurchmesser verschoben, wobei sich ein Anteil kleinerer Tropfen gebildet hatte. Die Funktion der Tropfengrößenverteilung des Präparats D als Emulgator hatte sich durch die Zugabe des PI-Präparats noch weiter verbreitert. Die Funktion ist in Abbildung 46 dargestellt.

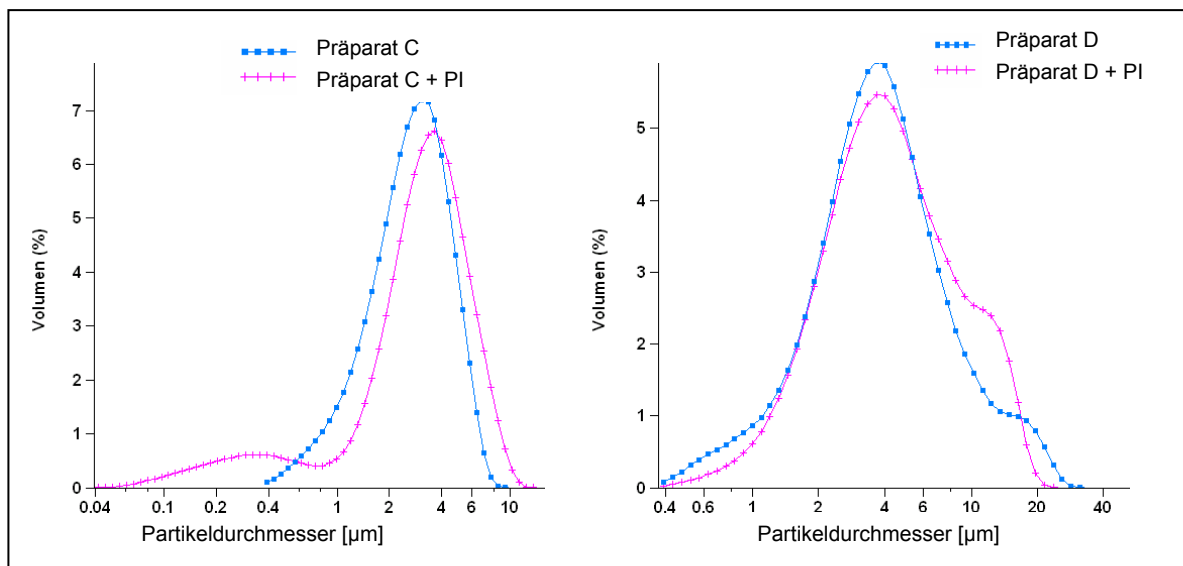


Abb. 46: Volumenbezogene Tropfengrößenverteilung der O/W-Modellemulsionen mit den Präparaten C und D mit 20 % des PI-Präparats als Emulgator 7 Tage nach der Herstellung

Die Ausgangskonzentration des PC-Gehalts eines Präparats ist daher sowohl eine Einflussgröße auf die Tropfengrößenverteilung einer O/W-Emulsion, als auch ein Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Tropfengrößenverteilung einer Emulsion.

Mit den durchgeführten Untersuchungen im Bereich O/W-Emulsionen konnte ein Zusammenhang zwischen der gesamten Phospholipidzusammensetzung der Rapslecithinpräparate als Emulgator und der Stabilität bzw. der Tropfengröße und -verteilung der O/W-Emulsionen aufgezeigt werden.

8. Ergebnisse und Diskussion der Anwendungsversuche von Rapslecithin im Backbereich

Für die Prüfung des Rapslecithins als Backverbesserer und um den Einfluss der PL, der GL, der PC-an und der PC-ab Präparate auf das Backverhalten in Weißbrot zu untersuchen, wurden die in Kapitel 4.5.2 hergestellten Lecithinpräparate verwendet. Die Charakterisierung und Auswertung erfolgte mit dem in Kapitel 4.7 beschriebenen Standardkastenbackversuch für Weißbrot (Standardmethode für Getreide, Mehl und Brot“ (ICC-Standard Nr.131)).

Im Folgenden werden die für die Auswertung der Backergebnisse herangezogenen wertgebenden Parameter wie Volumenausbeute, Porenbild und Krumenbeschaffenheit an den durchgeführten Backversuchen näher erläutert und bildlich dargestellt.

Der Parameter der Volumenausbeute des Brots wurde über das ermittelte verdrängte Volumen von Rapssaat durch das Brot in dem Gerät nach NEUMANN bestimmt. Die Volumenausbeute ist das Maß, wie stark das Brot „aufgegangen“ ist, d.h. wie groß es ist. In Abbildung 47 sind Brote mit verschiedenen Volumenausbeuten dargestellt.

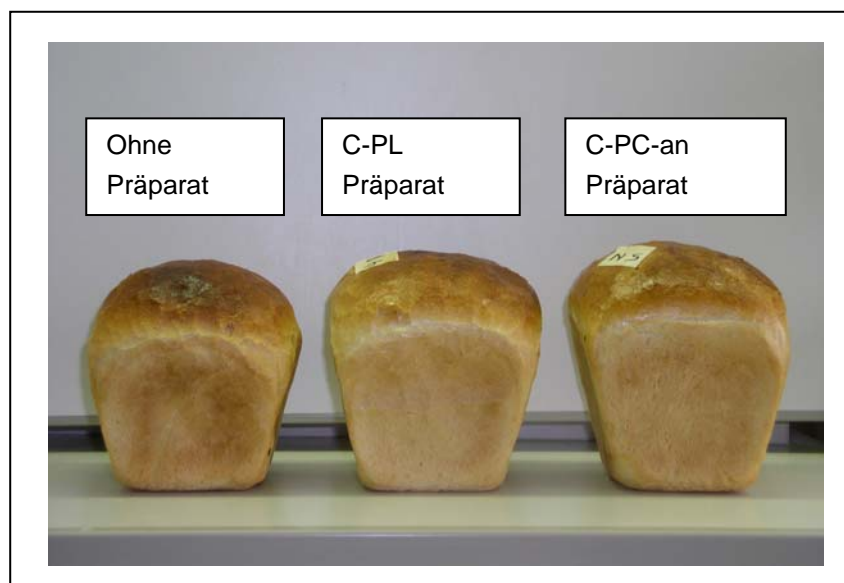


Abb. 47: Volumenausbeuten eines Brots ohne Zusatz eines Lecithinpräparats, mit dem der PL-Fraktion und mit dem der PC-an-Fraktion des Lecithinpräparats C

8. Anwendungsversuche - Backbereich

Das Porenbild eines Brots wurde nach dem Notenprinzip anhand von Vergleichsbildern nach DALLMANN ermittelt. Die wertgebenden Parameter des Porenbilds sind Größe und Regelmäßigkeit. Die sensorische Auswertung der Krumenbeschaffenheit wird über die Merkmalsausprägung wie zart, wollig und grob bepunktet.

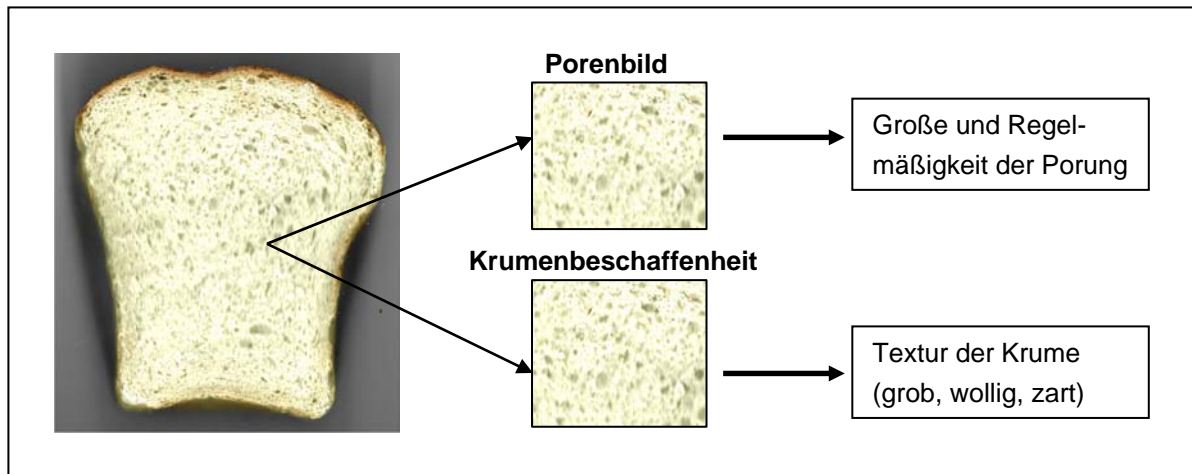


Abb. 48: Poren- und Krumenbeschaffenheit des Brots mit dem C-PC-an Lecithinpräparat

Mit der Volumenausbeute und dem Porenbild lässt sich die Backzahl berechnen. Bezieht man die Krumenbeschaffenheit mit ein, berechnet sich die Wertzahl (siehe Abbildung 49). Mit dieser berechneten Wertzahl lassen sich die Backeigenschaften und Güte der Brote direkt miteinander vergleichen.

$$\text{Backzahl} = \frac{\text{Volumenfaktor} \times \text{Porenfaktor}}{100}$$
$$\text{Wertzahl} = \frac{\text{Volumenfaktor} \times \text{Porenfaktor}}{100} \pm \text{Krumenwert}$$

Abb. 49: Berechnung der Back- und Wertzahl eines Brots

8.1 CHARAKTERISIERUNG DER BACKEIGENSCHAFT VON LECITHIN-PRÄPARATEN IM STANDARDKASTENBACKVERSUCH

In den Abbildungen 50, 51 und 52 sind die Ergebnisse des Backversuchs dargestellt. Zur Auswertung wurden die Parameter der Volumenausbeute, Porenbild und Krumenbeschaffenheit herangezogen und die Wertzahl daraus errechnet. Die gesamten Ergebnisse der Backversuche sind im Anhang Kapitel 11.8 dargestellt.

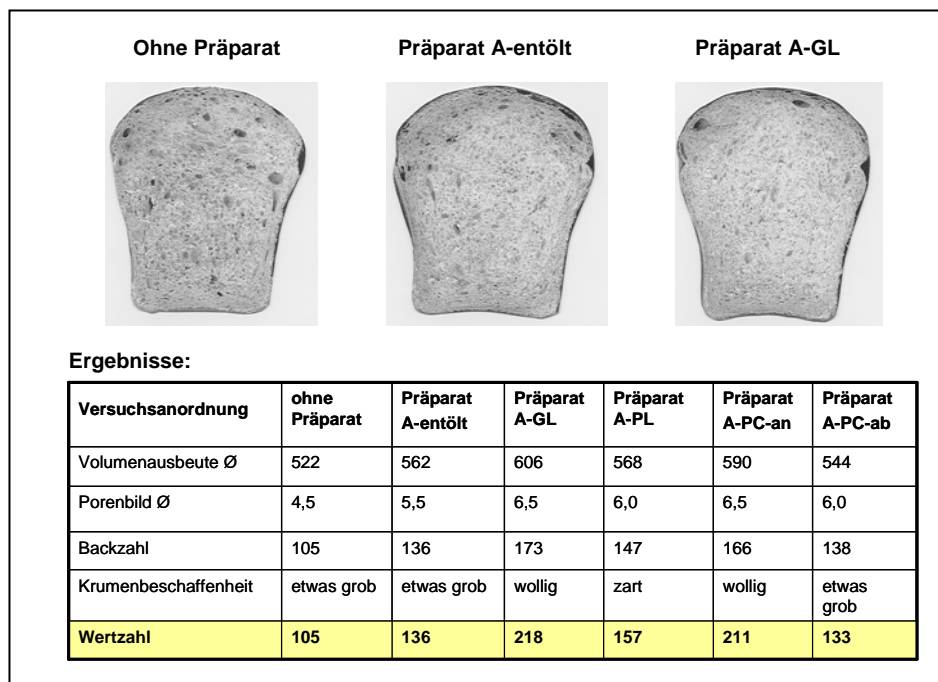


Abb. 50: Backergebnisse des Präparats A mit den Parametern der Volumenausbeute, Porenbild bzw. Krumenbeschaffenheit und der sich daraus errechneten Wertzahl

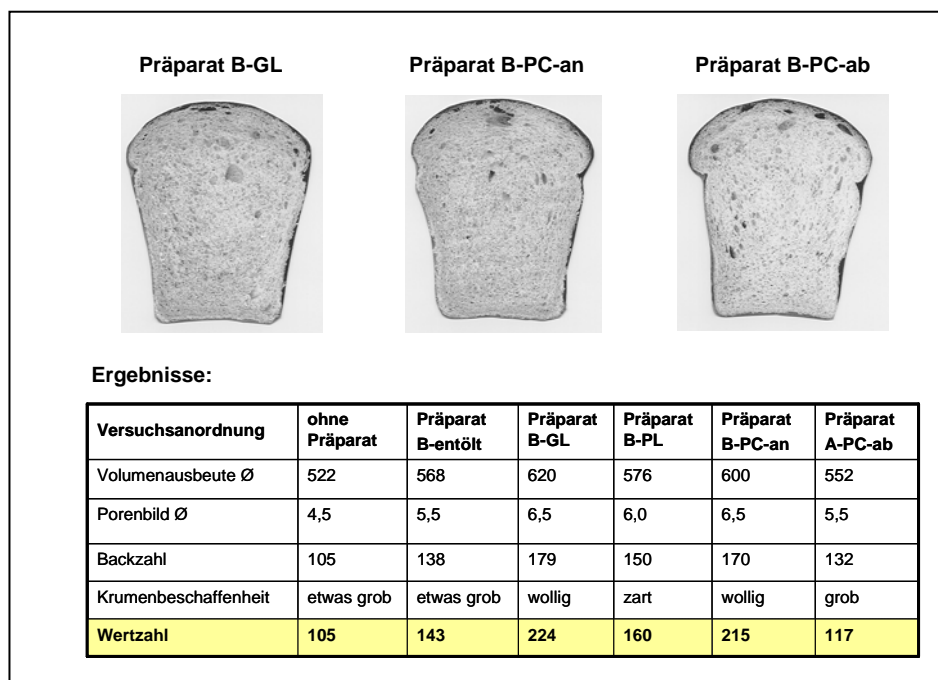


Abb. 51: Backergebnisse des Präparats B mit den Parametern der Volumenausbeute, Porenbild bzw. Krumenbeschaffenheit und der sich daraus errechneten Wertzahl

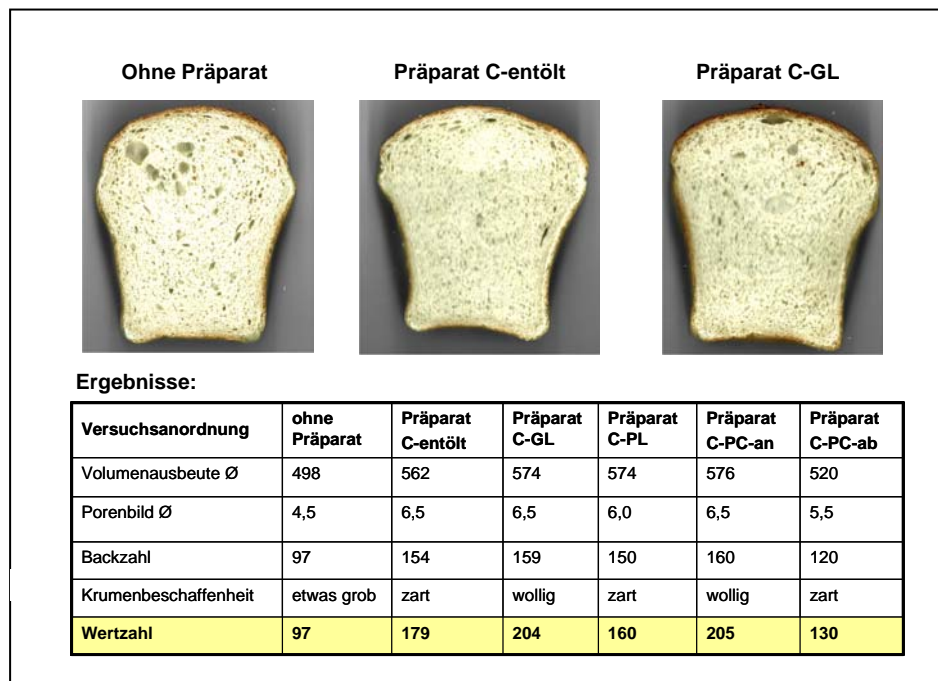


Abb. 52: Backergebnisse des Präparats C mit den Parametern der Volumenausbeute, Porenbild bzw. Krumenbeschaffenheit und der sich daraus errechneten Wertzahl

In Übereinstimmung mit JODLBAUER 1977, ADAMS et al. 1991, GHYCZY 1995 und HELMERICH und KOEHLER 2003b führte die Verwendung aller drei entölte Lecithinpräparate (A-entölt, B-entölt bzw. C-entölt) zu einem besseren Backverhalten als ohne Präparat. Das Präparat C zeigte das beste Backverhalten mit einer Wertzahl von 179. Die PL-Präparate aus allen Saaten ergaben eine Wertzahl um 160. Diese lag zumeist höher als bei den entölte Präparaten, da in den PL-Präparaten nur funktionelle Bestandteile enthalten waren, im Gegensatz zum entölte Präparat. Es war daher sinnvoll, die PC-ab und PC-an Präparate mit den PL-Präparaten zu vergleichen. Die PC-an Präparate zeigten in Übereinstimmung mit JODLBAUER 1977, HELMERICH und KOEHLER 2003b und WITHEURST 2004 ein besseres Backverhalten als die PL-Präparate. Die Wertzahlen des PC-an Präparats A, B und C lagen durchgängig über 200, wobei das Präparat B die besten Eigenschaften mit einer Wertzahl von 215 aufwies.

Die PC-ab Präparate zeigten schlechte Backeigenschaften, die Wertzahlen hatten nur einen geringfügig höheren Wert, als die Brote, die ohne Präparate verbacken wurden.

Die besten Backeigenschaften, neben den PC-an Präparaten, besaßen in Übereinstimmung mit WITHEURST 2004, die GL-Präparate mit einer Wertzahl über 200, wobei das Präparat B die besten Backeigenschaften mit einer Wertzahl von 224 aufzeigte.

JODLBAUER 1977 und ADAMS et al. 1991 verwendeten zum Vergleich der Backeigenschaften nicht die Wertzahl, sondern stützten ihre Aussagen nur auf den Parameter der Volumenausbeute. Sie zeigten, dass die glycolipidreichen Lecithine zu vergleichbaren Brotvolumina, wie die PC-angereicherten Lecithine führen.

Diese Aussage konnte bestätigt werden. Das Brot, das mit dem PC-an Präparat C verbacken wurde, zeigte ein Volumen von 576 cm^3 und das mit dem GL-Präparat C zeigte ein Volumen von 574 cm^3 . Mit den GL-Präparaten A und B besaßen die Brote sogar ein größeres Volumen, als die entsprechenden mit den PC-an Präparaten. Die Volumenausbeute mit dem GL-Präparat A lag bei 606 cm^3 und mit dem PC-an Präparat C nur bei 590 cm^3 . Mit dem GL-Präparat C lag die Volumenausbeute des Brots bei 620 cm^3 und mit dem des PC-an Präparats nur bei 600 cm^3 .

Mit den durchgeführten Standardbackversuchen konnten die unterschiedlichen Backeigenschaften von Lecithin-, PC-an-, PC-ab-, PL- und GL-Präparaten aus verschiedenen Sorten, im Vergleich, herausgestellt werden.

9. Zusammenfassende Diskussion der Ergebnisse mit Ausblick

Im ersten Teil der Arbeit wurde ein analytisches Instrumentarium für die Untersuchung von Rapssaaten auf die natürliche Variabilität bezüglich der Lipidzusammensetzung und der Minor Komponenten entwickelt. Das analytische Instrumentarium gliedert sich zum einen in ein Aufarbeitungsschema, um die lipophilen und hydrophilen Substanzen aus den Saaten zu gewinnen und zum anderen in eine sich anschließende HPTLC-Analytik für die Charakterisierung und Quantifizierung der Phospho- sowie Glycolipide, Kohlenhydrate, Phenolsäuren und Sterole bzw. die gaschromatische Analytik für die Untersuchung der Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride und Phospholipide.

Das Aufarbeitungsschema wurde so konzipiert, daß bei der Gewinnung der Lipide eine Fraktionierung in die verschiedenen Lipidklassen erfolgte, da sich in der Arbeit von LANGE und FIEBIG 1999 gezeigt hat, dass eine Trennung der polaren Lipide prinzipiell möglich ist, eine Quantifizierung der individuellen polaren Lipide jedoch schwierig ist aufgrund der Vielzahl der sehr ähnlichen Verbindungen dieser Stoffgruppe. Das in dieser Arbeit entwickelte Aufarbeitungsschema ermöglicht eine Extraktion bzw. Fraktionierung der verschiedenen Lipidklassen, Kohlenhydraten und Minorbestandteile, wie Phenolsäuren, Sterole und Farbstoffen aus der Rapssaat. Mit dieser Aufarbeitung besteht erstmalig die Möglichkeit die verschiedenen Substanzgruppen zu isolieren und gleichzeitig die Lipide in die Lipidklassen wie Triglyceride, Phospho- und Glycolipide zu fraktionieren.

Mit der sich anschließenden HPTLC-Analytik und den für die Stoffgruppen entwickelten verschiedenen mobilen Phasen und Detektionsverfahren können die Zusammensetzung, die Art und Menge der vorkommenden Polarlipide, Kohlenhydrate, Phenolsäuren und Sterole bestimmt werden.

Weiterhin ermöglicht sie eine Identifizierung der Phospholipide und Glycolipide. Neben den Phospholipiden, werden die Lyso-Verbindungen voneinander getrennt. Die HPTLC eröffnet aufgrund ihrer niedrigen Nachweisgrenzen für polare und unpolare Komponenten die Möglichkeit, eine komplette Analyse mit geringen Mengen durchzuführen. Für die Phospholipide liegt die für eine Untersuchung benötigte Menge an individuellen Phospholipiden bei 0,2 µg, für die der Glycolipide bei 0,1 µg, für die der Sterole (β -Sitosterol) bei 0,05 µg, für die der Phenolsäuren bei 0,3 µg und für die der Kohlenhydrate bei 1 µg.

Die HPTLC-Methodik erwies sich als ein schnelles, leistungsfähiges einfaches Verfahren zur Bestimmung der Phospholipide und Glycolipide der Pflanzenlecithine. Sie ergänzt und erweitert damit das Anwendungsspektrum der in der Routineanalytik dieser Verbindungen bereits etablierten Methoden (HPLC, ^{31}P -NMR, TLC). Sie eröffnet aufgrund ihrer niedrigen Nachweisgrenzen für polare und unpolare Komponenten des Rapses die Möglichkeit z.B. den Züchtern eine vollständige Analyse aus einem Halbkorn durchzuführen, während das verbleibende Halbkorn zur Anzucht verwendet werden kann. Des Weiteren könnte die entwickelte HPTLC-Analytik in der Gentechnik verwendet werden, da aus einer Aufarbeitung alle Minorkomponenten quantifiziert werden können, was z.B. für die Überprüfung der Expression des „Genes of interest“ bedeutsam ist.

Das entwickelte analytische Instrumentarium zur Extraktion, Trennung und Bestimmung der Minorkomponenten ist dazu geeignet, neben den Lecithinen, Ölen, jeder Art von Pflanzensamen, aber auch von Produkten wie z.B. Margarinen die Lecithine enthalten, die Zusammensetzung zu untersuchen.

Mit dem HPTLC-Instrumentarium und der Gaschromatographie wurde der Saatenpool von zwei Züchtern auf die natürliche Variabilität bezüglich der Lipide, Kohlenhydrate und Minorkomponenten, wie Sinapinsäure und Sterole untersucht. Durch diese Untersuchung stehen erstmalig Datensätze über die Zusammensetzung der Rapssaaten in Bezug auf Lipidprofile, Gehalte und Zusammensetzung an Glyco- und Phospholipiden, sowie die Fettsäuremuster der Phospholipide und Triglyceride, die Gehalte an Kohlenhydraten, β -Sitosterol und Sinapinsäure in verschiedenen Raps-Variabilitäten zur Verfügung. Frühere Arbeiten beschäftigten sich weitgehend mit agronomischen Zielstellungen wie Fettsäurezusammensetzungen (FRIED 1992, SEEHUBER 1987), Glycosinolatgehalten (ANJOU et al. 1977) und Phenolsäuren (SOSULSKI 1981). Diese Arbeit beschäftigt sich erstmalig mit der gesamtheitlichen Zusammensetzung der Rapssaat und gibt einen Überblick über die Spannbreiten der einzelnen Inhaltsstoffe in den verschiedenen Varietäten.

Für die Phospho- und Glycolipide wurde eine natürliche Variabilität zwischen den Minimal- und Maximalgehalten innerhalb des Saatenpools von 140 % bzw. 130 %, für die Kohlenhydrate von 36 %, für die Sterole von 227 %, für die Sinapinsäure von 138 % und für den Gelb- bzw. Grünanteil im Kotyledonenmehl von 163 % und 168 % gefunden.

Für die Ursache der natürlichen Variabilität der polaren Lipide konnten erste morphologische Indizien im Zellaufbau der Saat mittels einer transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchung aufgezeigt werden.

Durch die Untersuchung der verschiedenen Rapsvariabilitäten zweier deutscher Züchter stehen erstmalig repräsentative Datensätze über die Zusammensetzung des Rapssaatenpools in Bezug auf Lipidprofile, Gehalte und Zusammensetzung an Glyco- und Phospholipiden, sowie die Fettsäuremuster der Phospholipide und Triglyceride, die Gehalte an Kohlenhydraten, β -Sitosterol und Sinapinsäure zur Verfügung.

Um innere Zusammenhänge in dem Saatenpool aufzuzeigen und Gruppen von Saaten mit Gemeinsamkeiten bezüglich der Zusammensetzung zu bilden, wurde das erhaltene Datenmaterial einer statistischen Auswertung in Form einer Clusteranalyse unterworfen. Durch die Wahl des Abstraktionsgrades von 4 wurde das Datenmaterial in 9 Cluster eingeteilt. Es stehen hierdurch erstmalig Gruppen bzw. Poole von Saaten mit spezieller Zusammensetzung, wie Sinapinsäure, Kohlenhydrate, Phospho- und Glycolipide zu Verfügung, wobei bei den Saaten mit niedrigem Sinapinsäuregehalt noch zwischen gelben und schwarzen Sorten unterschieden werden kann.

Weiterhin wurde das Datenmaterial aus der Untersuchung der natürlichen Variabilität der Rapssaaten bereits genutzt, um eine Datenbank zu erstellen.

Aus dieser Datenbank und den aus der Clusteranalyse erhaltenen Saatengruppen mit Gemeinsamkeiten können Saaten mit definierter chemischer Zusammensetzung ausgewählt werden. In dieser Arbeit wurde sie genutzt, um Saaten für die Applikationsversuche auszuwählen.

Sie bietet aber auch den Züchtern die Möglichkeit, Saaten mit spezieller Zusammensetzung für den Vermehrungsanbau und die Züchtung auszuwählen, z.B. um glycolipidreiche Sorten, phospholipidreiche Sorten oder aber auch um sinapinsäurearme Sorten zu züchten.

Des Weiteren wurden die Polarlipidgehalte des Saatenpools von der Universität Göttingen bereits genutzt, um eine erste NIRS-Kalibrierung für Phospholipide zu erstellen. Die Kalibrierung könnte in naher Zukunft von den Züchtern in die Routine NIRS-Untersuchung, wie die Ölsäure und Sinapinsäure, mit aufgenommen werden.

Basierend auf der Auswertung über die Clusteranalyse und der erstellten Datenbank wurden in dieser Arbeit eine Rapssorte mit deutlich erhöhtem Phospholipidgehalt, eine gelbe Rübensorte mit niedrigem Sinapinsäuregehalt und eine Rapssorte mit durchschnittlichem Phospholipidgehalt ausgewählt, um Lecithinpräparate für die Anwendungsversuche bereitzustellen.

Aus diesen Saaten wurde nach FOLCH et al. 1957 das Lecithin mittels Chloroform / Methanol gewonnen und acetonisch entölt. Es erfolgte weiterhin zum einen eine Fraktionierung nach LANGE et al. 1991 in ein phosphatidylcholinangereichertes bzw. phosphatidylcholinabgereichertes Lecithin mittels ethanolischer Extraktion und zum anderen wurde eine Methode entwickelt, die eine Fraktionierung in die Einzelphospholipide mittels Säulenchromatographie ermöglicht. Hierzu wurde eine Glassäule mit Kieselgel und Hexan / Isopropanol / Wasser als Elutionsmittel verwendet und die Fraktionen in gewünschter Reinheit geschnitten.

Durch Abmischung dieser Lecithine, Fraktionen und Einzelphospholipide wurden Lecithinpräparate mit definierter Phospholipidzusammensetzung für die Applikationsversuche bereitgestellt. Die Einstellung erfolgte basierend auf der von PARDUN 1989, BERGENSTAHL 1991, GHYCZY 1995, JOHANNSSON und BERGENSTAHL 1995 und SCHNEIDER 1997 beschriebenen Funktionalität im Anwendungsbereich für Emulsionen.

Das Prinzip der Lecithingewinnung, Fraktionierung und Abmischung zur Bereitstellung von Lecithinpräparaten mit definierter Phospholipidzusammensetzung kann in Zukunft genutzt werden, um weitere Untersuchungen der Struktur-Wirkungsbeziehungen durchzuführen.

Mit den durchgeführten Anwendungsversuchen im Bereich der W/O-Emulsionen konnten die von SCHNEIDER 1997 beschriebene verbesserte Stabilität von Emulsionen die unter Verwendung von PC-abgereicherten Lecithinen als Emulgator hergestellt wurden tendenziell bestätigt werden. Der von BERGENSTAHL 1991 beschriebene größere Einfluss des PI-Gehalts des Lecithins auf die Stabilität der Emulsionen gegenüber der des PC-Gehalts konnte nicht bestätigt werden. Es konnte jedoch in Übereinstimmung mit BERGENSTAHL 1991 gezeigt werden, dass der Quotient PI/PE der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate wichtiger und ausschlaggebender ist für die Stabilität, als der Quotient PC/PE. Der von JOHANNSSON und BERGENSTAHL 1995 hergestellte Zusammenhang zwischen der zunehmenden Polarität der Phospholipidzusammensetzung der Lecithinpräparate zur abnehmenden Stabilität von Emulsionen konnte nicht bestätigt werden.

Da die in der Literatur beschriebenen Zusammenhänge zwischen Zusammensetzung des Präparats und der Stabilität von W/O-Emulsionen nur unzureichend dazu geeignet sind, die Stabilität zu prognostizieren, wurde ein anderer Ansatz verfolgt. Es wurde die Problemstellung von der molekularen Geometrie der Phospholipide angegangen. Mit diesem Ansatz konnte mit den durchgeführten Applikationsuntersuchen im Bereich W/O-Emulsionen ein Modellsystem erstellt werden, um Prognosen zu treffen, über die Eignung eines Rapslecithinpräparats als W/O-Emulgator in Bezug auf die Stabilität, die Tropfengröße bzw. -verteilung und die rheologischen Eigenschaften.

Es konnte gezeigt werden, dass ein systematischer Zusammenhang zwischen dem Index des Quotienten $\Sigma\text{PC}+\text{LPC}+\text{PI}+\text{PA} / \text{PE}$ aus den hydrophilen und hydrophoben Phospholipiden und der Stabilität besteht. Indices mit den Gehalten von 2,6 bis 3,9 führen zu instabilen W/O-Emulsionen, während Indices von 1,9 bis 2,5 zu stabilen W/O-Emulsionen führen.

Dieser Zusammenhang der Phospholipidzusammensetzung und der Stabilität ist auf die Tropfengröße bzw. den mittleren oberflächenbezogenen Tropfendurchmesser $d_{3,2}$ übertragbar. Die Modellemulsionen zeigen einen linearen Zusammenhang zwischen dem Index des Quotienten $\Sigma\text{PC}+\text{LPC}+\text{PI}+\text{PA} / \text{PE}$ und dem Tropfendurchmesser. Auch die rheologischen Eigenschaften der W/O-Emulsionen, wie Viskosität und Fließgrenze verhalten sich parallel zur Stabilität und Tropfengröße.

Dieser Erkenntnisse können in der Zukunft genutzt werden, um für Rapslecithine den Anwendungsbereich, wie z.B. die Margarinen und low-fat Produkte zu erweitern.

Mit den durchgeführten Applikationsuntersuchungen im Bereich O/W-Emulsionen konnte erstmalig ein Zusammenhang zwischen der gesamten Phospholipidzusammensetzung der Rapslecithinpräparate und der Stabilität bzw. der Tropfengröße und -verteilung der O/W-Emulsionen aufgezeigt werden.

Es konnte in Übereinstimmung mit PARDUN 1988 und GHYCZY 1995 gezeigt werden, dass eine hohe Konzentration des PC-Gehalts im Präparat eine positive Einflussgröße auf die Stabilität einer O/W-Emulsion ist.

Es wurde aber zusätzlich gezeigt, dass ein hoher PC-Gehalt im Präparat nicht nur eine positive Einflussgröße auf die Gesamtstabilität sowie die Tropfenverteilung einer O/W-Emulsion ist, sondern auch, dass eine hohe Ausgangskonzentration ein wichtiger Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Stabilität bzw. auf die Tropfenverteilung ist.

Die von PARDUN 1988 und GHYCZY 1995 beschriebene Co-Emulgator Funktion des PE zum PC konnte nicht bestätigt werden. Auch die von PARDUN 1989 beschriebene bessere Funktionalität von PI und PA auf die Stabilität von O/W-Emulsionen im Gegensatz zum PC und PE im Präparat konnte nicht beobachtet werden.

Es konnte vielmehr gezeigt werden, dass das Verhältnis von PE, PA und PI im Präparat entscheidend ist für die Stabilität und Tropfengröße einer O/W-Emulsion. Ein Verhältnis von $\Sigma PE+PA / PI > 1$ im Präparat führt nach 7-tägiger Lagerung zu stabilen O/W-Emulsionen mit einer Aufrahmungsrate unter 25 %. Dagegen führt ein Verhältnis $\Sigma PE+PA / PI < 1$ zu instabilen O/W-Emulsionen mit einer Aufrahmungsrate größer 25 %. Modellemulsionen mit dem Verhältnis $\Sigma PE+PA / PI > 1$ führen zu O/W-Emulsionen, die nur sehr geringe Koaleszenzerscheinungen während der 7-tägigen Lagerung zeigen. Der Tropfendurchmesser bleibt weitgehend konstant. Bei den Modellemulsionen mit dem Verhältnis $\Sigma PE+PA / PI < 1$ ist eine vermehrte Tropfengrößenzunahme bedingt durch Koaleszenzerscheinungen sichtbar.

Die Ergebnisse des Modellsystems könnten in Zukunft die Anwendungsmöglichkeiten des Rapslecithins, z.B. im Bereich der Mayonnaisen und der Salatsoßen erweitern.

Mit den ermittelten Zusammenhängen zwischen Zusammensetzung der Lecithinpräparate und der Stabilität bzw. Tropfenverteilung in den Modelllebensmittelemlusionen sind die Grundlagen für die Anwendung von Rapslecithin erweitert worden. Sie ermöglicht es, die Präparate für die gewünschte Anwendung wie W/O- und O/W-Emulsionen auszuwählen bzw. einzustellen. Diese Erkenntnisse können in Zukunft genutzt werden, um sie auf Produktemulsionen zu übertragen und Rapslecithin für die Anwendung zugänglicher zu machen.

In den Anwendungsversuchen im Backbereich mittels Standardkastenbackversuch konnte in Übereinstimmung mit JODLBAUER 1977, ADAMS et al. 1991 und GHYCZY 1995, die sich mit Sojalecithin und weizenmehleigenem Lecithine beschäftigten, gezeigt werden, dass auch die Verwendung von Lecithinpräparaten des Rapses zu einem besseren Backverhalten als ohne Lecithinpräparat führen. Die PC-angereicherten- und Glycolipidpräparate wiederum zeigen ein besseres Backverhalten als die Präparate selbst, während die PC-abgereicherten Präparate ein vergleichbares Backverhalten aufweisen, wie die Brote, die ohne Lecithinpräparat verbacken werden.

Die in den Standardkastenbackversuchen für Weizenbrot gezeigten guten Backeigenschaften des Rapslecithins und insbesondere der PC-angereicherten- und der Glycolipidpräparate können in Zukunft mehr genutzt werden und sie werden verstärktes Interesse finden, da das Rapslecithin eine gute Alternative zum transgenen Sojalecithin bietet.

Die erworbenen Kenntnisse über die Funktionalität von Lecithinpräparaten eröffnen neue und erweiterte Möglichkeiten im Bereich der Lebensmittelemulsionen bzw. Backen. Sie tragen dazu bei, dass für das heimische Rapslecithin, in Bezug auf die funktionale Verwendbarkeit, in Zukunft ein breites Anwendungsspektrum erschlossen wird.

10. Zusammenfassung

Lecithin als Sammelbegriff für die bei der Ölraffination anfallenden Polarlipid-reichen Fraktionen stellt ein wichtiges Beiprodukt der Ölsamenfraktionierung dar. Lecithin hat vielfältige Anwendungen im Lebensmittelbereich, vor allem bei den immer mehr an Bedeutung gewinnenden Fertigprodukten. Allerdings wird der Markt mengenmäßig von Sojalecithin beherrscht, obwohl heute weltweit jährlich ca. 200.000 t Rapslecithin anfallen. Dieses liegt unter anderem zum einen bereits an fehlenden Kenntnissen der Lecithinzusammensetzung in verschiedenen Sorten und an einem unzureichenden analytischen Instrumentarium, um diese aus kleinsten Mengen im Züchtungsmaterial zu untersuchen. Und zum anderen an einem unzureichenden Wissen der Funktionalität der Phospholipidzusammensetzung des Rapslecithins im Anwendungsbereich von Lebensmitteln.

Im ersten Teil der Arbeit wurde ein analytisches Instrumentarium für die Untersuchung von Rapssaaten auf die natürliche Variabilität bezüglich der Lipidzusammensetzung und der Minorkomponenten entwickelt. Das Aufarbeitungsschema ermöglicht eine Extraktion von Komponenten verschiedener Lipidklassen, Kohlenhydraten und Minorbestandteilen, wie Phenolsäuren, Sterolen und Farbstoffen.

Mit der sich anschließenden High Performance Thin Layer Chromatography (HPTLC) und den für die Stoffgruppen entwickelten verschiedenen mobilen Phasen und Detektionsverfahren können die Zusammensetzung, die Art und Menge der vorkommenden Polarlipide, Kohlenhydrate, Phenolsäuren und Sterole bestimmt werden. Weiterhin ermöglicht sie eine Identifizierung der Phospholipide und Glycolipide. Neben den Phospholipiden, werden die Lyso-Verbindungen voneinander getrennt. Die HPTLC eröffnet aufgrund ihrer niedrigen Nachweisgrenzen für polare und unpolare Komponenten die Möglichkeit, eine komplette Analyse aus einem Rapskorn durchzuführen. Für die Phospholipide liegt die für eine Untersuchung benötigte Menge an individuellen Phospholipiden bei 0,2 µg, für die der Glycolipide bei 0,1 µg, für die der Sterole (β -Sitosterol) bei 0,05 µg, für die der Phenolsäuren bei 0,3 µg und für die der Kohlenhydrate bei 1 µg.

Mit dem HPTLC-Instrumentarium und der Gaschromatographie wurde der Saatenpool von zwei Züchtern auf die natürliche Variabilität bezüglich der Lipide, Kohlenhydrate und Minorkomponenten, wie Sinapinsäure und Sterole untersucht. Durch diese Untersuchung stehen erstmalig Datensätze über die Zusammensetzung der Rapssaaten in Bezug auf Lipidprofile, Gehalte und Zusammensetzung an Glyco- und Phospholipiden, sowie die Fettsäuremuster der Phospholipide und Triglyceride, die Gehalte an Kohlenhydraten, β -Sitosterol und Sinapinsäure in verschiedenen Raps-Variabilitäten zur Verfügung. Für die Phospho- und Glycolipide wurde eine

natürliche Variabilität zwischen den Minimal- und Maximalgehalten innerhalb des Saatenpools von 140 % bzw. 130 %, für die Kohlenhydrate von 36 %, für die Sterole von 227 %, für die Sinapinsäure von 138 % und für den Gelb- bzw. Grünanteil im Kotyledonenmehl von 163 % und 168 % gefunden.

Für die Ursache der natürlichen Variabilität der polaren Lipide konnten erste morphologische Indizien im Zellaufbau der Saat mittels einer transmissions-elektrenmikroskopischen (TEM) Untersuchung aufgezeigt werden.

Durch die Auswertung des aus der Untersuchung auf die natürliche Variabilität der Zusammensetzung des Saatenpools erhaltenen Datenmaterials in Form einer Clusteranalyse konnten innere Zusammenhänge im Saatenpool aufgezeigt und Gruppen von Saaten mit Gemeinsamkeiten bezüglich der Zusammensetzung gebildet werden.

Basierend auf dieser Auswertung über die Clusteranalyse wurden für Anwendungsversuche eine Rapsorte mit deutlich erhöhtem Phospholipidgehalt, eine gelbe Rübensorte mit niedrigem Sinapinsäuregehalt und eine Rapsorte mit durchschnittlichem Phospholipidgehalt ausgewählt.

Aus diesen Saaten wurde das Lecithin mittels Chloroform / Methanol gewonnen und acetonisch entölt. Es erfolgte weiterhin zum einen eine Fraktionierung in ein phosphatidylangereichertes bzw. phosphatidylabgereichertes Lecithin mittels ethanolischer Extraktion und zum anderen wurde eine Fraktionierung in die Einzelphospholipide mittels Säulenchromatographie vorgenommen. Hierzu wurde eine Glassäule mit Kieselgel und Hexan / Isopropanol / Wasser als Elutionsmittel verwendet und die Fraktionen in gewünschter Reinheit geschnitten.

Durch Abmischung dieser Lecithine, Fraktionen und Einzelphospholipide wurden Lecithinpräparate mit definierter Phospholipidzusammensetzung für die Applikationsversuche bereitgestellt.

Mit den durchgeführten Applikationsuntersuchen im Bereich W/O-Emulsionen konnte ein Modellsystem erstellt werden, um Prognosen zu treffen über die Eignung eines Rapslecithinpräparats als W/O-Emulgator in Bezug auf die Stabilität, die Tropfengröße bzw. -verteilung und die rheologischen Eigenschaften.

Es konnte gezeigt werden, dass ein systematischer Zusammenhang zwischen dem Index des Quotienten $\Sigma\text{Phosphatidylcholin} + \text{Lysophosphatidylcholin} + \text{Phosphatidylinosit} + \text{Phosphatidsäure} / \text{Phosphatidylethanolamin}$ aus den hydrophilen und hydrophoben Phospholipiden und der Stabilität, der Tropfengröße, der Viskosität sowie der Fließgrenze einer W/O-Emulsion besteht. Indices mit den Gehalten von 2,6 bis 3,9 führen zu instabilen W/O-Emulsionen mit einer großer Tropfengröße und geringen Viskosität sowie Fließgrenze. Während Indices von 1,9 bis 2,5 zu stabilen

W/O-Emulsionen mit einer kleiner Tropfengröße und höherer Viskosität sowie Fließgrenze führen.

Mit den durchgeführten Applikationsuntersuchungen im Bereich O/W-Emulsionen konnte gezeigt werden, dass eine hohe Ausgangskonzentration des Phosphatidylcholingehalts im Präparat sowohl eine positive Einflussgröße auf die Gesamtstabilität sowie die Tropfenverteilung einer O/W-Emulsion, als auch ein wichtiger Parameter für den Einfluss der Einzelphospholipide auf die Stabilität bzw. auf die Tropfenverteilung, ist.

Des Weiteren ist das Verhältnis von Phosphatidylethanolamin, Phosphatidsäure und Phosphatidylinositol im Präparat entscheidend für die Stabilität und Tropfengröße einer O/W-Emulsion. Ein Verhältnis von Σ Phosphatidylethanolamin + Phosphatidsäure / Phosphatidylinositol > 1 im Präparat führt nach 7-tägiger Lagerung zu stabilen O/W-Emulsionen mit einer Aufrahmrage unter 25 % mit einem weitgehend konstant bleibenden Tropfendurchmesser. Dagegen führt ein Verhältnis Σ Phosphatidylethanolamin + Phosphatidsäure / Phosphatidylinositol < 1 zu instabilen O/W-Emulsionen mit einer Aufrahmrage größer als 25 %.

In den Anwendungsversuchen im Backbereich mittels Standardkastenbackversuch konnte gezeigt werden, dass auch die Verwendung von Lecithinpräparaten des Rapses zu einem besseren Backverhalten als ohne Lecithinpräparat führen. Die phosphatidylcholinangereicherten und Glycolipidpräparate wiederum zeigen ein besseres Backverhalten als die Präparate selbst, während die phosphatidylcholinabgereicherten Präparate ein vergleichbares Backverhalten aufweisen, wie die Brote, die ohne Lecithinpräparat verbacken werden.

10. Summary

Lecithin, used as a collective term for polarlipid-rich fractions of vegetable oil refinement, represents an important byproduct of the industrial oilseed refining process. Lecithin is broadly used in the food industry and its application is especially gaining importance in the area of convenience food. On a quantity basis the market is dominated by soybean lecithin even though 200.000 t of rape lecithin is produced worldwide per annum. The reason for this might be on the one hand the lack of knowledge about the lecithin composition of different varieties of seed as well as insufficient analytical methodology to investigate small amounts of breeding material. On the other hand the knowledge about the functionality of the phospholipid composition of rape lecithin for its specific application in food is still deficient.

During the first part of this dissertation an analytical method set was developed to screen rape seed for natural variability of the lipid composition as well as its minor components. The analytical methodology allows the extraction of different lipid classes, carbohydrates and minor components such as phenolic acids, sterols and chlorophyll pigments. In a second step, High Performance Thin Layer Chromatography (HPTLC) with optimized mobile phases and detection was used to qualify and quantify subsequently the composition of polarlipids, carbohydrates, phenolic acids and sterols. The developed analytical tools enabled identification of different phospholipids, glycolipids and also separation of several lyso-phospholipids. Due to the low limit of detection for both polar and unpolar components, the use of HPTLC enabled a complete analysis with only one single grain of rape seed. The amount of individual phospholipid necessary for complete analysis was determined to be 0.2 µg, the amount of glycolipids to be 0.1 µg, of sterols (β-sitosterol) 0.05 µg, of phenolic acids 0.3 µg and of carbohydrates 1 µg.

Using a method set of HPTLC in combination with Gas Chromatography analysis, a pool of seeds from two breeding companies was analyzed for natural variability of lipids, carbohydrates and minor components such as sinapic acid and sterols. As a result of this leadoff investigation, unique data sets for different varieties of rape seed were generated discriminating their lipid profiles, content and composition of glyco- and phospholipids as well as fatty acid profiles of the phospholipids and triglycerides, carbohydrate composition and content of β-sitosterol and sinapic acid. Within one pool of seed, the natural variability between the minimum and maximum content of phosphor- and glycolipids was determined to be 140 % and 130 %, respectively. For carbohydrates the variability was determined to be 36 %, for sterols to be 227 %, for sinapic acid to be 138 % and for the yellow and green pigments in the cotyledon meal to be 163 % and 168 %, respectively.

As a root cause for the natural variability of the polar lipids, a Transmission Electron Microscopic (TEM) analysis indicated different cell morphologies within the different seeds.

By application of cluster analysis on the data sets obtained, immanent correlations within a pool of seed were demonstrated enabling the possibility of a classification into different groups with a common composition.

Based on this cluster analysis, a rape seed with a superior content of phospholipids, a yellow turnip with a low sinapic acid content and a rape seed with an average content of phospholipids were chosen for subsequent application experiments.

The lecithin of selected seeds was extracted using a solvent mixture of chloroform and methanol and deoiled with acetone. Using an ethanolic extraction process, further fractionation into phosphatidylcholine-enriched and phosphatidylcholine-depleted lecithin was performed. Moreover, individual phospholipids were separated using column chromatography. Therefore, a glass column packed with silica gel was applied using a hexane / isopropanol / water mixture as eluent to separate the phospholipids into defined fractions with adjustable purity.

For further application experiments, the extracted lecithins, lecithin fractions and individual phospholipids were mixed to manufacture lecithin preparations with defined compositions.

Based on the performed investigations in the field of W/O-emulsifiers, a model system was developed to predict the emulsifying properties of the different preparations of rape seed lecithin in terms of stability, droplet size and distribution and rheologic properties.

It was demonstrated, that in W/O-emulsions there is a systematic correlation between the index of the quotient of the contents Σ phosphatidylcholine + lyso-phosphatidylcholine + phosphatidylinositol + phosphatidic acid / phosphatidyl-ethanolamine derived from the hydrophilic and hydrophobic phospholipids and the emulsion stability, droplet size, viscosity and the emulsion yield point. Determined content indices of 2.6 to 3.9 result in instable W/O-emulsions with a large droplet size, low viscosity and a low yield point. Whereas indices of 1.9 to 2.5 lead to stable W/O-emulsions with low droplet size, higher viscosity and higher yield point.

With the application experiments performed it was demonstrated, that in the field of O/W-emulsions a high content of phosphatidylcholine in the lecithin preparation was observed to be the main positive trigger for the stability of the emulsion and an adequate drop distribution. The phosphatidylcholine content is moreover an important parameter influencing the impact of individual phospholipids on the stability of the O/W-emulsions and the drop distribution. Further on the ratio of the contents of phosphatidylethanolamine, phosphatidic acid and phosphatidylinositol in the lecithin preparation is crucial for the emulsion stability and droplet size. Thus, a ratio of Σ phosphatidylethanolamine + phosphatidic acid / phosphatidylinositol > 1 in the preparation led to a stable O/W-emulsion after 7 day storage with a creaming less than 25% and relatively constant droplet size. In contrast, a ratio of Σ phosphatidylethanolamine + phosphatidic acid / phosphatidyl-inositol < 1 in the preparation led to instable O/W-emulsions with a creaming greater than 25%.

In the field of baking applications, it was shown by standard bakery experiments of yeast-leavened bread that the use of rape seed lecithin preparations resulted in superior baking properties when compared to applications without the use of lecithin preparations. In turn, the phosphatidylcholine-enriched preparations and glycolipid preparations further exceeded baking properties whereas phosphatidylcholine-depleted preparations showed similar baking properties to the bread manufactured without any lecithin preparation.

11. Anhang

11.1 VORBEREITUNG DER SAATEN

11.1.1 Trocknung

- ca. 2 Tage im Vakuumtrockenschrank bei 40°C bis zur Gewichtskonstanz

11.1.2 Schälung

Prinzip

- die Schälung erfolgt manuell

Durchführung

- die Samenschale der Saaten wird mit einem Löffel aufgebrochen
- mit der Pinzette werden die Schalen manuell entfernt

11.1.3 Bestimmung des Schalen- und Mehlanteils

Prinzip

- die Bestimmung des Schalenanteils erfolgt gravimetrisch

Durchführung

- 300 mg Saateinwaage
- die Schalen werden manuell entfernt und durch Differenzengewichtung bestimmt

11.1.4 Mahlung der Saaten

Prinzip

- die Zerkleinerung der Saat erfolgt in einem Mörser

Durchführung

- 150 mg geschälte Saat werden in den Mörser eingewogen und zerkleinert
- 100 mg werden für die Extraktion der lipophilen Substanzen verwendet

11.2 LIPOPHILE SUBSTANZEN

11.2.1 Festphasenextraktion

11.2.1.1 Festphase

- es werden 3 mL CN-U-Cyanopropyl Festphasen von der Firma Varian verwendet
- Konditionierung der Festphasen mit 3 mL Hexan
- nach Aufgabe der Extrakte auf die Festphase, wird das Vakuum der Box der Firma Varian so eingestellt, dass eine Fließgeschwindigkeit von ca. 40 Tropfen pro Minute erreicht wird

11.2.1.2 Extraktion der Triglyceride

- 100 mg getrocknetes und gemörseretes Rapsmehl werden in ein 30 mL Becherglas eingewogen
- es wird nach folgendem Extraktionsschema extrahiert:
 - 2 x mit je 10 mL n-Hexan
 - 2 x mit je 15 mL n-Hexan je 30 min im Ultraschallbad

bei gelbschaligen Sorten zusätzlich

- 2 x mit je 20 mL n-Hexan je 30 min im Ultraschallbad
- die Lipidextrakte nach jeder Extraktion vom Mehl abdekantieren, Reste mit der Pasteurpipette abnehmen
- die Extrakte werden direkt nach jeder Extraktion auf die Festphase aufgegeben
Festphase siehe 11.2.1.1
- die Triglycerid-Eluate 1 - 3 (bei gelbschalig 1 - 5) werden nach der Elution in ein Gefäß überführt und im Vakuumtrockenschrank bei 40°C bis zur Trockene gebracht
- das 4 (bzw. gelbschalig 6) Eluat wird in einem Gefäß separat getrocknet
- in 1,5 mL Chloroform für die weiteren Untersuchungen aufnehmen
- Lipidklassentrennung 11.2.3
- Quantifizierung der Triglyceride siehe 11.2.4
- Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung 11.2.5

11.2.1.3 Extraktion der Glycolipide

- das Restmehl von 11.2.1.2
- 2 x mit je 25 mL eisgekühltem Aceton / Isopropanol (5 % Isopropanol w / w) durch Schwenken extrahieren
- die Lipidextrakte nach der Extraktion vom Mehl abdekantieren, Reste mit der Pasteurpipette abnehmen
- die Extrakte werden direkt nach jeder Extraktion auf die Festphase von 11.2.1.1 aufgegeben
- mit der letzten Extraktion wird das Mehl mit auf die Festphase aufgegeben
- die Glycolipid-Eluate werden einzeln in Gefäßen aufgefangen und im Vakuumtrockenschrank bei 40°C zur Trockene gebracht
- in 1 mL Chloroform für die weiteren Untersuchungen aufnehmen
- Lipidklassentrennung 11.2.3
- Quantifizierung der Glycolipide 11.2.6

11.2.1.4 Extraktion der Phospholipide

- 2 x mit je 25 mL Methanol direkt von der Festphase eluieren
- die Phospholipid-Eluate werden einzeln in Gefäßen aufgefangen und im Vakuumtrockenschrank bei 40°C zur Trockene gebracht
- in 1 mL Chloroform für die weiteren Untersuchungen aufnehmen
- Lipidklassentrennung 11.2.3
- Quantifizierung der Phospholipide 11.2.7

11.2.2 Ausrüstung, Durchführung und Auswertung der HPTLC

11.2.2.1 HPTLC Ausrüstung

- Camag TLC-Probenautomat III
- Camag Horizontal-Entwicklungskammer 2 (HDC) 20 x 10 cm
- Chromatogramm-Tauchvorrichtung
- TLC-Scanner 3 mit Wincats[®] Version 4.0

11.2.2.2 Durchführung der HPTLC

11.2.2.2.1 Vorbereitung der Entwicklungskammer

- in die horizontale Entwicklungskammer soviel Fließmittel einfüllen, dass es eine 4 mm hohe Schicht bildet (ca. 20 mL)
- anschließend Deckel sofort schließen

11.2.2.2.2 Vorreinigung der HPTLC-Platte

- HPTLC-Platte vor dem Auftragen der Standards und Proben zur Reinigung einmal mit dem Fließmittel „laufen lassen“
- HPTLC-Platte aus der Kammer entnehmen
- anschließend Deckel sofort schließen
- Platte 10 min an der Luft trocknen

11.2.2.2.3 Auftrag der Probelösung auf die HPTLC-Platte

- die HPTLC-Platte an die vorgegebene Position des Auftragegeräts legen
- das Auftragen der Probe auf die HPTLC-Platte erfolgt bandenförmig mit einer Bandbreite von 7 mm
- die Probe in einem Abstand von 7 mm vom unteren Plattenrand und 15 mm von den seitlichen Plattenrändern auftragen
- die Abstände zwischen den Proben sollen mindestens 9 mm betragen
- die maximale Probenzahl pro Platte beträgt 19
- für die Identifizierung und Quantifizierung werden 5 Standards (Doppelbestimmung), beginnend vom linken Plattenrand, aufgetragen
- zur Überprüfung der Methode werden jedes Mal Vergleichsproben mit bekannter Konzentration neben die Untersuchungsproben mit aufgetragen

11.2.2.2.4 Durchführung der DC-Trennung

- nach dem Auftragen der Proben, Platte zum Konditionieren in die horizontale Entwicklungskammer legen
- nach 10 bis 15 min die Entwicklung starten
- die Wanderstrecke soll dabei 75 mm betragen, dies entspricht einer Laufzeit von ca. 20 bis 25 min
- die HPTLC-Platte aus der Entwicklungskammer herausnehmen und an der Luft trocknen

11.2.2.2.5 Entwicklung der HPTLC-Platte

- die Chromatogrammtauchvorrichtung mit der Tauchkammer bestücken, die das gewünschte Detektionsmittel enthält
- luftgetrocknete HPTLC-Platte in die Halterung der Tauchvorrichtung einspannen
- durch gleichmäßiges Absenken (30 bis 50 mm / s) in das Detektionsmittel eintauchen und 5 s lang darin belassen
- die HPTLC-Platte wieder gleichmäßig anheben und kurz abtropfen lassen
- die HPTLC-Platte sofort 10 bis 15 min im Trockenschrank bei $120 \pm 5^\circ\text{C}$ erhitzen
- nach dieser Zeit sind alle Substanzflecken deutlich sichtbar und der Untergrund ist noch nicht oder nur schwach gefärbt

11.2.2.3 Auswertung der Chromatogramme

11.2.2.3.1 Identifizierung der Substanzen

- die Auswertung der Chromatogramme erfolgt durch die Bestimmung der RF-Werte (Retention factor) der Phospholipide, Glycolipide und Begleitstoffe sowie durch Vergleich der Fleckenmuster der Untersuchungsproben mit dem Fleckenmuster der Vergleichsproben
- eine Substanz in einer Untersuchungsprobe gilt dann als identifiziert, wenn ihr RF-Wert der Vorgabe entspricht
- der RF-Wert ist definiert durch das Verhältnis der Wanderungsstrecke einer Substanz zur Wanderungsstrecke der Laufmittelfront und wird wie folgt berechnet:

$$\text{RF-Wert} = \frac{\text{Wanderungsstrecke der Substanz in cm}}{\text{Wanderungsstrecke der Laufmittelfront in cm}}$$

- Die chromatographischen Trennungen sind nur reproduzierbar bei sorgfältiger Einhaltung aller Einzelheiten der beschriebenen Arbeitsweise. Die Reproduzierbarkeit ist hinreichend, wenn der RF-Wert einer Analyse von den Durchschnittswerten vorheriger Analysen maximal $\pm 10\%$ abweichen. Bei größeren Abweichungen ist die Trennung zu wiederholen.

11.2.2.3.2 Quantifizierung der Substanzen

- die Bahnen der entwickelten, detektierten Platte werden mit dem Camag TLC-Scanner 3 mit definierten, standardisierten Bedingungen eingescannt
- dabei wird die Intensität der Dunkelfärbung der Substanzen über den Weg in ein Weg-Identitäts-Diagramm übertragen
- die Fläche der erhaltenen Peaks wird mittels Wincats® Version 4.0 ermittelt
- die Quantifizierung der einzelnen Substanzen erfolgt auf der Grundlage der Peakfläche anhand einer externen Kalibrierfunktion
- die Auswertung erfolgt durch lineare Regression oder im linearen Bereich der Michaelis-Mentenfunktion und ist bei jeder Platte wieder neu zu erstellen
- eine Standardvariation (sdv) der Proben von 5 % der Kalibrierfunktion ist zulässig
- bei größerer Abweichung ist die Bestimmung zu wiederholen

11.2.3 Lipidklassentrennung mittels HPTLC

11.2.3.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC

- siehe 11.2.2

11.2.3.2 HPTLC-Bedingungen der Lipidklassentrennung

Plattentyp	Lichrospher® Kieselgel F ₂₅₄ (VWR international) 20 x 10 cm
Standard	50 mg Working Standard Rapslecithin in 100 mL Chloroform
Probe	Triglyceridfraktionen aus 11.2.1.2 in 1,5 mL Chloroform
	Glyco- und Phospholipidfraktion aus 11.2.1.3 und 11.2.1.4 in 1 mL Chloroform
	oder 50 mg Lecithingemisch in 100 mL Chloroform
Auftragevolumen	1 bis 5 µL
Laufmittel	Chloroform / Methanol / Wasser (65 / 25 / 4; v / v / v)
Laufstrecke	70 - 80 mm

Derivatisierung	Molybdatophosphorsäure-Reagenz (5 % in Ethanol), 15 min bei 120°C erwärmen Lipide erscheinen als dunkelgrüne Zone auf hellblauem Grund
Densitometrie	bei 720 nm, Zuordnung der Substanzen über die RF-Werte Halbquantitative Abschätzung der Gehalte über die Auswertung der Peakfläche

11.2.3.3 Identifizierungen der Substanzen

- die Auswertung der Chromatogramme erfolgt durch den Vergleich der RF-Werte der Substanzen des Standards mit denen der Probe, siehe 11.2.2.3.1

Tab. 21: RF-Werte der Substanzen

Substanz	RF-Wert
Phosphatidylinosit	0,23
Phosphatidylcholin	0,27
Phosphatidsäure	0,31
Digalactosyl Diglycerin	0,36
Phosphatidylethanolamin	0,47
Cerebrosid	0,55
Sterylglycosid	0,60
Monogalactosyl Diglycerin	0,68
verestertes Sterylglycosid	0,74
freie Fettsäure	0,87
Triglycerid	0,89

11.2.3.4 Quantifizierung der Substanzen

- die Quantifizierung aller Substanzen ist nicht möglich, da teilweise keine vollständige Trennung vorliegt
- halbquantitative Abschätzung mittels externer Kalibrierung ist möglich

11.2.4 Bestimmung des Triglyceridgehalts

Prinzip

- die Bestimmung des Triglyceridgehalts erfolgt gravimetrisch

Durchführung

- das Gefäß zum „Auffangen“ der Triglyceride wird vor der Elution der Triglyceridfraktion siehe 11.2.1.2 gewogen
- nach der Elution der Triglyceride und Trocknung bei 40°C, wird der Triglyceridgehalt gravimetrisch bestimmt

11.2.5 Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride

(die Durchführung erfolgt nach der modifizierten DGF-Methode)

11.2.5.1 Derivatisierung zu FSME

- ca. 50 mg Triglyceride (die Triglyceridfraktion der SPE-Trennung) werden in ein 3 mL Vial überführt
- Einengen der Lösung unter Stickstoff bis zur Trockne
- die Umesterung erfolgt in mehreren Teilschritten:
 - Zugabe von 0,25 mL 0.5 N methanolische Natronlauge
 - Zugabe von 0,25 mL Bortrifluorid-Lösung
 - Zugabe von 1 mL n-Hexan
- zwischen den einzelnen Schritten wird das gut verschlossene Vial jeweils 30 min im Trockenschrank bei 40°C erhitzt
- anschließend wird das Gemisch mit gesättigter NaCl unterschichtet
- die obere organische Phase wird zur gaschromatographischen Bestimmung der FSME eingesetzt

11.2.5.2 Gaschromatographisches System

Gerät	Perkin Elmer Autosystem XL
Säulenspezifikation	Stationäre Phase: DB-225 Länge: 30 m Innendurchmesser: 0.25 mm Filmdicke: 0.25 µm
Temperaturprogramm	70°C 1 min isotherm 20°C / min bis 180°C 3°C / min bis 220°C 220°C 30 min isotherm
Injektor	Split 1:10 und 1:5
Detektor	Flammenionisationsdetektor (FID)
Injektortemperatur	280°C
Detektor	300°C
Brenngase	Luft / Wasserstoff
Trägergas	Helium
Integrationssoftware	TurboChrom 6
Injektionsvolumen	1 µL
Flussrate	45 mL / min

11.2.5.3 Externer Standard

Der zur Identifizierung verwendete Rapsstandard wurde von dem Handels- und Umweltschuttlabor Dr. Wiertz und Dr. Jörissen in Hamburg kalibriert.

Tab. 22: Fettsäurezusammensetzung der Standardlösung in % der Gesamtfettsäuren

Myristinsäure	C _{14:0}	0,1
Palmitinsäure	C _{16:0}	11,4
Palmitoleinsäure + Isomere	C _{16:1}	0,1
Margarinsäure	C _{17:0}	0,1
Stearinsäure	C _{18:0}	3,8
Ölsäure + Isomere	C _{18:1}	23,2
Linolsäure + Isomere	C _{18:2}	54,3
Linolensäure + Isomere	C _{18:3}	6,2
Arachinsäure	C _{20:0}	0,3
Behensäure	C _{22:0}	0,4
Lignocerinsäure	C _{24:0}	0,1

11.2.5.4 Gaschromatographische Trennung

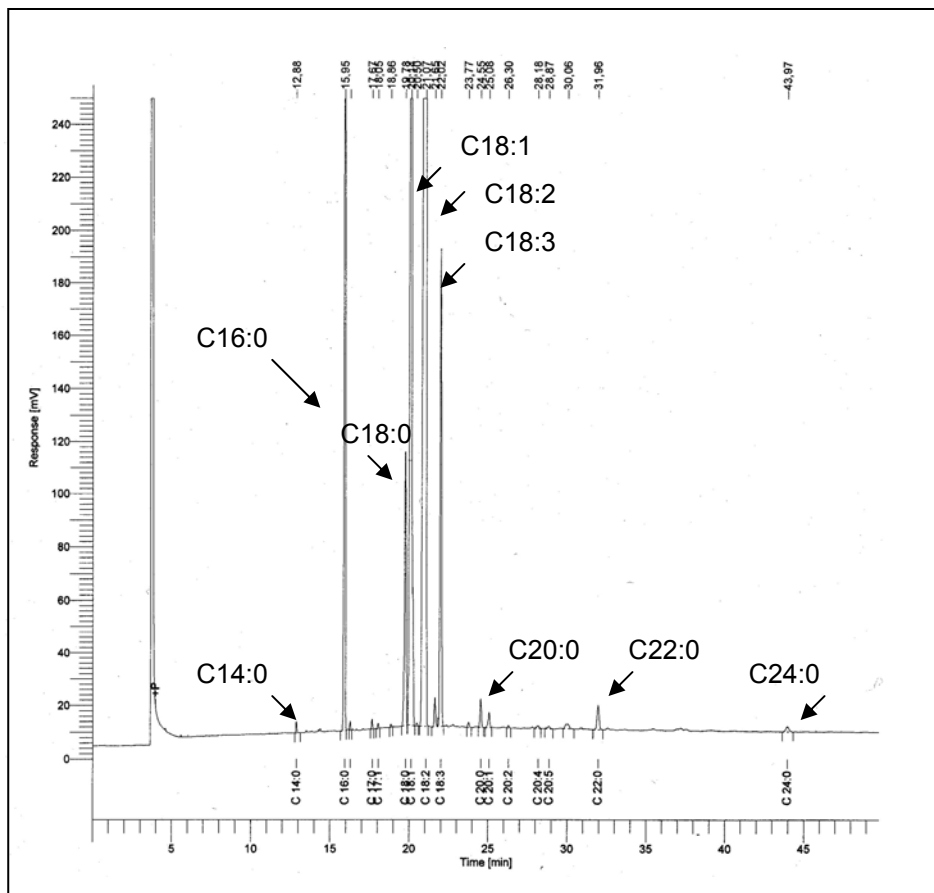


Abb. 53: Gaschromatographische Trennung des externen Standards

11.2.6 Trennung und Quantifizierung der Glycolipide

11.2.6.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC

- siehe 11.2.2

11.2.6.2 HPTLC-Bedingungen der Glycolipide

Plattentyp Lichrospher® Kieselgel F₂₅₄ (VWR international) 20 x 10 cm

Standard Gemisch von Einzelsubstanzen ex Sigma Aldrich

Monodigalctosyl Diglycerine 1 mg

Digalactosyl Diglycerine 1 mg

Cerebroside 1 mg

	veresterte Sterylglycoside	0,5 mg
	Sterylglycoside	0,5 mg
		in 1 mL Chloroform
Probe	Glycolipidfraktion aus 11.2.1.3	in 1 mL Chloroform
Auftragevolumen	0,2 bis 2 µL	
Laufmittel	Aceton / Chloroform / Wasser (60 / 30 / 4; v / v / v)	
Laufstrecke	70 - 80 mm	
Derivatisierung	Molybdätophosphorsäure-Reagenz (5 % in Ethanol), 15 min bei 120°C erwärmen Glycolipide erscheinen als dunkelgrüne Zone auf hellblauem Grund	
Densitometrie	bei 720 nm, Auswertung über Peakfläche mit linearer Regression oder Michaelis-Mentenfunktion im linearen Bereich	

11.2.6.3 Identifizierung der Glycolipide

- die Auswertung der Chromatogramme erfolgt durch den Vergleich der RF-Werte der Substanzen des Glycolipidstandards mit denen der Probe, siehe 11.2.2.3.1

Tab. 23: RF-Werte der Glycolipide

Substanz	RF-Wert
Digalatosyl Diglycerin	0,07
Cerebrosid	0,13
Sterylglycosid	0,27
Monodigalactosyl Diglycerin	0,37
verestertes Sterylglycosid	0,59
freie Fettsäure	0,71
Triglycerid	0,89

11.2.6.4 Quantifizierung der Glycolipide

- die Quantifizierung der Glycolipide erfolgt anhand einer Kalibrierfunktion in einem Konzentrationsbereich der Einzelsubstanzen von 0,1 µg bis 2 µg (Standardgemisch 0,8 bis 8 µg) pro Auftrag auf die Platte mit linearer Regression

11.2.7 Trennung und Quantifizierung der Phospholipide

11.2.7.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC

- siehe 11.2.2

11.2.7.2 HPTLC-Bedingungen der Phospholipide

Plattentyp	Lichrospher® Kieselgel F ₂₅₄ (VWR international) 20 x 10 cm	
Standard	Rapslecithin, validiert mit ³¹ P-NMR	
	Lyso-Phosphatidylcholin	0,28 mg
	Phosphatidylcholin	0,88 mg
	Lyso-Phosphatidylethanolamin	0,09 mg
	Phosphatidylinosit	0,48 mg
	Phosphatidylethanolamin	0,35 mg
	Phosphatidsäure	0,11 mg
		in 1 mL Chloroform
Probe	Phospholipidfraktion aus 11.3.1.4	
		in 1 mL Chloroform
Auftragevolumen	1 bis 5 µL	
Laufmittel	Chloroform / Methanol / Aceton / Wasser (90 / 75 / 15 / 5; v / v / v / v)	
Laufstrecke	70 - 80 mm	
Derivatisierung	Molybdätosphorsäure-Reagenz (5 % in Ethanol), 15 min bei 120°C erwärmen Phospholipide erscheinen als dunkelgrüne Zone auf hellblauem Grund	
Densitometrie	bei 720 nm, Auswertung über Peakfläche mit linearer Regression	

11.2.7.3 Identifizierung der Phospholipide

- die Auswertung der Chromatogramme erfolgt durch den Vergleich der RF-Werte der Substanzen des Phospholipidstandards mit denen der Probe, siehe 11.2.2.3.1

Tab. 24: RF-Werte der Phospholipide

Substanz	RF-Wert
Lyso-Phosphatidylcholin	0,09
Phosphatidylcholin	0,14
Lyso-Phosphatidylethanolamin	0,20
Phosphatidylinosit	0,26
Phosphatidylethanolamin	0,46
Phosphatidsäure	0,54
freie Fettsäure	0,76
Triglycerid	0,90

11.2.7.4 Quantifizierung der Phospholipide

- die Quantifizierung der Phospholipide erfolgt anhand einer Kalibrierfunktion in einem Konzentrationsbereich des Standardgemisches von 2,2 µg bis 11 µg pro Auftrag auf die Platte mit linearer Regression oder mit Michaelis-Mentenfunktion im linearen Bereich

11.2.8 Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide

(die Durchführung erfolgt nach der modifizierten DGF-Methode)

11.2.8.1 Derivatisierung der FSME

- ca. 40 mg Phospholipide oder beide Phospholipidfraktionen der Doppelbestimmung der SPE-Trennung 11.2.1.4 in ein 3 mL Vial überführen
- weitere Derivatisierung wie unter 11.2.5.1

11.2.8.2 Gaschromatographisches System

- wie unter 11.2.5.2

11.2.8.3 Externe Standard-Lösung

- wie unter 11.2.5.3

11.2.9 Extraktion und Quantifizierung der Sterole

11.2.9.1 Extraktion der Sterole

- genau 100 mg getrocknetes und gemörsertes Rapsmehl werden in ein 30 mL Becherglas eingewogen
- es wird nach folgendem Extraktionsschema extrahiert:
 - 2 x mit je 10 mL Chloroform / Methanol (2 / 1; v / v)
 - 2 x mit je 20 mL Chloroform / Methanol (2 / 1; v / v)

je 30 min im Ultraschallbad
- die vereinigten Extrakte im Vakuumtrockenschrank bei 40°C bis zur Trockene gebracht
- in 2 mL Chloroform / Methanol (2 / 1; v / v) für die HPTLC-Bestimmung aufnehmen

11.2.9.2 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC

- siehe 11.2.2

11.2.9.3 HPTLC-Bedingungen der Sterole

Plattentyp	Lichrospher® Kieselgel F ₂₅₄ (VWR international) 20 x 10 cm
Standard	0,5 mg β -Sitosterol in 1 mL Chloroform / Methanol (2 / 1; v / v)
Probe	Sterole aus 11.2.9.1 in 1 mL Chloroform / Methanol (2 / 1; v / v)
Auftragevolumen	Standard: 100 bis 500 nL Probe: 1 μ L
Laufmittel	Petrolether / Diethylether / Eisessig (49 / 50 / 1; v / v / v)
Laufstrecke	70 - 80 mm
Derivatisierung	Molybdätophosphorsäure-Reagenz (5 % in Ethanol), 15 min bei 120°C erwärmen Phospholipide erscheinen als dunkelgrüne Zone auf hellblauem Grund
Densitometrie	bei 720 nm, Auswertung über Peakfläche mit linearer Regression

11.2.9.4 Identifizierung der Sterole als β -Sitosterol

- die Auswertung der Chromatogramme erfolgt durch den Vergleich der RF-Werte der Substanzen des β -Sitosterolstandards mit dem der Probe, siehe 11.2.2.3.1

Tab. 25: RF-Wert des β -Sitosterol

Substanz	RF-Wert
β -Sitosterol	0,29

11.2.9.5 Quantifizierung der Sterole als β -Sitosterol

- die Quantifizierung des β -Sitosterol erfolgt anhand einer Kalibrierfunktion in einem Konzentrationsbereich der Substanz von 0,05 μ g bis 2,5 μ g pro Auftrag auf die Platte mit linearer Regression

11.3 HYDROPHILE SUBSTANZEN

11.3.1 Extraktion der hydrophilen Substanzen

- es werden für die Extraktion die Rapskörner so eingewogen, dass ein Mehlanteil von 200 mg vorliegt (Berechnung über den Schalenanteil)
- Rapskörner unter Aceton brechen und die Schale mit einer Pinzette vollständig entfernen
- Kotyledonenanteil unter Aceton mörsern und in eine Braunglasflasche (30 mL) überführen
- Aceton mit Stickstoff abblasen und das getrocknete Mehl mit 10 mL Wasser / Ethanol (75 / 25, v / v) aufnehmen
- Extrakt über Nacht (12 h) im Dunkeln stehen lassen
- die hydrophilen Substanzen 30 min im Ultraschallbad extrahieren
- Extrakt filtrieren
- 3 mL für die Phenolsäurebestimmung 11.3.2 verwenden
- 5 mL für Farbmessung (11.3.4) bzw. für die Kohlenhydratbestimmung (11.3.3) verwenden

11.3.2 Hydrolyse und Quantifizierung der Phenolsäuren

11.3.2.1 Hydrolyse der Phenolsäuren

- genau 3 mL des Filtrates von 11.3.1 werden zur Hydrolyse mit 150 µL einer 1 N NaOH versetzt und 30 min in Ultraschallbad gestellt
- zur Neutralisation werden 120 µL einer 2 N H₂SO₄ hinzugegeben
- das neutralisierte Hydrolysat wird direkt zur HPTLC eingesetzt

11.3.2.2 Trennung und Quantifizierung der Phenolsäuren

11.3.2.2.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC

- siehe 11.2.2

11.3.2.2.2 HPTLC-Bedingungen der Phenolsäuren

Plattentyp	Lichrospher [®] Kieselgel F ₂₅₄ (VWR international) 20 x 10 cm	
Standard	Gemisch von Einzelsubstanzen ex Sigma Aldrich	
	Sinapinsäure	200 mg
	Ferulasäure	100 mg
	Chlorogensäure	75 mg
	Kaffeensäure	100 mg
	Salicylsäure	50 mg
	in 100 mL 75 % Ethanol	
Probe	5 µL von 11.3.2.1	
Auftragevolumen	500 bis 2000 nL	
Laufmittel	Chloroform / Methanol / Wasser (65 / 25 / 4; v / v / v)	
Laufstrecke	70 - 80 mm	
Derivatisierung	Molybdato-phosphorsäure-Reagenz (5 % in Ethanol), 15 min bei 120°C erwärmen Phenolsäuren erscheinen als dunkelgrüne Zone auf hellblauem Grund	
Densitometrie	bei 720 nm, Auswertung über Peakfläche mit linearer Regression	

11.3.2.2.3 Identifizierung der Phenolsäuren

- die Auswertung der Chromatogramme erfolgt durch den Vergleich der RF-Werte der Substanzen des Standards mit denen der Probe, siehe 11.2.2.3.1

Tab. 26: RF-Werte der Phenolsäuren

Substanzen	RF-Werte
Chlorogensäure	0,03
Salicylsäure	0,17
Kaffeesäure	0,31
Ferulasäure	0,51
Sinapinsäure	0,59

11.3.2.2.4 Quantifizierung der Phenolsäuren

- die Quantifizierung der Phenolsäuren erfolgt anhand einer Kalibrierfunktion in einem Konzentrationsbereich der Einzelsubstanzen von 0,3 µg bis 4 µg pro Auftrag auf die Platte mit linearer Regression

11.3.3 Trennung und Quantifizierung der Kohlenhydrate

11.3.3.1 Ausrüstung, Durchführung und Prinzip der Auswertung der HPTLC

- siehe 11.2.2

11.3.3.2 HPTLC-Bedingungen der Kohlenhydrate

Plattentyp	Lichrospher® Kieselgel F ₂₅₄ (Merck) 20 x 10 cm	
Standard	Gemisch von Einzelsubstanzen ex Sigma Aldrich	
	Saccharose	10 mg
	Stachyose	10 mg
	Raffinose	10 mg
	Glucose	10 mg
	in 1 mL 70 % Ethanol	
Probe	1,5 µL Filtrat von 11.3.1	
Auftragevolumen	100 bis 500 nL	
Laufmittel	Ethylacetat / Methanol / Eisessig / Wasser (60 / 15 / 15 / 10; v / v / v / v)	
Laufstrecke	70 - 80 mm	

Derivatisierung	2,4 g Diphenylamin + 2,4 g Anilinchlorid in 200 mL Methanol, 20 mL Phosphorsäure (86 %ig) 15 min bei 120°C erwärmen
Densitometrie	bei 400 nm, Auswertung über Peakfläche mit linearer Regression

11.3.3.3 Identifizierung der Kohlenhydrate

- die Auswertung der Chromatogramme erfolgt durch den Vergleich der RF-Werte der Substanzen des Standards mit denen der Probe, siehe 11.2.2.3.1

Tab. 27: RF-Werte der Kohlenhydrate

Substanzen	RF-Werte
Stachyose	0,13
Raffinose	0,23
Saccharose	0,42
Glucose	0,55

11.3.3.4 Quantifizierung der Kohlenhydrate

- die Quantifizierung der Kohlenhydrate erfolgt anhand einer Kalibrierfunktion in einem Konzentrationsbereich der Einzelsubstanzen von 1 µg bis 5 µg pro Auftrag auf die Platte mit linearer Regression

11.3.4 Bestimmung des Grün- und Gelbanteils

11.3.4.1 Geräteausrüstung

- Photometer LICO® 300 von Dr. Lange
- Glas-Rundküvetten 11 mm

11.3.4.2 Bestimmung der Färbung nach DAB 1998 (Ph.Eur.)

- Photometer auf Colorimetrie CIE-Lab-System einstellen
- Bezugsstandard Wasser / Ethanol (75 / 25; v / v) für den „Nullabgleich“ Transmission 100 %
- das Filtrat von 11.3.1 wird vermessen
- gegebenenfalls vorher filtriert
- -a* Grün und b* Gelb abgelesen

11.4. SAATEN UND ZUSAMMENSETZUNG

11.4.1 Sensorische Untersuchung der Saaten

Tab. 28: Sensorische Untersuchung der Saaten

Proben-Nr.	Herkunft/ Züchter	Samenfarbe	Farbe der Schale	Aussehen Farbe
687	A	Schwarz	Schwarz	homogen
688	A	Schwarz	Schwarz	homogen
689	A	Schwarz	Schwarz	homogen
690	A	Schwarz	Schwarz	homogen
692	A	Schwarz	Schwarz	homogen
694	A	Schwarz	Schwarz	homogen
695	A	Schwarz	Schwarz	homogen
697	A	Schwarz	Schwarz	homogen
698	A	Schwarz	Schwarz	homogen
699	A	Schwarz	Schwarz	homogen
700	A	Gelb	Gelb- u. Brauntöne	nicht homogen
701	A	Gelb	Gelb- u. Brauntöne	nicht homogen
702	A	Schwarz	Schwarz	homogen
705	A	Schwarz	Schwarz	homogen
707	A	Schwarz	Schwarz	homogen
708	A	Schwarz	Schwarz	homogen
709	A	Schwarz	Schwarz	homogen
710	A	Schwarz	Schwarz	homogen
711	A	Schwarz	Schwarz	homogen
712	A	Gelb	Schwarz- u. Gelbtöne	nicht homogen
1051	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1052	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1053	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1054	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1055	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1056	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1057	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1058	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1059	B	Schwarz	Schwarz, kastanienbraun	nicht homogen
1060	B	Schwarz	Schwarz, kastanienbraun	nicht homogen
1061	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1062	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1063	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1064	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1065	B	Schwarz	Schwarz	homogen
1066	B	Braun/Gelb	Hellbraun, dunkelbraun	nicht homogen
1067	B	Braun/Gelb	Hellbraun, dunkelbraun	nicht homogen
1068	B	Braun/Gelb	Hellbraun, dunkelbraun u. schwarz	nicht homogen
1069	B	Braun/Gelb	Hellbraun, dunkelbraun u. schwarz	nicht homogen
1070	B	Braun/Gelb	Hellbraun, dunkelbraun	nicht homogen

11.4.2 Wasser, Körngewicht, Schalen- und Mehlinteil der Saaten

Tab. 29: Grobzusammensetzung der Saat

Proben-Nr.	Bestimmung	Wasser [g/100g]	Bezogen auf getrocknete Saat		
			Mehl [%]	Schale [%]	Samengewicht [mg]
687	1	3,9	80,4	19,6	4,2
	2	3,9	80,7	19,3	4,3
	Ø	3,9	80,6	19,4	4,3
688	1	4,0	74,5	25,5	4,7
	2	4,0	73,3	26,7	4,5
	Ø	4,0	73,9	26,1	4,6
689	1	4,9	80,7	19,3	5,7
	2	4,8	83,5	16,5	5,7
	Ø	4,9	82,1	17,9	5,7
690	1	4,4	82,4	17,6	5,8
	2	4,3	84,7	15,3	6,0
	Ø	4,4	83,6	16,4	5,9
692	1	3,6	79,0	21,0	4,6
	2	3,6	80,8	19,2	4,6
	Ø	3,6	79,9	20,1	4,6
694	1	3,9	81,7	18,3	4,7
	2	3,9	81,5	18,5	4,7
	Ø	3,9	81,6	18,4	4,7
695	1	3,9	84,5	15,5	5,1
	2	3,9	83,4	16,3	4,8
	Ø	3,9	84,0	16,0	5,0
697	1	4,0	82,6	17,4	4,7
	2	3,9	83,0	17,0	4,8
	Ø	4,0	82,8	17,2	4,8
698	1	4,1	83,6	16,4	4,9
	2	4,0	80,4	19,6	4,7
	Ø	4,0	82,0	18,0	4,8
699	1	3,6	76,7	23,3	4,4
	2	3,6	76,1	23,9	4,3
	Ø	3,6	76,4	23,6	4,4
700	1	4,0	78,3	21,7	3,2
	2	4,0	77,8	22,2	3,2
	Ø	4,0	78,1	21,9	3,2
701	1	4,5	89,7	10,3	3,4
	2	4,5	79,0	21,0	3,3
	Ø	4,5	84,4	15,6	3,4
702	1	4,7	81,1	18,9	4,7
	2	4,7	80,8	19,2	4,5
	Ø	4,7	81,0	19,0	4,6
705	1	5,0	85,0	15,0	2,8
	2	5,0	83,0	17,0	3,1
	Ø	5,0	84,0	16,0	3,0
707	1	4,4	83,1	16,9	5,2
	2	4,4	84,4	15,6	4,8
	Ø	4,4	83,8	16,2	5,0
708	1	4,7	81,3	18,7	5,0
	2	4,7	84,2	15,8	5,0
	Ø	4,7	82,8	17,2	5,0
709	1	5,3	82,7	17,3	4,4
	2	5,3	85,5	14,5	4,5
	Ø	5,3	84,1	14,9	4,5

11. Anhang

	1	4,9	82,4	17,6	4,1
710	2	4,9	84,9	15,1	4,3
	Ø	4,9	83,7	16,3	4,2
	1	5,5	85,8	14,2	3,6
711	2	5,4	83,0	17,0	3,8
	Ø	5,5	84,4	15,6	3,7
	1	4,2	88,5	11,5	2,6
712	2	4,2	89,9	10,1	2,2
	Ø	4,2	89,2	10,8	2,4
	1	3,4	80,5	19,5	4,1
1051	2	3,5	81,8	18,2	4,3
	Ø	3,5	81,2	18,8	4,2
	1	3,3	84,0	16,0	5,5
1052	2	3,3	86,1	13,9	5,1
	Ø	3,3	85,1	14,9	5,3
	1	3,3	83,6	16,4	4,0
1053	2	3,3	83,7	16,3	4,3
	Ø	3,3	83,7	16,3	4,2
	1	3,1	85,3	14,7	4,2
1054	2	3,1	85,9	14,1	4,5
	Ø	3,1	85,6	14,4	4,4
	1	3,6	85,9	14,1	4,5
1055	2	3,5	86,5	13,5	4,3
	Ø	3,6	86,2	13,8	4,4
	1	3,7	79,5	20,5	5,1
1056	2	3,7	83,7	16,3	4,9
	Ø	3,7	81,6	18,4	5,0
	1	3,4	82,1	17,9	4,4
1057	2	3,4	83,9	16,1	4,8
	Ø	3,4	83,0	17,0	4,6
	1	3,3	85,8	14,2	5,3
1058	2	3,4	85,2	14,8	4,7
	Ø	3,4	85,5	14,5	5,0
	1	3,4	82,6	17,4	3,6
1059	2	3,4	86,4	13,6	3,6
	Ø	3,4	84,5	15,5	3,6
	1	3,2	86,2	13,8	4,2
1060	2	3,4	86,1	13,9	4,4
	Ø	3,3	86,2	13,8	4,3
	1	4,4	86,9	13,1	3,9
1061	2	4,4	87,5	12,5	3,8
	Ø	4,4	87,2	12,8	3,9
	1	4,2	88,5	11,5	5,3
1062	2	4,3	89,6	10,4	5,1
	Ø	4,3	89,1	10,9	5,2
	1	4,9	88,0	12,0	5,4
1063	2	4,8	86,2	13,8	5,4
	Ø	4,9	87,1	12,9	5,4
	1	3,9	85,2	14,8	4,5
1064	2	3,8	85,1	14,9	4,7
	Ø	3,9	85,2	14,1	4,6
	1	4,2	84,6	15,4	4,5
1065	2	4,3	85,9	14,1	4,3
	Ø	4,3	85,3	14,7	4,4
	1	4,3	84,6	15,4	3,8
1066	2	3,2	83,3	16,7	3,8
	Ø	3,7	84,0	16,0	3,8

11. Anhang

	1	3,2	84,2	15,8	3,5
1067	2	3,2	84,5	15,5	3,8
	Ø	3,2	84,4	15,6	3,7
	1	3,2	83,5	16,6	4,0
1068	2	3,2	84,3	15,7	4,2
	Ø	3,2	83,9	16,1	4,1
	1	3,1	86,3	13,7	4,4
1069	2	3,1	84,4	15,6	4,3
	Ø	3,1	85,4	14,6	4,4
	1	3,1	84,6	15,4	3,7
1070	2	3,1	85,3	14,7	3,8
	Ø	3,1	85,0	15,0	3,8

11.4.3 Triglyceridgehalt der Saaten

Tab. 30: Triglyceridgehalte der Saaten in mg pro 100 mg getrocknetem Mehl

Proben-Nr.	Bestimmung	Triglyceridgehalt
	1	52,8
687	2	52,3
	Ø	52,6
	1	48,3
688	2	49,7
	Ø	49,0
	1	48,0
689	2	47,2
	Ø	47,6
	1	44,3
690	2	45,0
	Ø	44,7
	1	52,2
692	2	50,6
	Ø	51,4
	1	52,9
694	2	52,0
	Ø	52,5
	1	54,4
695	2	52,5
	Ø	53,5
	1	52,1
697	2	54,0
	Ø	53,1
	1	54,4
698	2	54,2
	Ø	54,3
	1	48,8
699	2	49,7
	Ø	49,3
	1	42,9
700	2	43,8
	Ø	43,4
	1	46,0
701	2	45,0
	Ø	45,5

11. Anhang

	1	50,8
702	2	48,2
	Ø	49,5
	1	46,5
705	2	48,4
	Ø	47,5
	1	48,0
707	2	43,1
	Ø	45,6
	1	46,7
708	2	48,1
	Ø	47,4
	1	48,4
709	2	51,8
	Ø	50,1
	1	48,0
710	2	50,2
	Ø	49,1
	1	50,5
711	2	50,1
	Ø	50,3
	1	48,9
712	2	46,2
	Ø	47,6
	1	49,8
1051	2	51,0
	Ø	50,4
	1	52,3
1052	2	52,3
	Ø	52,3
	1	49,4
1053	2	50,4
	Ø	49,9
	1	48,9
1054	2	50,5
	Ø	49,7
	1	48,9
1055	2	47,0
	Ø	48,0
	1	49,6
1056	2	47,8
	Ø	48,7
	1	49,3
1057	2	50,2
	Ø	49,8
	1	48,3
1058	2	46,7
	Ø	47,5
	1	47,8
1059	2	49,8
	Ø	48,8
	1	47,5
1060	2	48,2
	Ø	47,9
	1	50,6
1061	2	48,9
	Ø	49,8

	1	48,4
1062	2	47,0
	Ø	47,7
	1	46,1
1063	2	48,1
	Ø	47,1
	1	53,1
1064	2	52,3
	Ø	52,7
	1	53,0
1065	2	54,3
	Ø	53,7
	1	52,6
1066	2	52,7
	Ø	52,7
	1	53,5
1067	2	52,3
	Ø	52,9
	1	51,3
1068	2	52,1
	Ø	51,7
	1	48,9
1069	2	52,0
	Ø	50,5
	1	51,5
1070	2	50,7
	Ø	51,1

11.4.4 Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride der Saaten

Tab. 31: Fettsäurezusammensetzung der Triglyceride der Saaten in % der Gesamtfettsäuren

Proben-Nr.	Best.	C16:0	C16:1	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	C20:0	C20:1	C22:0	C22:1	Sonstige
	1	4,0	0,2	1,6	63,0	16,8	9,0	0,6	1,3	0,3	< 0,1	3,2
687	2	4,6	0,1	1,7	64,1	17,8	8,6	0,6	1,2	0,3	< 0,1	1,0
	Ø	4,3	0,2	1,7	63,6	17,3	8,8	0,6	1,3	0,3	< 0,1	2,1
	1	4,2	0,1	1,6	60,5	18,2	10,0	0,6	1,2	0,3	< 0,1	3,3
688	2	4,2	0,2	1,6	60,6	18,0	10,1	0,6	1,2	0,3	< 0,1	3,2
	Ø	4,2	0,2	1,6	60,6	18,1	10,1	0,6	1,2	0,3	< 0,1	3,3
	1	4,1	0,2	0,2	65,4	16,6	8,5	0,5	1,3	0,3	< 0,1	2,9
689	2	4,0	0,2	1,8	65,5	16,7	8,6	0,6	1,2	0,3	< 0,1	1,1
	Ø	4,1	0,2	1,0	65,5	16,7	8,6	0,6	1,3	0,3	< 0,1	2,0
	1	3,7	0,1	1,2	57,4	22,4	10,2	0,5	1,3	0,3	< 0,1	2,9
690	2	4,0	0,1	1,2	57,1	22,3	10,1	0,5	1,3	0,3	< 0,1	3,1
	Ø	3,9	0,1	1,2	57,3	22,4	10,2	0,5	1,3	0,3	< 0,1	3,0
	1	4,4	0,2	1,6	59,5	19,7	9,5	0,5	1,1	0,3	< 0,1	3,2
692	2	4,3	0,2	1,6	59,5	19,4	9,9	0,5	1,2	0,3	< 0,1	3,1
	Ø	4,4	0,2	1,6	59,5	19,6	9,7	0,5	1,2	0,3	< 0,1	3,2
	1	4,4	0,2	1,5	62,1	19,4	9,5	0,5	1,1	0,3	< 0,1	1,1
694	2	4,3	0,2	1,5	62,2	19,5	9,4	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,9
	Ø	4,4	0,2	1,5	62,2	19,5	9,5	0,6	1,1	0,3	< 0,1	1,0
	1	4,2	0,2	1,7	64,5	18,3	8,7	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,4
695	2	4,1	0,2	1,7	64,7	18,0	8,8	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,6
	Ø	4,2	0,2	1,7	64,6	18,2	8,8	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,5

11. Anhang

	1	4,2	0,2	1,4	61,3	20,5	10,3	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,2
697	2	4,2	0,2	1,4	61,2	20,5	10,2	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,4
	Ø	4,2	0,2	1,4	61,3	20,5	10,3	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,3
	1	3,7	0,1	1,3	64,7	17,8	9,4	0,5	1,2	0,3	< 0,1	1,0
698	2	3,8	0,2	1,4	65,2	17,7	9,5	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,2
	Ø	3,8	0,2	1,4	65,0	17,8	9,5	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,6
	1	4,4	0,2	1,4	56,5	21,9	9,8	0,5	1,1	0,3	< 0,1	3,0
699	2	4,3	0,2	1,5	58,3	21,8	9,7	0,5	1,1	0,3	< 0,1	2,4
	Ø	4,4	0,2	1,5	57,4	21,9	9,8	0,5	1,1	0,3	< 0,1	2,7
	1	3,6	0,20	1,4	53,4	24,0	14,6	0,5	1,0	0,2	< 0,1	1,2
700	2	3,6	0,20	1,4	53,6	24,3	14,3	0,5	1,0	0,2	< 0,1	1,0
	Ø	3,6	0,20	1,4	53,5	24,2	14,5	0,5	1,0	0,2	< 0,1	1,1
	1	3,7	0,2	1,5	55,1	23,1	13,9	0,5	0,9	0,2	< 0,1	1,0
701	2	3,7	0,2	1,5	54,5	23,2	14,0	0,5	0,9	0,3	< 0,1	1,3
	Ø	3,7	0,2	1,5	54,8	23,2	14,0	0,5	0,9	0,3	< 0,1	1,2
	1	4,5	0,2	1,5	65,1	16,6	9,9	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,4
702	2	4,5	0,2	1,5	64,9	16,9	9,7	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,4
	Ø	4,5	0,2	1,5	65,0	16,8	9,8	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,4
	1	4,0	0,2	1,8	63,0	18,0	10,4	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,7
705	2	4,0	0,2	1,8	63,0	17,8	10,6	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,7
	Ø	4,0	0,2	1,8	63,0	17,9	10,5	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,7
	1	4,1	0,4	1,9	63,8	17,4	10,3	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,3
707	2	4,1	0,4	1,9	64,0	17,5	10,1	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,2
	Ø	4,1	0,4	1,9	63,9	17,5	10,2	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,3
	1	5,5	0,2	1,5	57,1	21,6	11,6	0,8	1,3	0,4	< 0,1	0,2
708	2	5,4	0,2	1,5	57,2	21,6	11,7	0,7	1,3	0,4	< 0,1	0,2
	Ø	5,5	0,2	1,5	57,2	21,6	11,7	0,8	1,3	0,4	< 0,1	-0,2
	1	4,1	0,2	1,3	61,4	20,2	10,7	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,3
709	2	4,2	0,2	1,4	60,1	19,9	10,5	0,5	1,1	0,3	< 0,1	1,8
	Ø	4,1	0,2	1,4	60,8	20,1	10,6	0,5	1,1	0,3	< 0,1	1,1
	1	5,0	0,2	1,7	60,6	20,3	9,5	0,6	1,2	0,3	< 0,1	0,7
710	2	4,9	0,2	1,7	62,0	19,8	9,3	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,3
	Ø	5,0	0,2	1,7	61,3	20,0	9,4	0,6	1,2	0,3	< 0,1	0,5
	1	3,6	0,2	1,7	61,5	18,7	11,4	0,6	1,2	0,3	< 0,1	0,9
711	2	3,5	0,2	1,6	61,7	18,4	11,6	0,6	1,2	0,3	< 0,1	1,0
	Ø	3,6	0,2	1,7	61,6	18,6	11,5	0,6	1,2	0,3	< 0,1	1,0
	1	4,1	0,2	1,6	58,7	16,7	7,5	0,7	5,0	0,3	2,8	2,4
712	2	4,0	0,2	1,6	61,7	16,7	7,5	0,6	4,5	0,3	2,5	0,4
	Ø	4,1	0,2	1,6	60,2	16,7	7,5	0,7	4,8	0,3	2,7	1,4
	1	4,4	0,2	1,7	63,7	17,8	9,5	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,5
1051	2	4,4	0,2	1,6	63,6	17,7	9,7	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,6
	Ø	4,4	0,2	1,7	63,7	17,8	9,6	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,6
	1	4,4	0,1	1,7	63,0	19,9	8,6	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,1
1052	2	3,9	0,1	1,7	63,0	19,9	8,6	0,6	1,3	0,4	< 0,1	0,4
	Ø	4,2	0,1	1,7	63,0	19,9	8,6	0,6	1,3	0,4	< 0,1	0,3
	1	4,3	0,2	1,6	60,6	20,2	10,1	0,6	1,2	0,3	< 0,1	0,9
1053	2	4,3	0,2	1,6	61,0	20,0	10,2	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,5
	Ø	4,3	0,2	1,6	60,8	20,1	10,3	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,7
	1	3,9	0,2	1,4	60,6	20,9	10,3	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,8
1054	2	4,0	0,1	1,4	60,4	21,2	10,5	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,4
	Ø	4,0	0,2	1,4	60,5	21,1	10,4	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,6
	1	4,0	0,2	1,3	58,5	21,8	11,8	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,4
1055	2	4,0	0,2	1,3	58,6	21,9	11,5	0,5	1,3	0,3	< 0,1	0,4
	Ø	4,0	0,2	1,3	58,6	21,9	11,7	0,5	1,3	0,3	< 0,1	0,4
	1	4,2	0,2	1,7	64,3	17,4	9,7	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,3
1056	2	4,3	0,2	1,6	63,6	17,6	9,9	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,6
	Ø	4,3	0,2	1,7	64,0	17,5	9,8	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,5

11. Anhang

	1	4,6	0,2	1,4	61,5	19,4	10,4	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,5
1057	2	4,5	0,2	1,5	61,2	19,6	10,4	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,4
	Ø	4,6	0,2	1,5	61,4	19,5	10,4	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,5
	1	3,9	0,1	1,2	58,3	21,8	12,1	0,5	1,4	0,3	< 0,1	0,4
1058	2	4,1	0,2	1,2	57,2	22,6	12,1	0,5	1,4	0,3	< 0,1	0,4
	Ø	4,0	0,2	1,2	57,8	22,2	12,1	0,5	1,4	0,3	< 0,1	0,4
	1	3,8	0,2	1,9	62,7	19,0	9,7	0,7	1,4	0,3	< 0,1	0,4
1059	2	3,8	0,2	1,8	62,9	18,9	9,7	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,5
	Ø	3,8	0,2	1,9	62,8	19,0	9,7	0,7	1,3	0,3	< 0,1	0,5
	1	4,6	0,2	1,7	62,4	19,4	8,9	0,6	1,2	0,4	< 0,1	0,6
1060	2	4,6	0,2	1,7	62,0	19,5	9,3	0,6	1,2	0,4	< 0,1	0,5
	Ø	4,6	0,2	1,7	62,2	19,5	9,1	0,6	1,2	0,4	< 0,1	0,6
	1	4,4	0,2	1,5	62,5	19,8	9,2	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,5
1061	2	4,5	0,2	1,5	62,1	20,1	9,2	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,5
	Ø	4,5	0,2	1,5	62,3	20,0	9,2	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,5
	1	5,2	0,2	1,4	61,2	20,6	9,4	0,5	1,2	0,3	< 0,1	-
1062	2	5,2	0,2	1,4	60,3	20,7	9,8	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,4
	Ø	5,2	0,2	1,4	60,8	20,7	9,6	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,2
	1	4,4	0,1	1,3	59,8	22,5	10,0	0,5	1,3	0,1	< 0,1	-
1063	2	4,4	0,1	1,3	59,7	22,6	10,1	0,5	1,3	< 0,1	< 0,1	-
	Ø	4,4	0,1	1,3	59,8	22,6	10,1	0,5	1,3	0,1	< 0,1	--
	1	4,2	0,1	1,8	65,2	18,6	8,1	0,6	1,1	0,3	< 0,1	-
1064	2	4,2	0,1	1,8	65,2	18,2	8,1	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,4
	Ø	4,2	0,1	1,8	65,2	18,4	8,1	0,6	1,1	0,3	< 0,1	0,2
	1	4,4	0,2	1,6	61,5	19,1	9,9	0,6	1,4	0,3	< 0,1	1,0
1065	2	4,4	0,2	1,6	62,5	18,5	9,5	0,6	1,1	0,3	< 0,1	1,3
	Ø	4,4	0,2	1,6	62,0	18,8	9,7	0,6	1,3	0,3	< 0,1	1,2
	1	5,6	0,1	1,4	57,3	20,2	13,1	0,6	1,3	0,3	< 0,1	0,1
1066	2	5,2	0,2	1,3	59,0	19,3	13,0	0,5	1,1	0,4	< 0,1	-
	Ø	5,4	0,2	1,4	58,2	19,8	13,1	0,6	1,2	0,4	< 0,1	0,1
	1	5,2	0,3	1,3	58,4	19,0	13,2	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,7
1067	2	5,1	0,2	1,3	58,1	18,6	13,3	0,5	1,1	0,3	< 0,1	1,5
	Ø	5,2	0,3	1,3	58,3	18,8	13,3	0,5	1,1	0,3	< 0,1	1,1
	1	5,1	0,3	1,4	59,5	18,9	12,5	0,5	1,1	0,3	< 0,1	0,4
1068	2	4,9	0,2	1,3	59,3	18,9	12,7	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,7
	Ø	5,0	0,3	1,4	59,4	18,9	12,6	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,6
	1	4,9	0,2	1,3	59,9	18,7	12,6	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,4
1069	2	5,0	0,2	1,3	59,3	19,0	12,7	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,5
	Ø	5,0	0,2	1,3	59,6	18,9	12,7	0,5	1,2	0,3	< 0,1	0,5
	1	5,4	0,2	1,2	57,9	19,8	13,4	0,6	1,2	0,3	< 0,1	-
1070	2	5,0	0,2	1,2	57,9	19,2	13,2	0,5	1,2	0,3	< 0,1	1,3
	Ø	5,2	0,2	1,2	57,9	19,5	13,3	0,6	1,2	0,3	< 0,1	0,7

11.4.5 Glycolipidzusammensetzung der Saaten

Tab. 32: Glycolipidgehalte der Saaten in µg pro 100 mg getrocknetem Mehl

Proben-Nr.	Bestimmung	Total	MGDG	DGDG	SG	ESG	Cer
687	1	125	<10	69	48	8	≤ 5
	2	117	<10	76	41	<7	≤ 5
	Ø	121	<10	73	44	<7	≤ 5
688	1	100	<10	59	41	<7	≤ 5
	2	111	<10	62	50	<7	≤ 5
	Ø	106	<10	60	45	<7	≤ 5
689	1	72	<10	<15	72	<7	≤ 5
	2	74	<10	<15	65	9	≤ 5
	Ø	73	<10	<15	69	<7	≤ 5
690	1	54	<10	44	10	<7	≤ 5
	2	65	<10	52	13	<7	≤ 5
	Ø	60	<10	48	12	<7	≤ 5
692	1	47	<10	17	22	9	≤ 5
	2	56	<10	27	23	7	≤ 5
	Ø	52	<10	22	23	8	≤ 5
694	1	25	<10	<15	25	<7	≤ 5
	2	23	<10	<15	23	<7	≤ 5
	Ø	24	<10	<15	24	<7	≤ 5
695	1	23	<10	<15	23	<7	≤ 5
	2	18	<10	<15	18	<7	≤ 5
	Ø	20	<10	<15	20	<7	≤ 5
697	1	24	<10	<15	24	<7	≤ 5
	2	19	<10	<15	19	<7	≤ 5
	Ø	22	<10	<15	22	<7	≤ 5
698	1	16	<10	<15	16	<7	≤ 5
	2	11	<10	<15	11	<7	≤ 5
	Ø	14	<10	<15	14	<7	≤ 5
699	1	15	<10	<15	15	<7	≤ 5
	2	17	<10	<15	17	<7	≤ 5
	Ø	16	<10	<15	16	<7	≤ 5
700	1	34	<10	20	15	<7	≤ 5
	2	42	<10	26	16	<7	≤ 5
	Ø	38	<10	23	16	<7	≤ 5
701	1	40	<10	25	15	<7	≤ 5
	2	47	<10	26	21	<7	≤ 5
	Ø	43	<10	25	18	<7	≤ 5
702	1	47	<10	26	21	<7	≤ 5
	2	38	<10	22	16	<7	≤ 5
	Ø	42	<10	24	18	<7	≤ 5
705	1	116	<10	65	51	<7	≤ 5
	2	106	<10	49	57	<7	≤ 5
	Ø	111	<10	57	54	<7	≤ 5
707	1	83	<10	45	38	<7	≤ 5
	2	83	<10	46	38	<7	≤ 5
	Ø	83	<10	45	38	<7	≤ 5
708	1	121	<10	56	43	<7	22
	2	122	<10	59	39	<7	24
	Ø	122	<10	58	41	<7	23
709	1	132	<10	63	38	<7	31
	2	109	<10	54	37	<7	18
	Ø	121	<10	59	38	<7	24

11. Anhang

	1	121	<10	61	53	7	≤ 5
710	2	118	<10	52	57	9	≤ 5
	∅	119	<10	57	55	8	≤ 5
	1	22	<10	<15	22	<7	≤ 5
711	2	22	<10	<15	22	<7	≤ 5
	∅	22	<10	<15	22	<7	≤ 5
	1	39	<10	<15	39	<7	≤ 5
712	2	43	<10	<15	43	<7	≤ 5
	∅	41	<10	<15	41	<7	≤ 5
	1	97	<10	<15	97	<7	≤ 5
1051	2	68	<10	<15	68	<7	≤ 5
	∅	83	<10	<15	83	<7	≤ 5
	1	79	<10	22	57	<7	≤ 5
1052	2	94	<10	14	79	<7	≤ 5
	∅	86	<10	18	68	<7	≤ 5
	1	127	<10	33	94	<7	≤ 5
1053	2	121	<10	30	91	<7	≤ 5
	∅	124	<10	31	92	<7	≤ 5
	1	79	<10	23	56	<7	≤ 5
1054	2	66	<10	23	43	<7	≤ 5
	∅	72	<10	23	49	<7	≤ 5
	1	43	<10	<15	43	<7	≤ 5
1055	2	47	<10	<15	47	<7	≤ 5
	∅	45	<10	<15	45	<7	≤ 5
	1	55	<10	<15	48	7	≤ 5
1056	2	59	<10	<15	48	11	≤ 5
	∅	57	<10	<15	48	9	≤ 5
	1	66	<10	16	50	<7	≤ 5
1057	2	77	<10	12	65	<7	≤ 5
	∅	72	<10	14	58	<7	≤ 5
	1	104	<10	25	72	7	≤ 5
1058	2	94	<10	21	66	7	≤ 5
	∅	99	<10	23	69	7	≤ 5
	1	99	<10	26	73	<7	≤ 5
1059	2	112	<10	31	81	<7	≤ 5
	∅	105	<10	28	77	<7	≤ 5
	1	112	<10	29	69	14	≤ 5
1060	2	133	<10	28	86	19	≤ 5
	∅	123	<10	29	78	17	≤ 5
	1	124	<10	37	77	10	≤ 5
1061	2	106	<10	31	64	11	≤ 5
	∅	115	<10	34	71	10	≤ 5
	1	65	<10	13	52	<7	≤ 5
1062	2	68	<10	16	52	<7	≤ 5
	∅	66	<10	14	52	<7	≤ 5
	1	105	<10	16	63	26	≤ 5
1063	2	132	<10	25	79	27	≤ 5
	∅	119	<10	21	71	27	≤ 5
	1	76	<10	14	54	8	≤ 5
1064	2	78	<10	18	54	7	≤ 5
	∅	77	<10	16	54	8	≤ 5
	1	80	<10	19	61	<7	≤ 5
1065	2	81	<10	16	65	<7	≤ 5
	∅	81	<10	17	63	<7	≤ 5
	1	83	<10	19	64	<7	≤ 5
1066	2	100	<10	23	77	<7	≤ 5
	∅	92	<10	21	71	<7	≤ 5

11. Anhang

	1	84	<10	20	64	<7	≤ 5
1067	2	87	<10	21	66	<7	≤ 5
	Ø	85	<10	20	65	<7	≤ 5
	1	82	<10	18	56	8	≤ 5
1068	2	81	<10	17	56	8	≤ 5
	Ø	82	<10	17	56	8	≤ 5
	1	76	<10	15	55	6	≤ 5
1069	2	80	<10	17	56	7	≤ 5
	Ø	78	<10	16	56	7	≤ 5
	1	74	<10	17	57	<7	≤ 5
1070	2	93	<10	20	73	<7	≤ 5
	Ø	84	<10	19	65	<7	≤ 5

11.4.6 Phospholipidzusammensetzung der Saaten

Tab. 33: Phospholipidgehalte der Saaten in µg pro 100 mg getrocknetem Mehl

Proben-Nr.	Bestimmung	Total	PC	PE	PI	PA	LPC	LPE
	1	1422	650	215	445	24	71	16
687	2	1321	586	199	433	25	55	22
	Ø	1372	618	207	439	25	63	19
	1	1667	787	272	509	14	70	14
688	2	1585	744	249	498	12	65	17
	Ø	1626	765	261	504	13	67	15
	1	1842	875	266	546	33	110	12
689	2	1596	755	243	481	29	77	12
	Ø	1719	815	254	514	31	94	12
	1	1619	698	295	523	33	46	19
690	2	1390	666	241	415	23	24	20
	Ø	1502	682	268	469	28	35	20
	1	1750	809	343	542	12	27	17
692	2	1564	755	293	467	10	22	18
	Ø	1657	782	318	504	11	25	18
	1	1411	634	252	395	20	47	64
694	2	1603	702	295	477	23	34	72
	Ø	1507	668	274	436	22	40	68
	1	1722	816	262	534	32	72	7
695	2	1497	713	230	435	41	72	7
	Ø	1609	765	246	484	36	72	7
	1	1762	839	304	527	27	55	11
697	2	1806	847	342	549	29	27	12
	Ø	1784	843	323	538	28	41	12
	1	1935	898	320	589	34	74	20
698	2	1519	715	298	433	12	50	9
	Ø	1727	807	309	511	23	62	14
	1	1788	822	271	566	37	76	15
699	2	1716	871	225	530	15	64	10
	Ø	1752	847	248	548	26	70	13
	1	1960	1021	338	447	39	115	< 5
700	2	2108	1012	320	593	27	155	< 5
	Ø	2034	1017	329	520	33	135	< 5
	1	2048	1030	269	545	17	169	19
701	2	1962	984	273	543	23	119	19
	Ø	2005	1007	271	544	20	144	19

11. Anhang

	1	1777	772	414	523	10	45	14
702	2	2041	870	491	592	10	49	29
	Ø	1909	821	452	557	10	47	21
	1	1323	755	189	298	20	41	20
705	2	1749	1153	255	216	33	77	14
	Ø	1536	954	222	257	27	59	17
	1	2485	1020	604	811	9	35	6
707	2	2846	1236	604	966	5	28	6
	Ø	2666	1128	604	889	7	31	6
	1	1840	916	331	534	7	46	7
708	2	2130	1175	347	556	7	37	9
	Ø	1985	1045	339	545	7	42	8
	1	2173	1321	298	497	22	26	9
709	2	2221	1349	303	509	26	26	9
	Ø	2197	1335	300	503	24	26	9
	1	1883	965	270	553	34	51	9
710	2	1954	1081	264	525	30	44	10
	Ø	1919	1023	267	539	32	48	10
	1	2646	1652	275	661	6	52	<5
711	2	2899	1712	339	796	7	44	<5
	Ø	2773	1682	307	729	7	48	<5
	1	2601	1557	348	640	16	41	<5
712	2	2731	1613	367	689	21	41	<5
	Ø	2666	1585	358	664	18	41	<5
	1	4219	2071	775	1189	124	39	21
1051	2	4690	2395	796	1344	95	38	22
	Ø	4454	2233	786	1267	109	38	22
	1	2482	1018	426	773	68	144	53
1052	2	2500	1060	462	779	70	79	50
	Ø	2491	1039	444	776	69	112	52
	1	3159	1480	686	813	134	47	<5
1053	2	3383	1610	726	856	161	30	<5
	Ø	3271	1545	706	835	147	38	<5
	1	2051	863	300	707	99	83	<5
1054	2	2522	1079	353	892	116	82	<5
	Ø	2287	971	327	799	108	82	<5
	1	2098	1019	276	693	50	59	<5
1055	2	1972	977	241	656	43	55	<5
	Ø	2035	998	259	675	46	57	<5
	1	3363	1603	663	959	65	65	8
1056	2	3686	1873	722	958	65	61	6
	Ø	3524	1738	692	959	65	63	7
	1	4480	2074	840	1391	131	40	4
1057	2	4515	2265	679	1392	132	39	8
	Ø	4497	2170	759	1392	131	40	6
	1	2397	1022	421	898	29	19	9
1058	2	2629	1101	486	990	29	14	9
	Ø	2513	1061	453	944	29	16	9
	1	2550	1178	246	1102	25	<20	<5
1059	2	2779	1252	237	1271	19	<20	<5
	Ø	2665	1215	241	1187	22	<20	<5
	1	2160	1014	351	682	73	40	<5
1060	2	2400	1084	400	787	97	31	<5
	Ø	2280	1049	376	734	85	35	<5
	1	1928	835	287	707	86	<20	14
1061	2	2055	948	289	675	127	<20	16
	Ø	1991	891	288	691	106	<20	15

11. Anhang

	1	2622	1113	431	1045	18	<20	16
1062	2	2664	1191	400	1040	17	<20	17
	Ø	2643	1152	415	1043	17	<20	16
	1	2057	838	530	575	78	25	11
1063	2	2410	867	641	773	89	29	11
	Ø	2233	853	585	674	83	27	11
	1	2757	1355	498	719	48	124	14
1064	2	2674	1522	357	666	32	82	15
	Ø	2716	1439	427	692	40	103	15
	1	2126	897	376	765	88	<20	<5
1065	2	2086	936	341	734	75	<20	<5
	Ø	2106	916	358	750	82	<20	<5
	1	1610	811	207	485	29	77	3
1066	2	1677	849	207	521	21	75	4
	Ø	1643	830	207	503	25	76	4
	1	1586	825	182	512	34	24	9
1067	2	1889	961	212	651	35	17	14
	Ø	1738	893	197	581	34	20	12
	1	1926	823	365	603	31	84	20
1068	2	2108	873	454	664	32	67	18
	Ø	2017	848	409	633	32	75	19
	1	1801	873	329	576	8	<20	15
1069	2	1623	773	280	548	6	<20	16
	Ø	1712	823	305	562	7	<20	15
	1	2004	970	239	699	42	39	14
1070	2	2196	1168	231	721	32	25	20
	Ø	2100	1069	235	710	37	32	17

11.4.7 Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide der Saaten

Tab. 34: Fettsäurezusammensetzung der Phospholipide der Saaten in % der Gesamtfettsäuren

Proben-Nr.	C 16:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	Sonstige
687	5,8	1,7	58,4	20,6	8,3	5,2
688	10,3	3,5	53,5	23,0	6,4	5,2
689	9,5	1,3	52,5	27,9	5,3	3,5
690	9,9	1,1	46,5	33,4	5,8	3,3
692	10,4	1,2	44,9	31,7	5,7	6,1
694	9,3	0,9	50,2	28,2	5,1	6,3
695	8,3	1,1	52,1	27,6	5,4	5,5
697	8,9	0,9	46,2	28,3	5,4	10,3
698	8,5	0,8	54,2	27,9	5,3	3,3
699	9,4	1,2	45,9	31,6	5,4	6,5
700	11,0	1,3	40,1	37,9	7,6	2,1
701	10,9	1,3	50,8	29,7	7,3	-
702	9,6	1,3	58,3	24,8	5,1	0,9
705	9,3	1,1	51,2	28,9	6,2	3,3
707	9,3	0,9	52,4	31,5	5,5	0,4
708	9,3	1,0	52,4	29,5	6,5	1,3
709	9,8	0,9	51,9	31,0	6,4	-
710	11,1	1,0	49,0	33,2	5,7	-
711	9,6	1,6	48,2	31,2	5,9	3,5
712	10,2	1,1	52,5	29,2	4,3	2,7
1051	9,8	1,0	53,2	30,3	5,7	-

11. Anhang

1052	9,8	1,1	54,6	29,7	4,4	0,4
1053	9,9	0,9	48,4	34,5	6,3	-
1054	10,0	1,0	48,9	33,2	6,8	0,1
1055	10,4	1,0	48,1	33,1	6,4	1
1056	10,5	1,0	52,1	28,7	5,4	2,3
1057	9,5	0,8	47,5	29,3	6,1	6,8
1058	10,2	0,7	50,1	32,8	6,2	-
1059	10,4	1,1	51,9	31,3	5,3	-
1060	11,2	1,0	49,6	29,4	4,8	4
1061	10,7	1,1	52,2	29,6	4,7	1,7
1062	10,3	0,9	51,9	30,9	4,8	1,2
1063	10,6	1,3	48,6	34,1	4,8	0,6
1064	9,8	1,3	57,4	26,0	4,0	1,5
1065	10,7	1,5	52,0	27,4	4,7	3,7
1066	10,8	1,1	41,7	38,8	7,6	-
1067	10,6	1,0	50,7	28,9	7,2	1,6
1068	10,7	1,2	50,4	28,4	6,9	2,4
1069	9,2	1,1	58,4	20,1	4,5	6,7
1070	11,0	1,1	49,1	29,2	7,3	2,3

11.4.8 Sterolgehalte der Saaten berechnet als β -Sitosterol

Tab. 35: β -Sitosterolgehalte der Saaten in μg pro 100 mg getrocknetem Mehl

Proben-Nr.	Bestimmung	β -Sitosterol
	1	248
687	2	267
	Ø	258
	1	349
688	2	380
	Ø	364
	1	228
689	2	230
	Ø	229
	1	218
690	2	237
	Ø	227
	1	238
692	2	241
	Ø	240
	1	231
694	2	240
	Ø	235
	1	132
695	2	107
	Ø	120
	1	170
697	2	198
	Ø	184
	1	259
698	2	237
	Ø	248

11. Anhang

	1	131
699	2	134
	Ø	133
	1	109
700	2	114
	Ø	112
	1	98
701	2	101
	Ø	100
	1	95
702	2	104
	Ø	100
	1	60
705	2	62
	Ø	61
	1	67
707	2	69
	Ø	68
	1	73
708	2	76
	Ø	75
	1	81
709	2	84
	Ø	83
	1	67
710	2	56
	Ø	61
	1	134
711	2	116
	Ø	125
	1	141
712	2	124
	Ø	132
	1	105
1051	2	156
	Ø	131
	1	69
1052	2	58
	Ø	63
	1	57
1053	2	59
	Ø	58
	1	221
1054	2	258
	Ø	239
	1	277
1055	2	287
	Ø	282
	1	139
1056	2	186
	Ø	163
	1	108
1057	2	109
	Ø	108
	1	74
1058	2	84
	Ø	79

	1	149
1059	2	157
	Ø	153
	1	181
1060	2	194
	Ø	188
	1	232
1061	2	235
	Ø	233
	1	135
1062	2	160
	Ø	147
	1	220
1063	2	258
	Ø	239
	1	166
1064	2	207
	Ø	186
	1	128
1065	2	169
	Ø	149
	1	233
1066	2	256
	Ø	245
	1	433
1067	2	477
	Ø	455
	1	155
1068	2	176
	Ø	165
	1	213
1069	2	238
	Ø	225
	1	310
1070	2	379
	Ø	344

11.4.9 Sinapinsäuregehalte der Saaten

Tab. 36: Sinapinsäuregehalte der Saaten in mg pro 100 mg getrocknetem Mehl

Proben-Nr.	Bestimmung	Sinapinsäure
	1	0,9
687	2	0,9
	Ø	0,9
	1	0,5
688	2	0,6
	Ø	0,6
	1	0,8
689	2	0,6
	Ø	0,7
	1	0,8
690	2	0,7
	Ø	0,8

11. Anhang

	1	0,9
692	2	1,2
	Ø	1,1
	1	1,1
694	2	1,1
	Ø	1,1
	1	0,7
695	2	0,8
	Ø	0,8
	1	0,6
697	2	0,5
	Ø	0,6
	1	0,5
698	2	0,7
	Ø	0,6
	1	0,6
699	2	0,6
	Ø	0,6
	1	0,5
700	2	0,3
	Ø	0,4
	1	0,6
701	2	0,7
	Ø	0,7
	1	1,0
702	2	0,7
	Ø	0,9
	1	0,5
705	2	0,8
	Ø	0,7
	1	0,7
707	2	0,5
	Ø	0,6
	1	1,3
708	2	1,0
	Ø	1,2
	1	1,6
709	2	1,4
	Ø	1,5
	1	0,9
710	2	1,0
	Ø	1,0
	1	0,9
711	2	0,7
	Ø	0,8
	1	0,3
712	2	0,4
	Ø	0,4
	1	0,8
1051	2	0,6
	Ø	0,7
	1	0,4
1052	2	0,6
	Ø	0,5
	1	0,6
1053	2	0,7
	Ø	0,7

11. Anhang

	1	0,7
1054	2	0,8
	Ø	0,8
	1	0,5
1055	2	0,5
	Ø	0,5
	1	0,5
1056	2	0,7
	Ø	0,6
	1	0,6
1057	2	0,9
	Ø	0,8
	1	0,8
1058	2	0,8
	Ø	0,6
	1	0,6
1059	2	0,6
	Ø	0,6
	1	0,7
1060	2	0,5
	Ø	0,6
	1	0,5
1061	2	0,6
	Ø	0,6
	1	0,6
1062	2	0,7
	Ø	0,7
	1	0,8
1063	2	0,8
	Ø	0,8
	1	0,8
1064	2	0,8
	Ø	0,8
	1	0,8
1065	2	0,5
	Ø	0,7
	1	0,5
1066	2	0,5
	Ø	0,5
	1	0,7
1067	2	0,6
	Ø	0,7
	1	0,6
1068	2	0,9
	Ø	0,8
	1	0,8
1069	2	0,8
	Ø	0,8
	1	0,8
1070	2	0,9
	Ø	0,9

11.4.10 Kohlenhydratgehalte der Saaten

Tab. 37: Kohlenhydratgehalte der Saaten in mg pro 100 mg getrocknetem Mehl

Proben-Nr.	Bestimmung	Total	Glucose	Stachyose	Raffinose	Saccharose
	1	13,3	4,0	2,4	1,8	5,1
687	2	13,6	4,7	2,5	1,5	4,9
	Ø	13,5	4,4	2,5	1,7	5,0
	1	13,4	3,3	2,1	2,0	6,0
688	2	14,3	3,2	2,5	2,0	6,6
	Ø	13,9	3,3	2,3	2,0	6,3
	1	14,9	3,2	3,0	2,2	6,5
689	2	14,7	2,6	2,3	2,6	7,2
	Ø	14,8	2,9	2,7	2,4	6,9
	1	13,2	2,6	1,8	1,9	6,9
690	2	13,1	2,4	1,8	2,0	6,9
	Ø	13,2	2,5	1,8	2,0	6,9
	1	13,0	2,1	1,9	2,1	6,9
692	2	13,8	2,0	2,2	2,6	7,0
	Ø	13,4	2,1	2,1	2,4	7,0
	1	12,9	0,9	1,6	2,7	7,7
694	2	12,1	0,8	1,7	2,2	7,4
	Ø	12,5	0,9	1,7	2,5	7,6
	1	12,1	1,8	1,3	1,8	7,2
695	2	11,5	1,7	1,2	1,5	7,1
	Ø	11,8	1,8	1,3	1,7	7,2
	1	12,0	2,7	1,2	1,3	6,8
697	2	12,5	2,7	1,5	1,6	6,7
	Ø	12,3	2,7	1,4	1,5	6,8
	1	11,8	2,6	1,4	1,2	6,6
698	2	12,0	2,9	1,2	1,2	6,7
	Ø	11,9	2,8	1,3	1,2	6,7
	1	13,4	1,8	1,8	1,4	8,4
699	2	14,1	1,9	2,1	1,5	8,6
	Ø	13,8	1,9	2,0	1,5	8,5
	1	18,0	5,4	1,9	3,4	7,3
700	2	14,9	5,1	1,7	2,5	5,6
	Ø	16,5	5,3	1,8	3,0	6,5
	1	16,9	4,5	1,7	3,0	7,4
701	2	17,2	6,2	1,8	3,1	6,1
	Ø	17,1	5,5	1,8	3,1	6,8
	1	16,4	2,4	2,3	4,2	7,5
702	2	15,5	2,0	2,0	3,6	7,9
	Ø	16,0	2,2	2,2	3,9	7,7
	1	14,9	4,0	2,3	2,9	5,7
705	2	14,8	3,5	2,4	2,9	6,0
	Ø	14,9	3,8	2,4	2,9	5,9
	1	14,5	1,6	2,4	2,9	7,6
707	2	14,2	1,7	2,2	2,9	7,4
	Ø	14,4	1,7	2,3	2,9	7,5
	1	15,2	4,0	1,9	2,0	7,3
708	2	15,6	5,9	1,8	1,9	6,0
	Ø	15,4	5,0	1,9	2,0	6,7
	1	12,9	3,0	1,9	1,5	6,5
709	2	13,1	2,8	2,0	1,7	6,6
	Ø	13,0	2,9	2,0	1,6	6,6

11. Anhang

	1	13,0	3,0	1,6	1,6	6,8
710	2	13,8	2,5	1,8	2,3	7,2
	Ø	13,4	2,8	1,7	2,0	7,0
	1	12,3	5,3	1,6	1,1	4,3
711	2	12,9	4,4	1,7	1,4	5,4
	Ø	12,6	4,9	1,7	1,3	4,9
	1	14,0	3,0	2,2	1,9	6,9
712	2	13,8	2,8	2,1	1,9	7,0
	Ø	13,9	2,9	2,2	1,9	7,0
	1	15,0	4,6	1,5	1,9	7,0
1051	2	14,3	5,2	1,3	1,5	6,3
	Ø	14,7	4,9	1,4	1,7	6,7
	1	12,4	1,3	1,8	2,2	7,1
1052	2	12,9	1,4	1,9	2,3	7,3
	Ø	12,7	1,4	1,9	2,3	7,2
	1	12,8	1,7	1,8	2,1	7,2
1053	2	14,6	1,8	2,0	3,3	7,5
	Ø	13,7	1,8	1,9	2,7	7,4
	1	12,2	1,7	1,9	2,2	6,4
1054	2	11,9	1,7	1,9	1,9	6,4
	Ø	12,1	1,7	1,9	2,1	6,4
	1	12,6	2,7	1,8	1,7	6,4
1055	2	12,6	2,9	1,7	1,6	6,4
	Ø	12,6	2,8	1,8	1,7	6,4
	1	15,5	3,4	2,6	2,4	7,1
1056	2	15,6	3,1	2,7	2,6	7,2
	Ø	15,6	3,3	2,7	2,5	7,2
	1	14,2	2,9	2,4	1,9	7,0
1057	2	14,1	2,7	2,3	1,9	7,2
	Ø	14,2	2,8	2,4	1,9	7,1
	1	13,5	1,5	2,4	2,2	7,4
1058	2	11,6	1,5	1,8	1,6	6,7
	Ø	12,6	1,5	2,1	1,9	7,1
	1	12,5	1,8	2,1	1,6	7,0
1059	2	12,1	1,2	2,2	1,4	7,3
	Ø	12,3	1,5	2,2	1,5	7,2
	1	14,2	1,6	2,0	2,2	8,4
1060	2	14,0	1,5	2,2	2,2	8,1
	Ø	14,1	1,6	2,1	2,2	8,3
	1	12,6	1,2	2,2	2,6	6,6
1061	2	12,5	1,1	2,1	2,4	6,9
	Ø	12,6	1,2	2,2	2,5	6,8
	1	12,5	1,4	1,9	2,2	7,0
1062	2	11,9	1,2	2,0	2,1	6,6
	Ø	12,2	1,3	2,0	2,2	6,8
	1	12,0	1,4	2,2	2,1	6,3
1063	2	12,7	1,4	2,2	2,1	7,0
	Ø	12,4	1,4	2,2	2,1	6,7
	1	12,2	1,1	2,0	2,0	7,1
1064	2	12,2	1,1	2,0	2,1	7,0
	Ø	12,2	1,1	2,0	2,1	7,1
	1	12,7	1,3	2,0	2,3	7,1
1065	2	13,2	1,3	2,1	2,5	7,3
	Ø	13,0	1,3	2,1	2,4	7,2
	1	14,5	2,6	2,1	2,1	7,7
1066	2	14,1	2,7	2,1	1,7	7,6
	Ø	14,3	2,7	2,1	1,9	7,7

11. Anhang

	1	14,8	2,9	2,2	1,7	8,0
1067	2	13,6	2,4	2,1	1,4	7,7
	Ø	14,2	2,7	2,2	1,6	7,9
	1	12,9	2,0	2,1	1,4	7,4
1068	2	13,2	2,9	2,0	1,3	7,0
	Ø	13,1	2,5	2,1	1,4	7,2
	1	12,1	1,9	2,0	1,3	6,9
1069	2	11,3	1,5	1,9	1,3	6,6
	Ø	11,7	1,7	2,0	1,3	6,8
	1	13,7	3,1	2,1	1,5	7,0
1070	2	13,4	2,2	2,1	1,4	7,7
	Ø	13,6	2,7	2,1	1,5	7,4

11.4.11 Farbwerte der Saaten

Tab. 38: Farbgehalte der Saaten in Skt pro 100 mg getrocknetes Mehl

Proben-Nr.	Bestimmung	a* (grün) [Skt]	b* (gelb) [Skt]
	1	-11,0	28,5
687	2	-10,3	27,0
	Ø	-10,7	27,8
	1	-7,8	18,5
688	2	-7,6	17,4
	Ø	-7,7	18,0
	1	-11,3	29,5
689	2	-9,9	22,9
	Ø	-10,6	26,2
	1	-7,6	19,1
690	2	-8,9	24,5
	Ø	-8,3	21,8
	1	-7,9	20,1
692	2	-5,9	18,3
	Ø	-6,9	19,2
	1	-6,3	13,7
694	2	-6,5	17,0
	Ø	-6,4	15,4
	1	-5,8	12,2
695	2	-5,7	11,2
	Ø	-5,8	11,7
	1	-4,6	9,1
697	2	-5,3	10,0
	Ø	-5,0	9,6
	1	-2,8	10,4
698	2	-3,5	10,9
	Ø	-3,2	10,7
	1	-8,0	15,2
699	2	-8,5	17,2
	Ø	-8,3	16,2
	1	-4,9	11,9
700	2	-4,8	12,1
	Ø	-4,9	12,0
	1	-3,1	6,0
701	2	-3,2	6,2
	Ø	-3,2	6,1

11. Anhang

	1	-1,1	5,8
702	2	-1,3	7,6
	Ø	-1,2	6,7
	1	-1,1	5,7
705	2	-1,2	6,3
	Ø	-1,2	6,0
	1	-5,8	15,8
707	2	-7,8	16,0
	Ø	-6,8	16,4
	1	-5,7	16,6
708	2	-5,6	16,5
	Ø	-5,7	16,6
	1	-6,1	11,9
709	2	-6,0	11,9
	Ø	-6,1	11,9
	1	-7,0	14,0
710	2	-7,0	14,1
	Ø	-7,0	14,1
	1	-10,4	23,2
711	2	-11,1	23,8
	Ø	-10,8	23,5
	1	-5,3	13,2
712	2	-6,2	12,9
	Ø	-5,8	13,1
	1	-3,1	16,2
1051	2	-3,0	15,8
	Ø	-3,1	16,0
	1	-6,3	15,1
1052	2	-6,9	17,5
	Ø	-6,6	16,3
	1	-8,6	18,0
1053	2	-8,8	18,3
	Ø	-8,7	18,2
	1	-6,9	14,3
1054	2	-7,7	16,3
	Ø	-7,3	15,3
	1	-5,0	12,5
1055	2	-5,8	13,9
	Ø	-5,4	13,1
	1	-8,4	19,6
1056	2	-8,5	19,8
	Ø	-8,5	19,7
	1	-3,1	11,0
1057	2	-3,2	11,0
	Ø	-3,2	11,0
	1	-6,6	14,7
1058	2	-7,3	16,4
	Ø	-7,0	15,6
	1	-8,6	18,4
1059	2	-6,5	18,7
	Ø	-7,6	18,6
	1	-7,3	18,1
1060	2	-7,4	18,2
	Ø	-7,4	18,2
	1	-3,1	9,2
1061	2	-3,2	8,5
	Ø	-3,2	8,9

	1	-7,1	17,1
1062	2	-7,0	17,2
	Ø	-7,1	17,2
	1	-4,6	14,4
1063	2	-5,8	13,7
	Ø	-5,2	14,1
	1	-5,2	12,4
1064	2	-5,5	13,1
	Ø	-5,4	12,8
	1	-3,3	5,6
1065	2	-3,2	5,7
	Ø	-3,3	5,7
	1	-3,2	6,2
1066	2	-3,5	6,0
	Ø	-3,4	6,1
	1	-3,3	5,2
1067	2	-3,2	5,4
	Ø	-3,3	5,3
	1	-3,6	6,9
1068	2	-3,1	6,8
	Ø	-3,4	6,9
	1	-3,3	5,5
1069	2	-3,3	5,8
	Ø	-3,3	5,7
	1	-2,5	5,1
1070	2	-2,8	5,6
	Ø	-2,7	5,4

11.5. GEWINNUNG VON LECITHIN, FRAKTIONEN UND PRÄPARATEN

11.5.1 Gewinnung von Lecithin aus der Saat

- 1000 g Saat mahlen
- es wird nach folgendem Extraktionsschema extrahiert:
 - 1 x mit 5 L (ist Verhältnis 1 : 5, v : v) Chloroform / Methanol
 - 4 x mit 3 L (ist Verhältnis 1 : 3, v : v) Chloroform / Methanol
je 30 min mit 4-Blatt-Rührer
- das Lösungsmittel wird mit dem Rotationsverdampfer entfernt
- der Lipidextrakt in einem Becherglas auf Magnetrührer mit Heizplatte auf 75°C temperieren
- 25 % Citronensäure im Verhältnis 1 : 100 (v : v) hinzugeben
- 30 min mit Magnetrührer bei 75°C rühren
- temperiertes dem. Wasser auf 75°C im Verhältnis 1 : 100 (v : v) hinzugeben
- 30 min mit Magnetrührer bei 75°C rühren
- zum Separieren des Lecithin Extraktes 15 min bei 1000 g zentrifugieren
- Ölphase entfernen
- Lecithin befindet sich auf dem Boden

11.5.2 Entölung des Lecithins

- Lecithin aus 11.5.1 einsetzen
- zur Entölung, Abtrennung der Triglyceride, wird nach folgendem Extraktions-
schema extrahiert:
- 3 x im Verhältnis 1 : 10 (v : v) mit Aceton (kalt)
je 30 min mit 4-Blatt-Rührer
- nach jeder Extraktion absetzen lassen und Öl-Aceton-Gemisch abfiltrieren
- Öl-Aceton-Gemisch kann verworfen werden
- mit dem Rotationsverdampfer bei $T = 50^{\circ}\text{C}$ Reste von Aceton vom entölten
Lecithin entfernen
- Endtrocknung erfolgt bei $T = 50^{\circ}\text{C}$ im Vakuumtrockenschrank bei < 20 mbar

11.5.3 Gewinnung von Lecithinfraktionen

- entöltes Lecithin aus 11.5.2 einsetzen
- zur Gewinnung von Lecithinfraktionen wird nach folgendem Extraktions-
schema extrahiert:
- 3 x im Verhältnis 1 : 5 (v : v) mit Aceton / Isopropanol (95 / 5, v / v) (kalt)
je 30 min mit 4-Blatt-Rührer
- nach jeder Extraktion absetzen lassen und Lösungsmittel-Glycolipid-Gemisch
abfiltrieren
- Filtrate mit den Glycolipide vereinigen und mit dem Rotationsverdampfer
bei $T = 50^{\circ}\text{C}$ das Gemisch Isopropanol / Aceton entfernen
- Filterkuchen, der aus Phospholipiden besteht, mit dem Rotationsverdampfer bei
bei $T = 50^{\circ}\text{C}$ das Gemisch Isopropanol / Aceton entfernen
- Endtrocknung erfolgt bei $T = 50^{\circ}\text{C}$ im Vakuumtrockenschrank bei < 20 mbar

11.5.4 Gewinnung von PC-angereicherten und PC-abgereicherten Fraktionen

- das Phospholipidfraktion aus 11.5.3 einsetzen
- zur Gewinnung der PC-angereicherten und PC-abgereicherten Fraktion wird nach folgendem Schema extrahiert:
 - 3 x mit Ethanol im Verhältnis 1 : 2 (v : v)
je 30 min mit 4-Blatt-Rührer
- nach jeder Extraktion absetzen lassen und Ethanol-PC-angereichertes Gemisch abfiltrieren
- Filtrate mit PC-angereicherten Lecithin vereinigen und mit dem Rotationsverdampfer bei T = 50°C das Ethanol entfernen
- Filterkuchen, der aus PC-abgereicherten Lecithin besteht, mit dem Rotationsverdampfer bei T = 50°C von Reste an Ethanol befreien
- Endtrocknung erfolgt bei T = 50°C im Vakuumtrockenschrank bei < 20 mbar

11.5.5 Gewinnung von Sterylglycosiden und Einzelphospholipidpräparaten

11.5.5.1 Herstellung der Säule

- 150 g getrocknetes Kieselgel von VWR international (0,2 - 0,5 mm) werden in 400 g Hexan / Isopropanol / Wasser (70 / 25 / 5; w / w / w) suspendiert
- die Suspension wird in eine Säule (L = 45 cm, Ø = 5 cm) gegeben
- der Überstand des Lösungsmittelgemisches wird abgelassen

11.5.5.2 Elution der Einzelkomponenten

- 100 g des entölten Lecithins aus 11.5.2 werden in 100 g Hexan / Isopropanol / Wasser (70 / 25 / 5; w / w / w) suspendiert
- der Überstand wird abgelassen (F1)
- es wird 29 x mit 100 g Hexan / Isopropanol / Wasser (70 / 25 / 5; w / w / w) eluiert (F2 - F30)
- die Fraktionen werden einzeln aufgefangen und mittels HPTLC auf Zusammensetzung untersucht
- für die HPTLC werden jeweils 10 mL abgenommen, das Lösungsmittelgemisch entfernt und in 1 mL Chloroform / Methanol (2 / 1; v / v) aufgenommen
- die Fraktionen werden nach der Analyse auf Zusammensetzung für die Herstellungen der Lecithinpräparate für die Anwendungsversuche verwendet

11.6 W/O-EMULSIONEN

11.6.1 Prinzip

- Eine W/O-Emulsion wird unter definierten Bedingungen hergestellt. Das Verhältnis von kontinuierlicher Ölphase zu disperser Wasserphase beträgt 40 : 60. Das Lecithin wird in der Ölphase gelöst. Anschließend wird das Wasser bei einer Emulgiertemperatur von 40°C in der Ölphase dispergiert.

11.6.2 Herstellung von W/O-Emulsionen

11.6.2.1 Vorbereitung für die Herstellung

- Temperierbad auf 40°C aufwärmen
- Anfärben von dem. Wasser mit Patent Blue Violet (8 mg / 100 g Wasser)
- 60 g des gefärbten Wassers in ein Becherglas abwiegen
- 0,8 % Lecithin bezogen auf AU in Rapsöl lösen, hierzu Magnetrührer Stufe 2-3 (ÖL darf nicht schäumen), Temperaturstufe 4, auf 55°C erwärmen
- anschließend die Mischung auf zweitem, kalten Magnetrührer, Rührstufe 2-3, Temperaturstufe 0 auf 40°C abkühlen lassen
- Becherglas mittels Stativhalter ins Temperierbad [40°C] hängen und Mischung bei ca. 100 U / min (Rührwerk Eurostar digital; Ankerrührer möglichst mittig, ca. 5 mm über dem Becherglasboden positionieren) warm halten
- abgewogenes Wasser auf 40°C erwärmen, Magnetrührer, Rührstufe 2-3, Temperaturstufe 4 und in die 50 ml Bürette füllen

11.6.2.2 Emulgierprozess

- Rührwerk stoppen und auf 1500 U / min (Markierung) einstellen
- Rührwerk und maximale Wasserzugabe (von der Bürette in die Ölphase) gleichzeitig starten
- Wasser 2 min bei 1500 U / min im Öl dispergieren; Zeit und Drehzahl sind genau einzuhalten

11.6.2.3 Probenabfüllung

Für die Untersuchungen zur Charakterisierung der Modellemulsionen wurden folgende Abfüllungen vorgenommen und bei 20°C im Klimaschrank gelagert:

Tab. 39: Abfüllungen der W/O-Modellemulsion für die Charakterisierung

Charakterisierung	nach 1 h	nach 24 h	nach 7d
Tröpfengrößenverteilung	10 mL Schnappdeckelglas	10 mL Schnappdeckelglas	10 mL Schnappdeckelglas
Viskosität, Fließgrenze	20 mL Schnappdeckelglas	20 mL Schnappdeckelglas	20 mL Schnappdeckelglas
Makroskopie	10 mL graduiertes Zentifugengläschen		
Mikroskopie	jeweils von der Tropfengrößenverteilung		

11.6.3 Untersuchungsmethoden von W/O-Emulsionen

Die Modellemulsionen werden mit den in Kapitel 4.6.3 beschriebenen Methoden untersucht.

11.6.3.1 Mikroskopische Charakterisierung

- Mikroskop: Olympus BX 60 F5 (Olymus Optical Co., Ltd., Tokyo, Japan) mit 50-facher bis 1000-facher Vergrößerung, mit Digitalkamera
- Software: Olymus DP-Soft Version 3.0
- Objektträger 75 x 25 mm von VWR international
- Deckgläschen 25 x 25 mm von VWR international
- Emulsion wurde mit Miglyol 812 im Verhältnis 1 : 4 verdünnt
- mikroskopiert bei Durchlicht ohne Filter oder im differentiellen Interferenzkontrast
- bei 200-facher Vergrößerung

11.6.3.2 Untersuchung der Tropfengröße und -verteilung

- Coulter LS 230 (Coulter Electronics Inc., Miami, USA)
- Software LS Version 3.01
- Messung bei 750 nm
- als Verdünnungs- und Messmedium diente Rapsöl
- 2 g der Emulsion wurden in der Coulterküvette (Coulter Corporation, Miami, USA) mit Rapsöl 1 : 4 verdünnt
- Durchlaufmenge Rapsöl 300 mL / min (Europump PA-ST1: Drehzahlstufe 35)
- Berechnung mit dem optischen Modell „Wo.rfd“ (Flüssigkeit B.T.real = 1,45; Material B.I. real = 1,332; imaginär 0)

11.6.4 Tropfengröße der W/O-Emulsionen

Tab. 40: Mittlere Tropfengrößenverteilung der W/O-Emulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis P als Emulgator

		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat A	d(3,2) µm d(4,3) µm	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat B	d(3,2) µm d(4,3) µm	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat C	d(3,2) µm d(4,3) µm	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat D	d(3,2) µm d(4,3) µm	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat E	d(3,2) µm d(4,3) µm	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat F	d(3,2) µm d(4,3) µm	19 25	21 25	22 25
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat G	d(3,2) µm d(4,3) µm	31 49	26 37	33 56
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat H	d(3,2) µm d(4,3) µm	32 47	32 46	35 48
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat I	d(3,2) µm d(4,3) µm	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat K	d(3,2) µm d(4,3) µm	25 39	20 34	28 46
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat L	d(3,2) µm d(4,3) µm	43 73	43 79	39 70
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat M	d(3,2) µm d(4,3) µm	34 66	33 57	31 51
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat N	d(3,2) µm d(4,3) µm	47 91	48 88	gebrochen
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat O	d(3,2) µm d(4,3) µm	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat P	d(3,2) µm d(4,3) µm	22 26	24 27	25 27

11.6.5 Rheologische Eigenschaften der W/O-Emulsionen

Tab. 41: Viskosität [Pas] und Fließgrenze [Pa] der W/O-Emulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis P als Emulgator

		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat A	M.Visk. (150 Pa) FG	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat B	M.Visk. (150 Pa) FG	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat C	M.Visk. (150 Pa) FG	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat D	M.Visk. (150 Pa) FG	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat E	M.Visk. (150 Pa) FG	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat F	M.Visk. (150 Pa) FG	0,77 18,9	0,77 19,0	0,66 13,3
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat G	M.Visk. (150 Pa) FG	0,64 22,9	0,67 22,1	0,64 24,0
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat H	M.Visk. (150 Pa) FG	0,57 17,4	0,59 21,3	0,5 17,0
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat I	M.Visk. (150 Pa) FG	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat K	M.Visk. (150 Pa) FG	0,70 18,6	0,87 24,1	0,68 19,8
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat L	M.Visk. (150 Pa) FG	0,53 14,4	0,50 16,7	0,67 18,7
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat M	M.Visk. (150 Pa) FG	0,60 17,1	0,75 24,6	0,67 22,4
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat N	M.Visk. (150 Pa) FG	0,52 14,1	0,52 14,6	0,50 13,8
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat O	M.Visk. (150 Pa) FG	gebrochen	gebrochen	gebrochen
		nach 1h	nach 24h	nach 7d
Präparat P	M.Visk. (150 Pa) FG	0,75 18,5	0,75 18,7	0,70 17,6

11.7 O/W-EMULSIONEN

11.7.1 Prinzip

- Eine O/W-Emulsion wird unter definierten Bedingungen hergestellt. Das Verhältnis von kontinuierlicher Wasserphase zu disperser Ölphase beträgt 70 : 30. Das Lecithin wird in der Ölphase gelöst. Anschließend wird das Öl bei einer Emulgiertemperatur von 40 °C in der Wasserphase dispergiert.

11.7.2 Ermittlung der Emulgatorkonzentration

Tab. 42: Tropfengrößenverteilung und Aufrahmung der O/W-Emulsionen mit dem Lecithinpräparaten C als Emulgator in verschiedenen Konzentrationen

Konzentration	nach 1h		nach 24h		nach 7d	
	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]
0,5 %	2,8	4,9	2,7	4,8	3,2	7,3
	2,7	5,2	2,5	4,6	3,3	7,3
	2,8	5,1	2,6	4,7	3,3	7,3
Aufrahmung	3 %		10 %		30 %	
0,6 %	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]
	2,7	4,2	2,6	3,8	2,6	6,0
	2,4	4,2	2,5	3,9	2,6	5,9
	2,6	4,2	2,5	3,9	2,6	6,0
Aufrahmung	2 %		8 %		30 %	
0,8 %	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]
	2,3	2,9	2,2	2,8	2,3	3,0
	2,3	2,9	2,1	2,8	2,3	2,9
	2,3	2,9	2,2	2,8	2,3	3,0
Aufrahmung	1 %		6 %		24 %	
1,0 %	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]
	2,2	2,6	2,2	2,8	2,3	3,0
	2,3	2,7	2,2	2,9	2,2	3,0
	2,2	2,7	2,2	2,9	2,3	3,0
Aufrahmung	< 1 %		5 %		24 %	
1,2 %	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]	d(3,2) [µm]	d(4,3) [µm]
	1,8	2,5	2,1	2,7	2,1	2,7
	1,9	2,4	2,0	2,8	2,2	2,6
	1,9	2,5	2,3	2,8	2,2	2,7
Aufrahmung	< 1 %		3 %		18 %	

11.7.3 Herstellung von O/W-Emulsionen

11.7.3.1 Vorbereitung für die Herstellung

- Anfärben von Rapsöl mit Sudanrot (7,5 mg / 100 g Öl)
- 90 g des gefärbten Öls in ein 250 mL Becherglas (breit) abwiegen
- 0,8 % Lecithin bezogen auf AU in Rapsöl lösen (entöltes Lecithin 2,4 g), hierzu wird das Becherglas ins Temperierbad [55°C] gehängt und Mischung mit einem 4 Blatt-Rührer (Rührwerk Eurostar digital) 30 min bei 250 U / min gerührt
- anschließend Mischung zur vollständigen Homogenisierung Gemisch 30 min im Ultraschallbad behandeln, im Anschluss abkühlen lassen
- dem. Wasser (bei entöltem Lecithin 207,6 g) in ein 800 mL Becherglas (hohe) einwiegen

11.7.3.2 Emulgierprozess

- 4 Blatt-Rührer in die Wasserphase eintauchen
- Öl-Lecithingemisch innerhalb von 2 min bei 950 U / min zugeben
- Wasser 2 min bei 950 U / min im Öl nachdispergieren; Zeit und Drehzahl sind genau einzuhalten
- Voremulsion in den Trichter des Homogenisators geben
- Pumpe anstellen und den Druck auf 350 bar einstellen
- die aufgefangene Emulsionen wird nochmals 2 mal homogenisiert
- dreifach homogenisierte Emulsion wird untersucht

11.7.3.3 Probenabfüllung

Für die Untersuchungen zur Charakterisierung der Modellemulsionen wurden folgende Abfüllungen vorgenommen und bei 20°C im Klimaschrank gelagert:

Tab. 43: Abfüllungen der O/W-Modellemulsion für die Charakterisierung

Charakterisierung	nach 1 h	nach 24 h	nach 7d
Tröpfengrößenverteilung	10 ml Schnappdeckelglas	10 ml Schnappdeckelglas	10 ml Schnappdeckelglas
Makroskopie	10 mL graduiertes Zentifugengläschen		
Mikroskopie	jeweils von der Tröpfengrößenverteilung		

11.7.4 Untersuchungsmethoden von O/W-Emulsionen

Die Modellemulsionen werden mit den in Kapitel 4.6.3 beschriebenen Methoden untersucht.

11.7.4.1 Mikroskopische Charakterisierung

- Mikroskop: Olympus BX 60 F5 (Olympus Optical Co., Ltd., Tokyo, Japan) mit 50-facher bis 1000-facher Vergrößerung, mit Digitalkamera
- Software: Olympus DP-Soft Version 3.0
- Objektträger 75 x 25 mm von VWR international
- Deckgläschen 25 x 25 mm von VWR international
- Emulsion wurde mit Wasser im Verhältnis 1 : 10 verdünnt
- mikroskopiert bei Durchlicht ohne Filter oder im differentiellen Interferenzkontrast
- bei 400-facher oder 1000-facher Vergrößerung

11.7.4.2 Untersuchung der Tropfengröße und -verteilung

- Coulter LS 230 (Coulter Electronics Inc., Miami, USA)
- Software LS Version 3.01
- Messung bei 750 nm
- als Verdünnungs- und Messmedium diente Rapsöl
- Emulsion wurden durch 10 Sekunden langes Schütteln im Rapsöl 1 : 9 gelöst
- Durchlaufmenge Rapsöl 300 mL / min (Europump PA-ST1: Drehzahlstufe 35)
- Berechnung mit dem optischen Modell „Wo.rfd“ (Flüssigkeit B.T.real = 1,45; Material B.I. real = 1,332; imaginär 0)

11.7.5 Aufräumung und Tropfengröße der O/W-Emulsionen

Tab. 44: Aufräumung und Tropfenverteilung der O/W-Emulsionen mit den Lecithinpräparaten A bis K, R bzw. C und D mit Einzelphospholipidzusatz als Emulgator

		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat A	d(3,2) μm	1,9	1,9	2,0
	d(4,3) μm	2,6	2,6	2,7
	Aufräumung	1 %	4 %	20 %
Präparat B	d(3,2) μm	2,2	2,2	2,3
	d(4,3) μm	2,9	3,0	3,0
	Aufräumung	1 %	5 %	23 %
Präparat C	d(3,2) μm	2,5	2,5	2,8
	d(4,3) μm	3,1	3,7	4,9
	Aufräumung	1 %	12 %	32 %
Präparat D	d(3,2) μm	3,0	3,1	3,4
	d(4,3) μm	5,4	5,0	6,5
	Aufräumung	1 %	13 %	35 %
Präparat E	d(3,2) μm	2,7	2,8	3,0
	d(4,3) μm	4,5	4,6	5,2
	Aufräumung	1 %	15 %	40 %
Präparat F	d(3,2) μm	1,9	1,8	1,9
	d(4,3) μm	3,5	3,2	3,3
	Aufräumung	5 %	10 %	22 %
Präparat G	d(3,2) μm	2,1	2,0	2,0
	d(4,3) μm	3,3	3,3	3,3
	Aufräumung	2 %	10 %	25 %
Präparat H	d(3,2) μm	1,8	1,8	1,8
	d(4,3) μm	2,7	2,6	2,7
	Aufräumung	1 %	5 %	18 %
Präparat I	d(3,2) μm	1,7	1,8	1,8
	d(4,3) μm	2,4	2,6	2,5
	Aufräumung	1 %	3 %	15 %
Präparat K	d(3,2) μm	1,3	1,4	1,6
	d(4,3) μm	1,8	1,8	2,4
	Aufräumung	1 %	7 %	15 %
Präparat R	d(3,2) μm	1,9	1,9	2,7
	d(4,3) μm	4,0	4,1	4,8
	Aufräumung	1 %	13 %	29 %
Präparat C + PC	d(3,2) μm	1,3	1,3	2,3
	d(4,3) μm	2,6	2,6	2,6
	Aufräumung	1 %	5 %	20 %
Präparat C + LPC	d(3,2) μm	1,1	1,2	2,0
	d(4,3) μm	2,3	2,4	2,4
	Aufräumung	1 %	5 %	20 %

11. Anhang

		nach 1 h	nach 24 h	nach 7 d
Präparat C + PE	d(3,2) µm	1,1	1,2	1,8
	d(4,3) µm	2,0	2,1	2,2
	Aufräumung	1 %	4 %	18 %
Präparat C + PI	d(3,2) µm	1,3	1,3	3,0
	d(4,3) µm	3,2	3,3	3,7
	Aufräumung	1 %	10 %	42 %
Präparat C + PA	d(3,2) µm	1,9	1,9	2,1
	d(4,3) µm	2,6	2,5	2,8
	Aufräumung	1 %	4 %	17 %
Präparat D + PC	d(3,2) µm	2,6	2,6	2,7
	d(4,3) µm	3,3	3,4	3,4
	Aufräumung	1 %	7 %	25 %
Präparat D + LPC	d(3,2) µm	1,1	1,2	2,4
	d(4,3) µm	2,6	2,6	3,0
	Aufräumung	1 %	5 %	20 %
Präparat D + PE	d(3,2) µm	1,9	2,0	2,1
	d(4,3) µm	2,4	2,5	2,6
	Aufräumung	1 %	6 %	22 %
Präparat D + PI	d(3,2) µm	3,7	3,6	3,4
	d(4,3) µm	5,8	6,1	7,7
	Aufräumung	5 %	20 %	38 %
Präparat D + PA	d(3,2) µm	2,0	2,0	2,3
	d(4,3) µm	2,6	2,6	2,9
	Aufräumung	2 %	7 %	24 %

11.8 PROTOKOLLE DES STANDARDKASTENBACKVERSUCHS

Degussa Texturant Systems Deutschland GmbH & Co. KG						
Backversuch - Weizentypenmehle (Kastenbrot)						
Quelle: Standard-Methoden für Getreide, Mehl und Brot				Datum: 05.06.2002		
Versuchsreihe: gelbe Rübsen						
Rezeptur: Backhefe 3%, Salz 1,2%, Zucker -, Fett -, 0,1%ige Ascorbinsäurelösung, ml: 60, Knetzeit 1 + 5 min Bearb.: Hr. Detert						
Gärzeit d. Teiges: 2 x 30 min Gärraum-Temp.: 32°C Feuchte: 80% Backtemperatur 240°C Backzeit: 30 min						
Musterbezeichnung	1	2	3	4	5	6
Versuchsanordnung	ohne Präparat	A-entölt	A-PL	A-PC-an	A-GL	A-PC-ab
Fallzahl (s)	340	340	340	340	340	340
Mehlfeuchtigkeit (%)	14	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0
Mehlmenge (g)	500	500	500	500	500	500
Zusätze (g)	0	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Flüssigkeit (ml), (100 T Mehl)	52,2	52,2	52,2	52,2	52,2	52,2
Flüssigkeit (ml), (100 T Zusätze)	7	7	7	7	7	7
Gesamtflüssigkeit (ml)	296	296	296	296	296	296
Teigausbeute	159	159,1	159,1	159,1	159,1	159,1
Teigtemperatur (°C), sofort	26	26	26	26	26	26
Praktisches Teiggewicht (g)	805	805	806	805	805	804
Teigeinlage (g)	398	398	399	398	398	398
Teigoberfläche	etwas feucht	etwas feucht	etwas feucht	normal	normal	etwas feucht
Teigelastizität	normal	normal	normal	normal	normal	normal
Stückgärzeit (min) NG/ÜG	40/48	40/48	40/48	40/48	40/48	40/48
Brotgewicht (g) NG/ÜG	320/319	322/319	320/319	320/318	320/318	321/319
Brotausbeute	128,2	128,2	127,8	127,6	127,6	128
Brotverlust (%)	19,5	19,5	19,9	19,8	19,8	19,6
Brotvolumen (ml) NG/ÜG	1250/1360	1390/1420	1380/1460	1430/1520	1480/1550	1340/1380
Volumenausbeute NG/ÜG	500/544	556/568	552/584	572/608	592/620	536/552
Volumenausbeute Ø	522	562	568	590	606	544
Porenbild NG/ÜG	5/4	6/5	6/6	7/6	7/6	6/6
Porenbild Ø	4,5	5,5	6	6,5	6,5	6
Backzahl	105	136	147	166	173	138
Wertzahl	105	136	157	211	218	133
Form NG/ÜG	gut/gut	gut/noch gut	gut/noch gut	gut/noch gut	gut/gut	gut/noch gut
Bräunung	normal	normal	normal	normal	normal	normal
Krumenbeschaffenheit	etwas grob	etwas grob	zart	wollig	wollig	etwas grob
Porengleichmäßigkeit	ziemlich gleichmäßig	ziemlich gleichmäßig	ziemlich gleichmäßig	gleichmäßig	gleichmäßig	ungleichmäßig
Krumenelastizität	befriedigend	befriedigend	befriedigend	gut	gut	befriedigend
Geschmack	einwandfrei	einwandfrei	einwandfrei	einwandfrei	einwandfrei	einwandfrei
Gärstabilität	gut	gut	gut	gut	gut	gut
Backverhalten	sehr gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut

Weizenmehl: Wiener (=Weizenmehl Type 550); Charge 26032003 0447; Protein: 11,9%; Feuchtkleber: 29,4%

Abb. 52: Protokoll des Backversuchs mit dem Präparat A und dessen Fraktionen

11. Anhang

Degussa Texturant Systems Deutschland GmbH & Co. KG

Backversuch - Weizentypenmehle (Kastenbrot)

Quelle: Standard-Methoden für Getreide, Mehl und Brot

Datum: 05.06.2002

Versuchsreihe: schwarzer Raps

Rezeptur: Backhefe 3%, Salz 1,2%, Zucker -, Fett -, 0,1%ige Ascorbinsäurelösung, ml: 60, Knetzeit 1 + 5 min Bearb.: Hr. Detert
 Gärzeit d. Teiges: 2 x 30 min Gärraum-Temp.: 32°C Feuchte: 80% Backtemperatur 240°C Backzeit: 30 min

Musterbezeichnung	1	2	3	4	5	6
Versuchsanordnung	ohne Präparat	B-entölt	B-PL	B-PC-an	B-GL	B-PC-ab
Fallzahl (s)	340	340	340	340	340	340
Mehlfeuchtigkeit (%)	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0
Mehlmenge (g)	500	500	500	500	500	500
Zusätze (g)	0	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Flüssigkeit (ml), (100 T Mehl)	52,2	52,2	52,2	52,2	52,2	52,2
Flüssigkeit (ml), (100 T Zusätze)	7	7	7	7	7	7
Gesamtflüssigkeit (ml)	296	296	296	296	296	296
Teigausbeute	159,0	159,1	159,1	159,1	159,1	159,1
Teigtemperatur (°C), sofort	26	26	26	26	26	26
Praktisches Teiggewicht (g)	805	805	804	806	805	805
Teigeinlage (g)	398	398	398	399	398	398
Teigoberfläche	etwas feucht	etwas feucht	etwas feucht	normal	normal	etwas feucht
Teigelastizität	normal	normal	normal	normal	normal	normal
Stückgärzeit (min) NG/ÜG	40/48	40/48	40/48	40/48	40/48	40/48
Brotgewicht (g) NG/ÜG	322/319	321/319	321/317	320/317	322/318	321/317
Brotausbeute	128,2	128,0	127,6	127,4	128	127,6
Brotverlust (%)	19,5	19,6	19,8	20,2	19,6	19,9
Brotvolumen (ml) NG/ÜG	1250/1360	1360/1480	1400/1480	1440/1560	1500/1600	1360/1400
Volumenausbeute NG/ÜG	500/544	544/592	560/592	576/624	600/640	544/560
Volumenausbeute Ø	522	568	576	600	620	552
Porenbild NG/ÜG	5/4	6/5	6/6	7/6	7/6	6/5
Porenbild Ø	4,5	5,5	6	6,5	6,5	5,5
Backzahl	105	138	150	170	179	132
Wertzahl	105	143	160	215	224	117
Form NG/ÜG	gut/gut	gut/noch gut	gut/noch gut	gut/noch gut	gut/gut	gut/noch gut
Bräunung	normal	normal	normal	normal	normal	normal
Krumenbeschaffenheit	etwas grob	etwas grob	zart	wollig	wollig	grob
Porengleichmäßigkeit	ziemlich ungleichmäßig	ziemlich gleichmäßig	ziemlich gleichmäßig	gleichmäßig	gleichmäßig	ungleichmäßig
Krumenelastizität	befriedigend	befriedigend	befriedigend	gut	gut	befriedigend
Geschmack	einwandfrei	einwandfrei	einwandfrei	einwandfrei	einwandfrei	einwandfrei
Gärstabilität	gut	gut	gut	gut	gut	gut
Backverhalten	gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut

Weizenmehl: Wiener (=Weizenmehl Type 550); Charge 26032003 0447; Protein: 11,9%; Feuchtkleber: 29,4%

Abb. 53: Protokoll des Backversuchs mit dem Präparat B und dessen Fraktionen

11. Anhang

Degussa Texturant Systems Deutschland GmbH & Co. KG

Backversuch - Weizentypenmehle (Kastenbrot)

Quelle: Standard-Methoden für Getreide, Mehl und Brot

Datum: 01.06.2005

Versuchsreihe: PL-reich

Rezeptur: Backhefe 3%, Salz 1,2%, Zucker -, Fett -, 0,1%ige Ascorbinsäurelösung, ml: 60, Knetzeit 1 + 5 min Bearb.: Hr. Detert

Gärzeit d. Teiges: 2 x 30 min Gärraum-Temp.: 32°C Feuchte: 80% Backtemperatur 240°C Backzeit: 30 min

Musterbezeichnung	1	2	3	4	4	5
Versuchsanordnung	ohne Präparat	C-entölt	C-PL	C-PC-an	C-GL	C-PC-ab
Fallzahl (s)	300	300	340	300	300	300
Mehlfeuchtigkeit (%)	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0
Mehlmenge (g)	500	500	500	500	500	500
Zusätze (g)	0	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Flüssigkeit (ml), (100 T Mehl)	53,5	53,5	52,2	53,5	53,5	53,5
Flüssigkeit (ml), (100 T Zusätze)	7	7	7	7	7	7
Gesamtflüssigkeit (ml)	302,5	302,5	296	302,5	302,5	302,5
Teigausbeute	160,5	160,5	159,1	160,5	160,5	160,5
Teigtemperatur (°C), sofort	26	26	26	26	26	26
Praktisches Teiggewicht (g)	805	807	805	807	808	807
Teigeinlage (g)	402	403	398	402	403	403
Teigoberfläche	etwas feucht	etwas feucht	normal	normal	etwas feucht	etwas feucht
Teigelastizität	normal	normal	normal	normal	normal	normal
Stückgärzeit (min) NG/ÜG	40/48	40/48	40/48	40/48	40/48	40/48
Brotgewicht (g) NG/ÜG	327/325	328/326	320/318	328/326	326/326	326/326
Brotausbeute	130,4	130,8	127,6	130,8	130,4	130,4
Brotverlust (%)	18,9	18,9	19,9	18,6	19,1	19,1
Brotvolumen (ml) NG/ÜG	1200/1290	1380/1430	1390/1480	1380/1500	1390/1480	1270/1480
Volumenausbeute NG/ÜG	480/516	552/572	556/592	552/600	556/592	508/532
Volumenausbeute Ø	498	562	574	576	574	520
Porenbild NG/ÜG	5/4	7/6	6/6	7/6	7/6	6/5
Porenbild Ø	4,5	6,5	6	6,5	6,5	5,5
Backzahl	97	154	150	160	159	120
Wertzahl	97	179	160	205	204	130
Form NG/ÜG	gut/gut	gut/noch gut	gut/noch gut	gut/noch gut	gut/gut	gut/gut
Bräunung	normal	normal	normal	normal	normal	normal
Krumenbeschaffenheit	etwas grob	zart	zart	wollig	wollig	zart
Porengleichmäßigkeit	ziemlich gleichmäßig	gleichmäßig	ziemlich gleichmäßig	gleichmäßig	gleichmäßig	ziemlich gleichmäßig
Krumenelastizität	befriedigend	gut	befriedigend	gut	gut	befriedigend
Geschmack	eindwandfrei	eindwandfrei	eindwandfrei	eindwandfrei	eindwandfrei	eindwandfrei
Gärstabilität	gut	gut	gut	gut	gut	gut
Backverhalten	geschwächt	sehr gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut

Weizenmehl: Wiener (=Weizenmehl Type 550); Charge 02032006 0049 0447; Protein: 12,0%; Feuchtkleber: 28,3%

Abb. 54: Protokoll des Backversuchs mit dem Präparat C und dessen Fraktionen

11.9 CHEMIKALIENLISTE, GERÄTE, VERBRAUCHSMATERIALIEN, ZUBEHÖR

11.9.1 Chemikalienliste

Chemikalien	Hersteller	Toxizität, R- und S-Sätze
Aceton	VWR international	F, Xi ; R: 11-36-66-67 S: 9-16-26
Anilinchlorid	VWR international	T, N ; R: 20/21/22-40-48/23/24/24-50 S: 28.6-36/37-45-61
Bortrifluorid-Methanol-Komplex	VWR international	T, F ; R: 11-23/24/25-34-39/23/24/25 S: 6.3-16-26-36/37/39-45
Chloroform	VWR international	Xn ; R: 22-38-40-48-20-22 S: 36-37
Chlorogensäure	Sigma Aldrich	S: 22-24/25
Citronensäure	VWR international	Xi ; R:36 S:26
Diphenylamin	VWR international	T, N ; R : 23/24/25-33-50/53 S: 28.1-36/37-45-60-61
Eisessig	VWR international	C ; R: 10-35 S: 23.2-26-36/37/39-45
Ethanol	VWR international	F ; R: 11 S: 7-16
Ethylacetat	VWR international	F, Xi ; R:11-36-66-67 S:16-26-33
Ferulasäure	Sigma Aldrich	Xi ; R: 36/37/38 S: 26-36
Glucose	Sigma Aldrich	---
Hexan	VWR international	F, Xn, N ; R: 11-38-48/20-51/53-62-65-67 S: 9-16-29-33-36/37-61-62
Isopropanol	VWR international	F, Xi ; R: 11-36-67 S: 7-16-24/25-26
Kaffeesäure	Sigma Aldrich	Xn ; R: 40 S: 36/37/39
Kieselgel	VWR international	---
Methanol	VWR international	F, T ; R: 11-23-24-25-39 S: 7-16-36-37-45
Molybdatophosphorsäure	VWR international	C , R34 S26-36-37-39-45
Natronlauge	VWR international	Xi ; R: 36-38 S: 26
Patent blue Violet	Sigma Aldrich	---
Phosphorsäure	VWR international	C ; R: 34, S: 26-36/37/39-45
Raffinose	Sigma Aldrich	---
Saccharose	Sigma Aldrich	---
Salicylsäure	VWR international	Xn ; R: 22-41 S: 22-24-26-39
Schwefelsäure	VWR international	C ; R: 35 S: 26-30-45
Sinapinsäure	Sigma Aldrich	Xi ; R: 36/37/38 S: 26-36
Stachyose	Sigma Aldrich	---
Sudanrot Red B	Sigma Aldrich	Xi ; S: 22-24/25
β -Sitosterol	Sigma Aldrich	Xi ; S: 22-24/25

11.9.2 Geräteliste

Backofen	Elektr. Einschieβetragenbackofen, Typ KA III	Wachtel Infra
Colorimeter	Lico® 300	Dr. Lange
Gärschrank	Typ KMB G/6	W. Ehret
Gaschromatograph	Autosystem XL	Perkin Elmer
Hochdruckhomogenisator	Mini-Lab, Type 7.30VH	Rannie
HPTLC-Kammer	Horizontal-Entwicklungskammer 2 (HDC) 20 x 10 cm	Camag
HPTLC-Probenauftragegerät	TLC-Probenauftragegerät	Camag
HPTLC-Scanner + Software	TLC-Scanner 3 mit Wincats® Version 4.0	Camag
HPTLV-Tauchkammer	Chromatogramm-Tauchvorrichtung	Camag
Laborkneter	Spiralkneter Typ SP	Kemper
Laserbeugungsmeßgerät	LS 230	Coulter
Magnetrührer mit Heizplatte	IKA RH-KT/C	IKA
Mikroskop + Kamera	BX 60	Olympus
Mikroskopie Software	DP-Software	Olympus
Rheometer + Software	DSR-F	Bohlin
Rotationsverdampfer	Rotavapor R-124	Büchi
Rührwerk mit 4-Blatt-Rührer	Eurostar digital	IKA
Rührwerk mit Ankerrührer	Eurostar digital	IKA
Standradkästen	Bodenfläche: 8cm x 8cm Höhe: 10cm, obere Aussenkante: 13cm	Stephan Nahrath Athlen
Temperierbad	IKA TE2	IKA
Thermometer	Digitalthermometer Messgenauigkeit: 0,1°C	Testo
Ultraschallbad	Sonorex super RK 100SH	Bandelin
Vakuumbbox	Large Glass Basin Vac Elut 20	Varian
Volumenmessgerät	Nach Neumann / Doose	Kontek
Waage	Typ V6100 S Messgenauigkeit: 0,01g	Satorius
Zentrifuge	Kühlzentrifuge 3K15	Sigma

11.9.3 Verbrauchsmaterialien, Zubehör

Bechergläser	verschieden Formen	Schott
Bürette	50 mL	Braun Brand
Festphase	500 mg, 3 mL CN-U-Cyanopropyl, Partikel 40 µm	Varian
Glas-Rundküvetten	11 mm	Dr. Lange
graduierte Zentifugenröhrchen	15 mL	VWR international
HPTLC-Patten	Lichrospher® Kieselgel F ₂₅₄ 20 x 10 cm	VWR international
Objektträger	75 x 25 mm	VWR international
Pasteurpipetten	3 mL	VWR international
Säule	L: 45 cm, Ø: 5 cm	VWR international
Schraubverschlussgläser	30 mL	VWR international

12. Literaturverzeichnis

- **Abidi S.L., List G.R., Rennick K.A.** (1999): Effect of Genetic Modification on the Distribution of Minor Constituents in Canola Oils, *J. Am. Oil Chem. Soc.* **76**: 463-467.
- **Adams W., Funke A., Gölitz H., Schuster G.** (1991): Wirksamkeit von Emulgatoren in Backwaren **12**: 355 -361.
- **Aitzemüller K.** (1984): HPLC and Phospholipids, Part I: General Considerations, *Fette, Seifen, Anstrichm.* **86**: 318-322.
- **Akhtar M., Dickinson E.** (2000): Water-in-Oil-in-Water Multiple Emulsions Stabilized by Polymeric and Natural Emulsifiers, Procter Department of Food Science, University of Leeds, Leeds LS2 9JT, UK.
- **Aloisi J.D., Sherma J., Fried B.** (1990): Comparison of Mobile Phases for Separation and Quantification of Lipids by One-Dimensional TLC and Preadsorbent High Performance Silica Gel Plates, *J. Liq. Chromatogr.* **13**: 3949-3961.
- **Amari J.V., Brown P.R.** (1992): Preparative Separations of Glycerophospholipids by High Performance Liquid Chromatography. In *Chromatography of Pharmaceuticals*; ACS Symposium Series, Chapter 14.
- **Anderberg M.R.** (1973): *Cluster Analysis for Application*, New York.
- **Anjou K., Lönnerdal B., Uppström B., Aman P.** (1977): Composition of Seeds from Brassica Cultivars, *Swedish J. Agric. Res.* **7**: 169-178.
- **AOCS "Official and Tentative Methods,** "3rd Edition, Method Cc 13d-55, AOCS, Champaign, IL.
- **Appelqvist L.-Å.; Ohlson R.** (1972): *Rapeseed: Cultivation, Composition, Processing and Utilization* in Elsevier Publishing Company Amsterdam, London, New York: 132ff.
- **Aronson M.P., Petko M.F.** (1993): Highly Concentrated Water-in-Oil Emulsions: Influence of Electrolyte on their Properties and Stability, *J. Colloid. Interface Sci.* **159**: 134-149.
- **Bacher J.** (1996): *Clusteranalyse, Anwendungsorientierte Einführung*, 2. Auflage, München/Wien.
- **Benson F.R., Griffin W.C., Truax H.M.** (1962): Statistical Approach to Common Variables in Emulsion Preparation, *J. Soc. Cosmetic Chem.* **13**: 437-448.
- **Bergentahl B.** (1991): in *Polymers, Gels and Colloids*, edited by E. Dickinson, The Royal Society of Chemistry, Special Publication No. 82, Cambridge: 123-131.
- **Bertram H.J.** (1996)*: Zukunftsmärkte sichern, *Raps* **14**: 140-142.
- **Bjerregaard S., Vermehren C., Söderberg I., Frokjaer S.** (2001): Accelerated Stability Testing of a Water-in-Oil Emulsion, *J. Disp. Sci. Technol.* **22**: 23-31.

- **Bonekamp A., Fiebig H.-J.** (1999): Determination of Phospholipids by HPLC, Methode F-I 6a (98), Fett/Lipid **101**: 80-83.
- **Camag, Applikationsvorschrift A-25.2** (Stand 2002), HPTLC Bestimmung von Kohlenhydraten.
- **Caselli M.** (1981): HPLC Separation and Determination of Amniotic Fluid Phospholipids, In: Analytical letters **14** (B20): 1693-1709.
- **Catte M., Poprawski J., Aubry J.M., Hecke van E.** (2002): Analysis of an Emulsification Process, using Fractional Experimental Design, J. Disp. Sci. Technol. **23**: 323-331.
- **Chapman G.W., Robertson J.A.** (1977): Changes in Phospholipid Levels during High Moisture Storage of Soybeans, J. Am. Oil Soc. **54**:195-198.
- **Christie W.W.** (1985): Chromatography Analysis of Phospholipids, Z. Lebensm. Unters. Forsch. **181**: 171-182.
- **Crider Q.E., Alaupovic P., Hillsberry J., Yen C., Bradford R.H.** (1964): Separation of Lipids by Silica Gel G Column Chromatography, J. Lipid Res. **80**: 479-481.
- **Culeddu N., Bosco M., Toffanin R., Pollesello P.** (1998): ³¹P-NMR Analysis of Phospholipids in Crude Extracts from Different Sources: Improve Efficiency of Solvent Systems, Magn. Reson. Chem. **36**: 907-912.
- **Dallmann H.** (1981): Porenbildtabelle-Unveränd. Nachdr. der 4. Auflage, Detmold: Schäfer: 8.
- **DGF Standard Methoden** (Stand 1994): Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten, Fettprodukten, Tensiden und verwandten Stoffen, Wissenschaftl. Verlagsgesellschaft, Stuttgart.
- **Dickinson E.** (1992): Protein-Polysaccharids Interactions in Food Colloids, In: Dickinson E. (Hrsg.); Walstra P. (Hrsg.): Food Colloids and Polymers: Stability and Mechanical Properties, The Royal Society of Chemistry, Cambridge: 2 ff.
- **Diehl B.W.K.** (2001): High Resolution NMR Spectroscopy, Eur. J. Lipid Sci. Technol. **103**: 830-834.
- **Diepenbrock W.** (1981): Zur Umweltvariabilität der Fettsäure-Zusammensetzung von Galaktolipiden in Rapsblättern, Fette, Seifen, Anstrichmittel **83**: 297-302.
- **Doig S.D., Diks R.M.M.** (2003): Toolbox for Exchanging Constituent Fatty Acids in Lecithin, Eur. J. Lipid Sci. Technol. **105**: 359-367.
- **Eidam P.M., Schariter J.J., Fried B., Sherma J.** (2001): HPTLC Analysis of Tissue and Blood of *Biomphalaria Glabrata* Snails to Assess the Effects of a Diet of Romaine Lettuce Leaf Versus Midrib on the Concentrations of Lipids, Pigments and Carbohydrates, J. Liq. Chrom. & Rel. Technol. **24**: 1467-1478.
- **Elsner A., Lange R.** (1992): Separation of Phospholipids in Macro-Scale by Ion Exchange Chromatography, In Phospholipids: Characterisation, Metabolism, and Novel Biological Application; ACS Symposium Series, Chapter 33.

- **Elsner A., Lange R.** (1993): Gewinnung von pflanzlichen Phospholipiden in präparativen Mengen mittels Flashchromatographie, *Fat Sci. Technol.* **95**: 31-34.
- **Erdahl W.L., Stolyhwo A., Privett O.S.** (1973): Analysis of Soybean Lecithin by Thin-layer and Analytical Liquid Chromatography, *J. Am. Oil Chem. Soc.* **50**: 513-515.
- **Folch J., Lees M., Sloane-Stanley G.H.** (1957): *J. Biol. Chem.* **2**: 497.
- **Forchem H.** (1996)*: Einsatz von Pflanzenölen in der Oleochemie, *Raps* **14**: 143-145.
- **Fried W.** (1992): Stand der Züchtung von Ölpflanzen, *Fat Sci. Technol.* **94**: 555-558.
- **Ghyczy M.** (1995): Neue Lecithinfraktionen, Chemie, Eigenschaften, Verwendung, Getreide, Mehl und Brot **49**: 352-358.
- **Goh S.H., Khor H.T., Gee P.T.** (1982): Phospholipids of Palm Oil, *J. Am. Oil Chem. Sci.* **59**: 296-299.
- **Gunstone F.D.** (2001): Production and Consumption of Rapeseed Oil on a Global Scale, *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* **103**: 447-449.
- **Hax W.M.A., Geurts van Kessel W.S.M** (1977): High-Performance Liquid Chromatography Separation and Photometric Detection of Phospholipids, *J. Chromatogr.* **142**: 735-741.
- **Heinz E.** (1996): Plant Glycolipids: Structure, Isolation and Analysis in Christie, William W. (Hrsg.): *Advances in Lipid Methodology – Three*, The Oily Press Ltd., Dundee: 211-332.
- **Helmerich G., Koehler P.** (2003a): Comparison of Methods for Quantitative Determination of Phospholipids in Lecithin and Flour Improves, *J. Agric. Fd. Chem.* **51**: 6645-6651.
- **Helmerich G., Koehler P.** (2003b): Struktur- Wirkungsbeziehungen von Phospholipiden in Backwaren Getreide Mehl und Brot **57**: 270-273.
- **Henderson T.O., Glonek T., Meyers T.C.** (1974): ³¹Phosphorous Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy of Phospholipids, *Biochem.* **13**: 623-628.
- **Hermann K.** (1977): Übersicht über nicht essentielle Inhaltsstoffe der Gemüsearten, *Z. Lebensm. Unters.-Forsch.* **165**: 151-164.
- **Hogekamp S.** (2000): Tropfenmessmethoden in der Emulgiertechnik, in: Hochschulkurs Emulgiertechnik, Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik der Universität Karlsruhe (Hrsg.).
- **Hollo J., Peredi J., Ruzics A., Jeranek M., Erdelyi A.** (1993): Sunflower Lecithin and Possibilities for Utilisation, *J. Am. Oil Soc.* **70**: 997-1001.
- **Hurst W.J., Martin R.A.** (1984): The Analysis of Phospholipids in Soy Lecithin by HPLC, *J. Am. Oil Chem. Sci.* **61**: 1462-1463.

- **Hurst W.J., Martin R.A., Sheeley R.M.** (1986): The Preparative HPLC Isolation and Identification of Phospholipids from Soy Lecithin, *J. Liq. Chromatogr.* **13**: 2969-2976.
- **Hurst W.J., Martin R.A.** (1980): The HPLC Separation and Quantification of Lecithin in Chocolate, *J. Am. Oil Chem. Soc.* **57**: 307-310.
- **Internet: cyberlipide.org** (2002): Separation of Phospholipids by Column Chromatography and General Procedures for Separation of Lipid Fractions.
- **Internet: wikipedia.de** (2007): Elektronenmikroskopie
- **Jensen N.J., Gross M.L.A.** (1988): A Comparison of Mass Spectrometry Method of Structural Determination and Analysis of Phospholipids, *Mass Spectrom. Rev.* **7**: 41-69.
- **Jodlbauer H.D.** (1977): Der Einsatz von Lipidstoffen (Emulgatoren) in der Brot- und Backwarenindustrie unter besonderer Berücksichtigung des Begriffes "Technologische Erfordernisse".—*ZLR* **1**: 27-45.
- **Johansson D., Bergenstahl B.** (1995): Lecithins in Oil-Continuous Emulsions, Fat, Fat Crystal Wetting and Interfacial Tension, *J. Am. Oil Soc.* **72**: 205-211.
- **Kang D.H., Lee S.K., Row K.H.** (2002): Separation of Phospholipids from Soybean by NP-HPLC with ELSD, *Korean J. Chem. Eng.* **19**: 818-820.
- **Kerwin J.L., Tuininga A.R., Ericsson L.H.** (1994): Identification of Molecular Species of Glycerophospholipids and Shingomyelin using Electro Spray Mass Spectrometry, *J. Lipid Res.* **35**: 1102-1114.
- **Kim B.H., Cang Y.S., Lee B.D, Ryu S.H.** (1999): Mass Spectrometric Analysis of Change in Phospholipids in Biological Membranes by External Environmental Effects, *Microchem. J.* **63**: 3-8.
- **Kiuchi K., Ohta T., Ebine H.** (1977): High Performance Liquid Chromatographic Separation and Quantitative Analysis of Synthetic Phospholipids, *J. Chromatogr.* **133**: 226-230.
- **Kleinsorgen von R., List P.H.** (1980): Emulsionen, *Pharmazie in unserer Zeit* **14**: 109-113.
- **Koutsonikolis A.** (1999): Der HLB-Wert und seine Aussagekraft bei Lecithin über die Funktionalität als Emulgator, *Lecithin-Newsletter* Nr. 8, Hrsg. Degussa Texturant Systems Deutschland GmbH & Co. KG, Hamburg.
- **Kozłowska H., Rotkiewicz D.A., Zadernowski R., Sosulski F.** (1983): Phenolic Acids in Rapeseed and Mustard, *J. Amer. Oil Chem. Soc.* **60**: 1119-1123.
- **Krygier K., Sosulski F., Hogge L.** (1982): Free, Esterified and Insoluble-Bound Phenolic Acids, *J. Agric. Fd. Chem.* **30**: 330-334.
- **Krzysztof K., Sosulski F., Hogge L.** (1982): Free, Esterified, and Insoluble-Bond Phenolic Acids. Extraction and Purification Procedure, *J. Agric. Fd. Chem.* **30**, 330-334.

- **Kunz B., Frese CH.** (2004)*: Emulsionen, Mikroemulsionen und Nanoemulsionen zur Stabilisierung von funktionellen Additiven, Praxishandbuch Funktional Food, Hg. Erbersdobler H.F. und Meyer A.H..
- **Kutschmann, E.M.** (1998): Rheologische Untersuchungen an Emulsionen, Thermo Haake Applikationsbericht Nr. V98-158D, Thermo Haake (Hrsg.): 2.
- **Lange R., Engst W., Elsner A., Brückner J.** (1994)*: Zusammensetzung, Präparation und Eigenschaft von Rapsphospholipiden, *Fat Sci. Technol.* **96**: 169-174.
- **Lange R., Engst W., Weigelt E.** (1991): Charakterisierung und Vergleich der Phospholipide von Rapsaaten unterschiedlicher Qualitäten, 47. DGF-Vortragstagung, Braunschweig 02.09.- 06.09.91.
- **Lange R., Fiebig H.J.** (1999): Separation of Phospholipids, *Standard Methods of DGF, Fett/Lipid* **101**: 77-79.
- **Lange R., Petrzika M., Linow F.** (1986a)*: Zur Kenntnis der Schwefelverbindungen in Raps- (*Brassica napus*) Varietäten und Verarbeitungsprodukten, 1. mitt. Extraktion, Reinigung und gaschromatographisch-massenspektrometrische Erfassung der Glucosinolate, *Nahrung* **30**: 1035-1037.
- **Lange R., Petrzika M., Linow F.** (1986b)*: Zur Kenntnis der Schwefelverbindungen in Raps (*Brassica napus*) Varietäten und Verarbeitungsprodukte, 2. mitt. Enzymatische Spaltung von Glucosinolaten, Isolierung und gaschromatographisch-massenspektrometrischer Identifizierung der entstehenden Aglucone, *Nahrung* **30**: 1039-1042.
- **Larsson K.** (1994): *Lipids-Molecular Organization, Physical Functions and Technical Applications*, The oily Press Ltd., Dundree.
- **Lezerovich A.** (1985): Determination of Coloured Substances in Soybean Lecithin, *J. Am. Oil Chem. Soc.* **62** : 883-887.
- **Lindblom G.** (1991): Effect of Head-Group Structure and Counter ion Condensation on Phase Equilibria in Anionic Phospholipid-Water Systems Studied by ^2H , ^{23}Na and ^{31}P -NMR and X-ray Diffraction, in *Biochem.* **30**: 10939-10948.
- **London E., Feigenson G.W.** (1979): Phosphorous NMR Analysis of Phospholipids in Detergents, *J. Lipid Res.* **20**: 408-412.
- **Marinetti G.** (1967): *Thin-Layer Chromatography of Phosphatides and Glycolipids in Lipid Chromatographic Analysis*, Publishing Marcel Dekker, INC, New York: 41ff.
- **Matissek R., Schnepel F.M., Steiner G.** (1992): *Lebensmittelanalytik, Grundzüge, Methoden, Anwendung vom Springer-Verlag, Berlin.*
- **McClements, D.J.** (1999): *Food Emulsions: Principles, Practice and Techniques*: 8ff.

- **McKillican M.E.** (1965): Lipid Changes in Maturing Oil-Bearing Plants, IV. Changes in Lipid Classes in Rape and Chamber Oils, Contributions No. 36 of Food Research Institute, Presented at the AOSC Meeting, Cincinnati: 461-465.
- **McMurray, T.R., Morrison W.R.** (1970)*: Composition of Wheat-flour Lipids, J. Sci. Fd. Agric. **21**: 520 - 528.
- **Meneses P., Glonek T.** (1988): High Resolution ³¹P-NMR of Extracted Phospholipids, J. lipid Res. **29**: 679-689.
- **Meneses P., Navarro J.N., Glonek T.** (1993): Algal Phospholipids by ³¹P-NMR: Comparing Iso-Propanol Pre-Treatment with Simple Chloroform/Methanol Extraction, int. J. Biochem. **25**: 903-910.
- **Morrison W.R., Smith L.M.** (1964): Preparation of Fatty Acid Methyl Esters and Dimethylacetals from Lipids with Boron Fluoride-Methanol, J. Lipid Res. **5**: 600-608.
- **Naczki M., Pink J., Amarowicz R., Pink D., Shahidi F.** (2001): Multivariate Model for the Reduction of Soluble Condensed Tannins in Crude Extracts of Phenols from Canola and Rapeseed Hulls, J. Am. Oil Chem. Soc. **78**: 411-414.
- **Nasner A., Kraus L.** (1981a): Trennung einiger Bestandteile des Lecithins mit Hilfe der Hochleistungs-Flüssigkeits-Chromatographie II, J. Liq. Chromatogr. **216**: 389-394.
- **Nasner A., Kraus L.** (1981b): Quantitative Determination of Phosphatidylcholine by using HPLC, Fette, Seifen, Anstrichm. **83**: 70-73.
- **Nechev J., Christie W.W., Robaina R., Diego de F., Popov S., Stefanov K.** (2002): Lipid Composition of the *Sponge Veroniga Aerophoba* from the Canary Islands, Eur. J. lipids Sci. Technol. **104**: 800-807.
- **Niederbauer T.** (1994): Eigenschaften und Anwendung von Emulgatoren in Lebensmitteln „Rohstoffe“ ZSV1 **4**: 130 -134.
- **Nielson H.** (1990): Three-step One-dimensional Thin-layer Chromatographic Separation of Neutral Lipids, J. Chromatogr. **498**: 423-427.
- **Nieuwenhuyzen van W., Szuhaj B.F.** (1998)*: Reviews: Effects of Lecithins and Proteins on the Stability of Emulsions, Fett/Lipid **100**: 282-291.
- **Nissen H.P., Kreysel H.W.** (1983): Use of HPLC in Separating Natural Phospholipids, Bechman Rep. **1**: 13-14.
- **Nzai J.M., Proctor A.** (1998): Determination of Phospholipids in Vegetable Oil by Fourier Transform Infrared Spectroscopy, J. Am. Oil Chem. Soc. **75**: 1281-1289.
- **Ockels W.** (1992): Eine neue Methode zur Analyse von Phospholipiden, In: Broschüre von Spectral Service: 3ff.
- **Pal R.** (1996): Rheology of Emulsions Containing Polymeric Liquids, in: Becher, Paul (Hrsg.): Encyclopedia of Emulsion Technology, Volume 4, Marcel Dekker, Inc. New York: 93-263.

- **Papantoniou E., Hammond E.W., Scriven F., Gordon M.H., Schofield J.D.** (2001): Isolation of Polar Lipid Classes from Wheat Flour Extracts by Preparative High-Performance Liquid Chromatography, *Cereal. Chem.* **78**: 663-665.
- **Pardun H.** (1984): Fraktionierung von Sojalecithin mit Alkoholen, Fette, Seifen, Anstrichm. **86**: 55-62.
- **Pardun H.** (1988): Die Pflanzenlecithine, Verlag für chem. Industrie H. Ziolkowsky KG, Augsburg: 326-369.
- **Pardun H.** (1989): Pflanzenlecithine - Wertvolle Hilfs- und Wirkstoffe?, *Fat Sci. Technol.* **91**: 45-58.
- **Petkovic M., Schiller J., Müller M., Benard S., Reichl S., Arnold K., Arnold J.** (2001): Detection of Individual Phospholipids in Lipid Mixtures by Matrix-Assisted Laser Desorption/Ionization Time-of-Flight Mass Spectrometry: Phosphatidylcholine Prevents the Detection of Further Species, *Anal. Biochem.* **289**: 202-216.
- **Petri, H.M.** (1996): Bestimmung der Fließgrenzen bei Nahrungsmitteln, Thermo Haake: 3.
- **Petrzika M., Engst W., Lange R.** (1992): Erfassung von Glycolipiden in Lecithinen aus Ölsaaten mittels HPTLC, Abschlussbericht zur gleichlautenden Forschungsaufgabe für die Firma Lucas Meyer 10.07.1992: 1-14.
- **Pomeranz Y.** (1968): Relation between Chemical Composition and Bread-making Potentialities of Wheat Flour.-- *Advances in Food Res.* **16**: 335 – 455.
- **Popper L.** (2001)*: Auswirkungen der Mehlbehandlung auf die Frischhaltung der Brotkrume Getreide Mehl und Brot **55**: 286-290.
- **Pörschmann J., Pörschmann S., Liebetrau L., Richter K.** (1985): Analytik atypischer Fettsäuren in biologischen Matrizen, *Acta Biotechnol.* **5**: 297-308.
- **Porter N.A., Weenen H.** (1981): High-Performance Liquid Chromatographic Separations of Phospholipids and Phospholipid Oxidation Products, *Methods Enzymol.* **72**: 34-40.
- **Porter N.A., Wolf R.A., Nixon J.R.** (1979): Separation and Purification of Lecithin by High-Pressure Liquid Chromatography, *Fett/Lipid* **14**: 20-24.
- **Przybylski R., Eskin N.A.M.** (1991): Phospholipid Composition of Canola Oils during the Early Stages of Processing as Measured by TLC with Flame Ionization Detector, *J. Am. Oil Soc.* **68**: 241-245.
- **Raps-Förderungs-Fonds (RFF)** (1986): Raps auf neuen Wegen, 00-Sorten in Züchtung, Anbau und Vermehrung, Bonn: 19ff.
- **Rhee J.S., Shin M.G.** (1982): Analysis of Phosphatidylcholine in Soy Lecithins by HPLC, *J. Am. Oil Chem. Soc.* **59**: 98-99.
- **Schmandke H.** (2001): Entwicklung und Nutzung von Hybridölen und Ölen transgener Pflanzen, *Ernährungs-Umschau* **48**: 153-154.
- **Schneider M.** (1997): Industry Production of Phospholipids-Lecithin Processing, *Lipid Technol.* **9**: 109-116.

- **Schöne F.** (1998): Rapssaat und Rapsprodukte im Nahrungsbereich und als Futtermittel, Ber. Ldw. **76**: 441-457.
- **Schöne F., Jahreis G., Richter G., Lange R.** (1993a)*: Evaluation of Rapeseed Meals in Broiler Chicks: Effect of Iodine Supply and Glucosinolate Degradation by Myrosinase or Copper, J. Sci. Fd. Agric. **61**: 245-252.
- **Schöne F., Kirchheim U., Jahreis G., Lange R.** (1993b)*: Prüfung von Rapssaat mit vermindertem Glucosinolatanteil im Verdauungsversuch an wachsenden Schweinen, Wirtschaftseigenes Futter **39**: 189-200.
- **Schuster G.** (1984)*: Emulgatoren in Brot und Kleingebäck Reviews, Z. Lebensm. Unters. Forsch. **179**: 190-196.
- **Schuster G.** (1985): Hrsg. Von Emulgatoren für Lebensmittel, Springer-Verlag, Berlin.
- **Schuster W.** (1987): Die Entwicklung des Anbaues und der Züchtung von Ölpflanzen in Mitteleuropa I, Fat Sci. Technol. **89**: 15-27.
- **Seehuber R.** (1987): Versuche mit zur Produktion von Erucasäure geeigneten Kulturarten, Fat Sci. Technol **7**: 263-268.
- **Seel F., Schuh J.** (1987): The Reaction of Cooper Sulphate with Carboxylic Acids and their Derivatives in Aqueous Solutions under Hydrothermal Conditions, Z. Naturforsch. B **42**: 157-162.
- **Sherman P.** (1983): Rheological Properties of Emulsions, in: Becker, Paul (Hrsg.): Encyclopedia of Emulsion Technology, Volume 1, Marcel Dekker, inc., New York: 405-437.
- **Shi-Hua Chen S., Kou A.Y** (1982): High-Performance Liquid Chromatography of Methylated Phospholipids, J. Chromatogr. **232**: 237-249.
- **Siddiqui I.R., Wood P.J.** (1971): Structural Investigation of Water-Soluble Rapeseed (Brassica Campestris) Polysaccharides I., Rapeseed-amplid., Carbohyd. Res. **17**: 97-108.
- **Siddiqui I.R., Wood P.J.** (1972): Structural Investigation of Water-Soluble Rapeseed (Brassica Campestris) Polysaccharides II., An Arabinogalactan., Carbohyd. Res. **24**: 1-9.
- **Siddiqui I.R., Wood P.J.** (1974): Structural Investigation of Water-Soluble Rapeseed (Brassica Campestris) Polysaccharides III., An Arabinan., Carbohyd. Res. **36**: 35-44.
- **Siddiqui I.R., Wood P.J.** (1976): Structural Investigation of Water-Soluble Rapeseed (Brassica Campestris) Polysaccharides IV., Pectin Polysaccharides, Carbohyd. Res. **50**: 97-107.
- **Siddiqui I.R., Wood P.J., Khanzada G.** (1973): Low Molecular Weight Carbohydrates from Rapeseed (Brassica Campestris) meal, J. Sci. Fd. Agric. **24**: 1427-1435.

- **Sosada M., Pasker B., Kot K.** (1992): The Composition and Properties of Purified Rapeseed Lecithins, *Fat. Sci. Technol.* **94**: 233-236.
- **Sosulski F., Dabrowski K.J.** (1984): Composition of Free and Hydrolysable Phenolic Acids in the Flour and Hulls of Ten Legume Species, *J. Agric. Fd. Chem.* **32**: 131-133.
- **Sosulski F., Zadernovski R., Babuchowski K.** (1981): Composition of Polar Lipids in Rapeseed, *J. Am. Oil Chem. Soc.* **58**: 561-564.
- **Stang M., Schubert H.** (1995): Characteristics of Food Emulsions, in *Food Ingredients Europe Conference Proceedings*, Frankfurt a. M.: 101-106.
- **Sünder A., Scherz I., Muschiolik G.** (2001): Physico-Chemical Characteristics of Oil-in-Water Emulsions based on Whey Protein-Phospholipid Mixtures, *Biointerfaces* **21**: 75-85.
- **Swiderski F., Wojciechowska M.** (1989): Evaluation of the Emulsion Stability of various Hydrocolloids and Emulsifiers, *Fd. Technol. and Nutrition* **18**: 51-60.
- **Szücs R., Verleysen K., Duchateau G., Sandra P., Vandeginste B.** (1996): Analysis of Phospholipids in Lecithins, Comparison between Micellar Electrokinetic Chromatography and High-Performance Liquid Chromatography, *J. Chromatogr.* **738**: 25-29.
- **Szuhaj B.F., List G.R.** (1985): In *Szuhaj B. F., List G. R. Eds, Am. Oil Chem. Soc.: Champaign, IL.*
- **Theander O., Aman P.** (1976): Low-Molecular Carbohydrates in Rapeseed and Turnip Rapeseed Meals, *Swedish J. Agric Res.* **6**: 81-85.
- **Theander O., Aman P.** (1977): Fractionation and Characterisation of Polysaccharides in Rapeseed (*Brassica Napus*) Meal, *Swedish J. Agric Res.* **7**: 67-77.
- **Thompson K.F.** (1983)*: Breeding Winter Oilseed Rape, *Brassica Napus. Adv. Appl. Biol.* **7**: 1-104.
- **Troszynska A., Ciska E.** (2002): Phenolic Compounds of Seed Coats of White and Coloured Varieties of Pea (*Pisum sativum L.*) and their total Antioxidants Activity, *Czech J. Fd. Sci.* **20**: 15-22.
- **Troszyriska A., Estrella I., Lopez-Amores M.I., Hernandez T.** (2002): Antioxidant Activity of Pea (*Pisum sativum L.*) Seed Coat Acetone Extraction, *Lebensm.-Wiss. u. -Technol.* **35**: 158-164.
- **Ursini F., Bonaldo L., Maiorino M.** (1983): High-Performance Liquid Chromatography of Hydroperoxy Derivatives of Stearylinoyleyl-phosphatidylcholine and their Enzymatic Reduction Products, *J. Chromatogr.* **270**: 301-308.
- **Vuorela P., Vuorela H., Suppula H., Hiltunen R.** (1996): Development of Quantitative TLC Assay for Phospholipid Products, *J. Planar. Chromatogr.-Mod. TLC* **9**: 254-259.

- **Vuroela S., Meyer A., Heinonen M.** (2004a): Impact of Isolation Method on the Antioxidant Activity of Rapeseed Meal Phenolics, *J. Agric. Fd. Chem.* **52**: 8205-8207.
- **Vuroela S., Meyer A., Heinonen M.** (2004b): Bioactivity Properties of Rapeseed Phenols, Poster Presentation of the AOCS-Meeting in Salt Lake City.
- **Walker K.C., Booth E.J.** (2001): Agricultural Aspects of Rape and other Brassica Products, *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* **103**: 441-446.
- **Wehrli H.P., Pomeranz Y.** (1970): A Note on the Interaction between Glycolipids and Wheat Flour Macromolecules, *Cereal. Chem.* **47**: 160-166.
- **Whitehurst R.J.** (2004): Lecithins in: Emulsifier in Food Technology, Publishing Blackwell, Chapter 1.
- **Wollbeck D., Kleist v. E., Elmadfa I.** (1984): Quantitative Determination of Phospholipids in Mitochondria using HPTLC and Fluorimetric Assay in Situ, *J. of high Resol. Chromatogr.* **7**: 473-476.
- **Wu Y., Wang T.** (2003): Soybean Lecithin Fractionation and Functionality, *J. Am. Oil Chem. Sci.* **80**: 319-324.

* in die Arbeit "eingeflossene" Literatur, aber nicht zitiert

Eidesstattliche Versicherung

Hiermit erkläre ich, dass die vorliegende Dissertationsschrift von mir selbstständig und allein unter den angegebenen Hilfsmitteln angefertigt wurde.

Es sind keine weiteren Promotionsversuche unternommen oder an einer anderen Stelle vorgelegt worden.

Glinde, den 05.03.2007

VORTRÄGE UND VERÖFFENTLICHUNGEN

Poster

Functionality of Polar Lipids in Emulsions and Bakery Products

Heift C., Möller A., Lange R.,

23rd Nordic Lipid Symposium, Reykjavik / Iceland 2005.

Application of HPTLC for Detection and Determination of Physiological
Active Polar Lipids and Minor Components

Heift C., Schipmann K., Lange R.,

11th Rape Seed Congress, Kopenhagen / Denmark 2003.

HPTLC Analysis of Polar Lipids and Accompanying Substances

Heift C., Schipmann K., Lange R.,

9th Intern. Phospholipid Symposium, Wien / Austria 2002.

Fachzeitschrift

Effektive Analytik von Phospho- und Glycolipiden in Pflanzenlecithinen

Heift C., Schipmann K., Lange R., CAMAG CBS 90, 6 (2003).

Vorträge

Composition and functionality of lecithin derived from conventional and
transgenic varieties,

Fried W., Frauen M., Leckband G., Heift C., Lange R.,

25th ISF Congress Bordeaux / France 2003.

Monitoring on Polar Lipid Composition of Rape Seeds (Brassica Napus)

Heift C., Lange R.,

11th Rape Seed Congress, Kopenhagen / Denmark 2003.

Lebenslauf

von

Claudia Heift

Persönliche Angaben

Geburtsdatum: 03.04.1971
Geburtsort: Hamburg
Staatsangehörigkeit: deutsch
Kinder: Moritz Noah Heift, geb. 26.03.2004
Jette Feline Heift, geb. 09.10.2006

Schulbildung

1977 bis 1981
Juni 1991
Grundschule Wiesenfeld in Glinde
Abitur in der Wichernschule, Des Rauhen Hauses in Hamburg

Hochschulstudium

April 1994 bis Sept. 2000
Sept. 1996
März bis Nov. 1998
April 1999
Sept. 2000
Studium der Lebensmittelchemie an der Universität Hamburg
Lebensmittelchemische Vorprüfung
Diplom in Lebensmittelchemie
Thema: Nähere Charakterisierung der Hauptallergene der Mango unter Berücksichtigung von Kreuzreaktionen
Erste lebensmittelchemische Staatsprüfung
Zweite lebensmittelchemische Staatsprüfung
Erlaubnis zum Führen der Berufsbezeichnung Lebensmittelchemikerin

Praktika

Mai bis Okt. 1999
Nov. 1999 bis Mai 2000
Dr. Kaiser und Dr. Woldmann GmbH, Hamburg
HI – Hygiene Institut Hamburg

Berufserfahrung

Nov. 2000 bis Aug. 2005
Mai 2007
Tätigkeit als Lebensmittelchemikerin in der Abt. Research & Development der Firma Degussa Texturant Systems GmbH & Co. KG, Hamburg (ehemalig Lucas Meyer); unter der Förderung des Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF)
Abschluß der Promotion in Lebensmittelchemie
Thema: Zusammensetzung und Funktionalität des Lecithins aus Rapssaaten für erweiterte Anwendung im Lebensmittelbereich

Glinde, den 05.03.2007