

Isolierung von 3- und 4-O-Caffeoylchinasäure mittels High-Speed Countercurrent Chromatography und Mitteldruckflüssigkeitschromatographie

Nils Kaiser*, Patricia Staps, Ulrich H. Engelhardt

Technische Universität Braunschweig, Institut für Lebensmittelchemie, Schleinitzstr. 20, DE- 38106 Braunschweig
*E-mail: n.kaiser@tu-bs.de

Einleitung

In grünem Robusta Kaffee ist die 5-O-Caffeoylchinasäure die dominante Chlorogensäure, die Stellungsisomere 3- und 4-O-Caffeoylchinasäure (Abb.1) sind in Mengen zwischen 5-8 g/kg vorhanden. Während der Röstung wird ein Teil der Chlorogensäuren durch Wasserabspaltung zu Chlorogensäurelaktone umgesetzt. Diese leisten neben Koffein einen entscheidenden Beitrag zum bitteren Geschmack des Kaffeegetränks, im entkoffeinierten Kaffee sind sie neben den Diketopiperazinen die Hauptbitterstoffe^[1,2]. Die 3- und 4-CQA sind nur in geringem Umfang kommerziell verfügbar, daher sollte eine Methode auf Basis der High-Speed Countercurrent Chromatography entwickelt werden, um diese aus Rohkaffeeextrakten zu isolieren bzw. anzureichern. Anschließend sollten Röstversuche durchgeführt werden und die entstehenden Chlorogensäurelaktone mit Modellröstungen der 5-CQA verglichen werden.

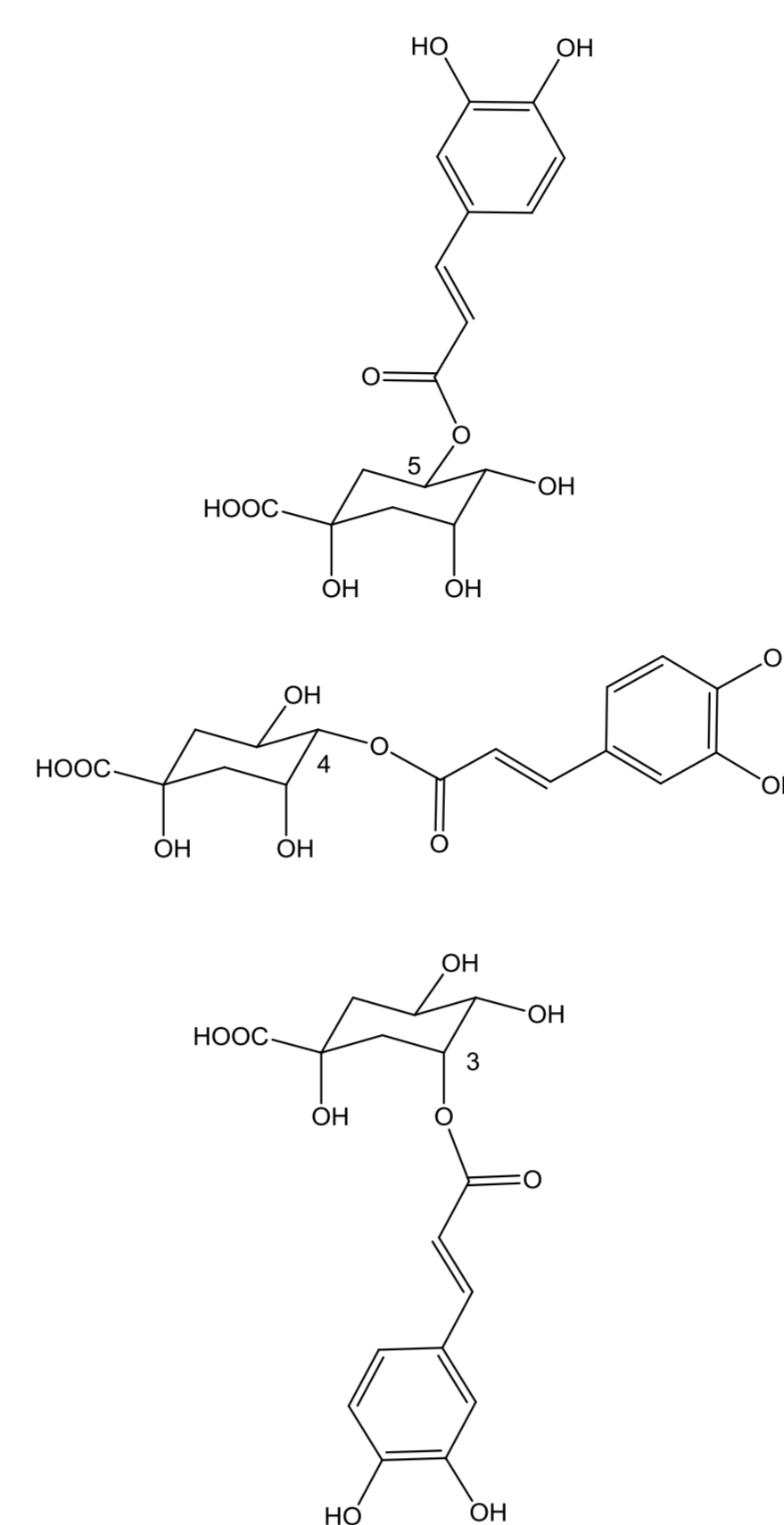


Abb. 1: 3-, 4- und 5-O-Caffeoylchinasäure

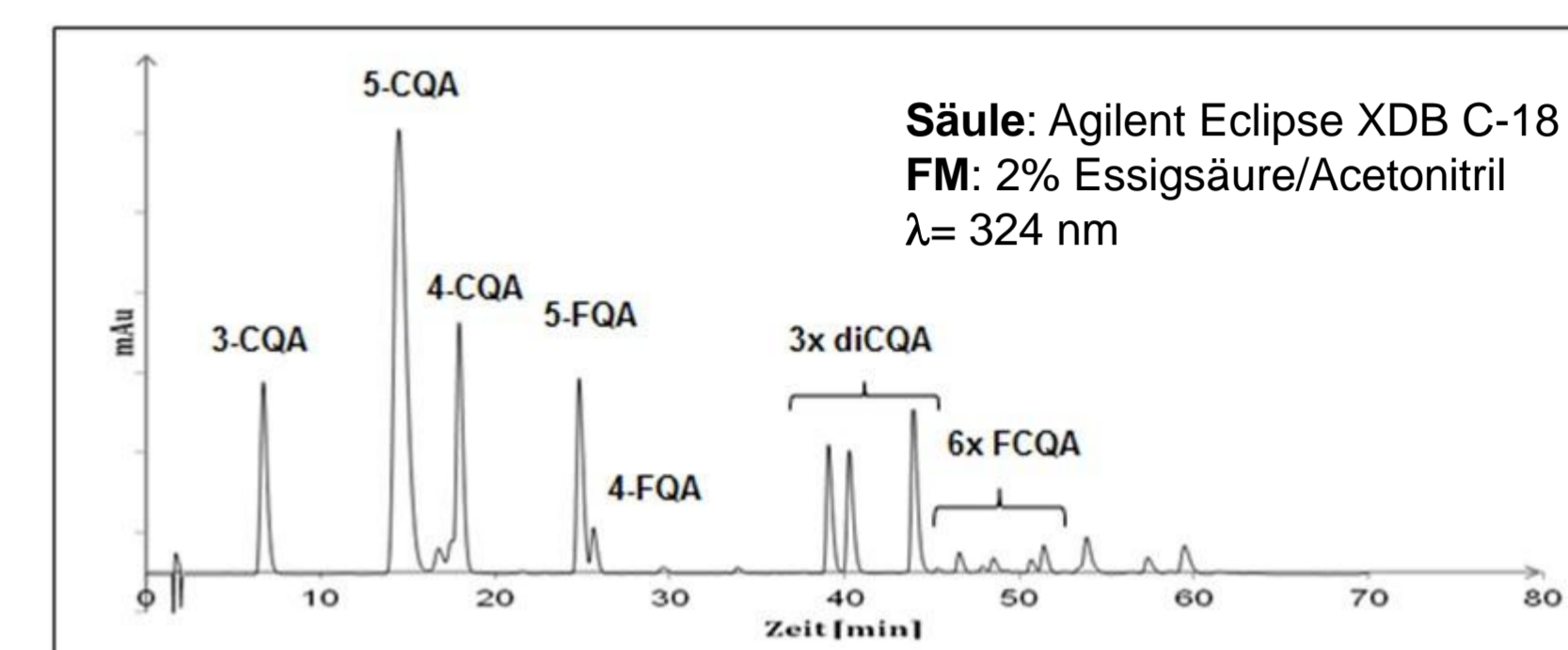
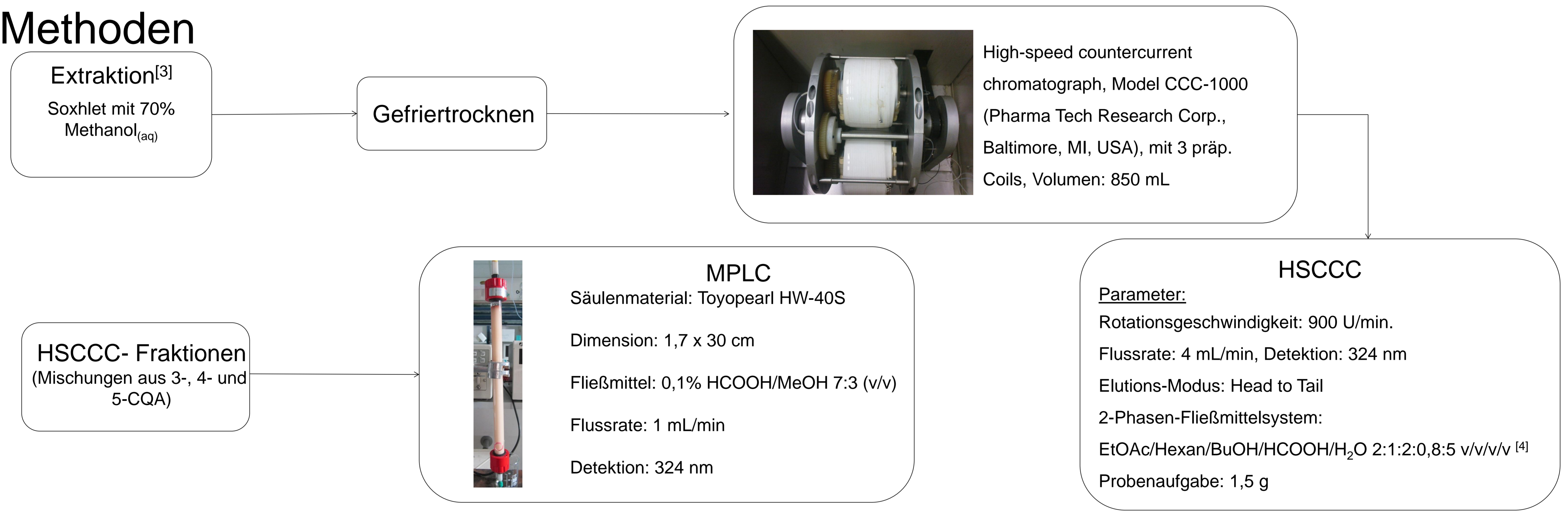


Abb.2: HPLC-Chromatogramm des verwendeten Rohkaffeeextrakts

Methoden



Ergebnisse

Die HSCCC-Trennung lieferte je 5 Fraktionen in der Elution und Extrusion. In den Fraktionen 1-3 der Elution (Abb.3) sind die 3-, 4- und 5-CQA in Reinheiten zwischen 81-88% (HPLC, $\lambda=324$ und 280 nm) angereichert. In Fraktion 4 und 5 sind die 4- und 5-O-Feruloylchinasäure in Reinheiten von 76-82% vorhanden. Die Extrusion (Abb.4) lieferte in der Fraktion 1 3,4-diCaffeoylchinasäure (diCQA) in einer Reinheit von 82%, die übrigen Fraktionen sind komplexere Gemische aus diCQAs und Feruloylcaffeoylchinasäuren (FCQA). Mit Hilfe der MPLC (Abb.5) konnte aus den HSCCC-Fractionen, die Gemische der mono-CQAs lieferten, diese bis zu einer Reinheit von 92-99% aufgereinigt werden, dabei tritt eine Änderung der Elutionsreihenfolge gegenüber der RP-18 Phase der HPLC zu 3-, 4- und 5-CQA auf.

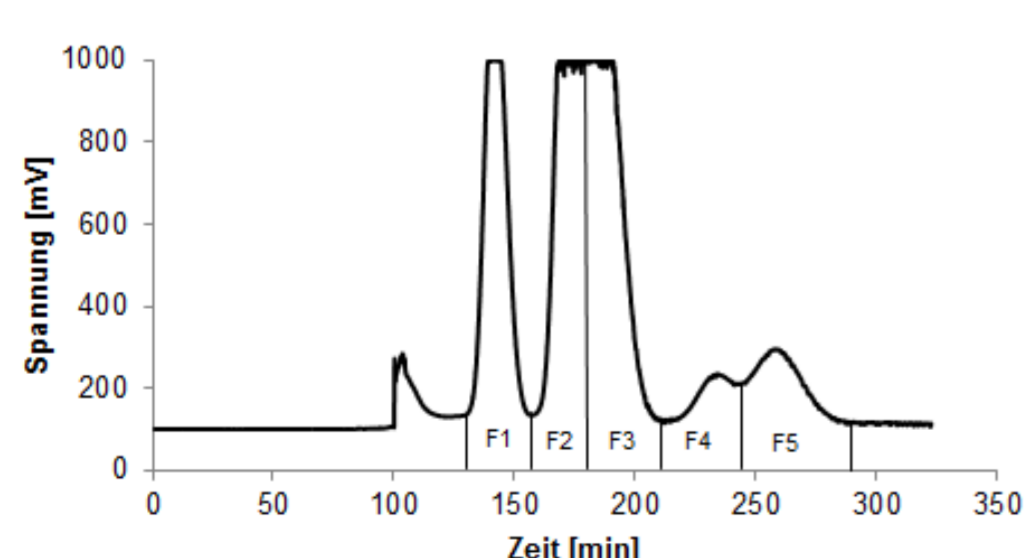


Abb. 3: HSCCC- Elution

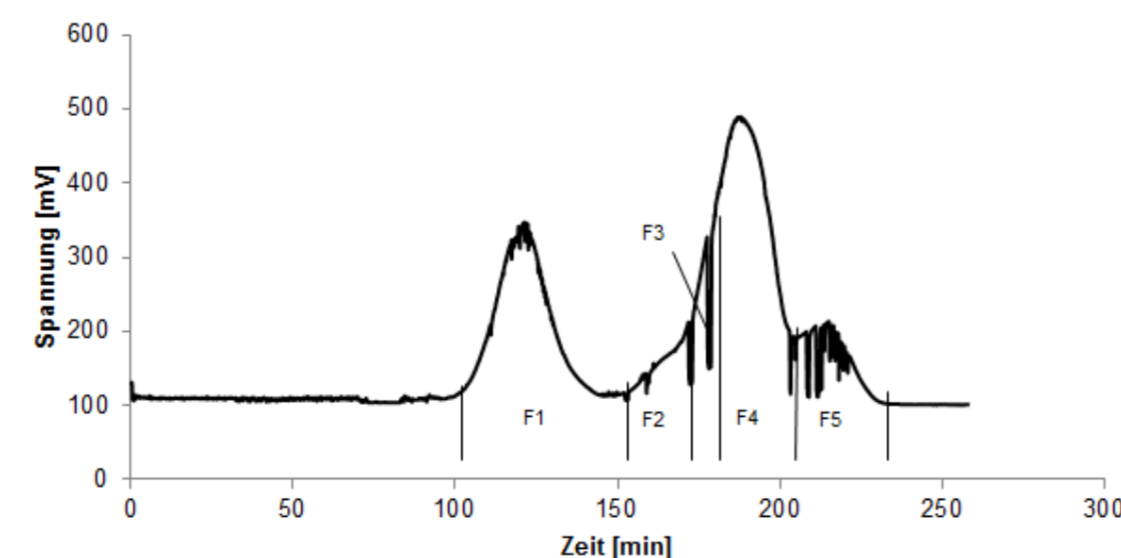


Abb. 4: HSCCC- Extrusion

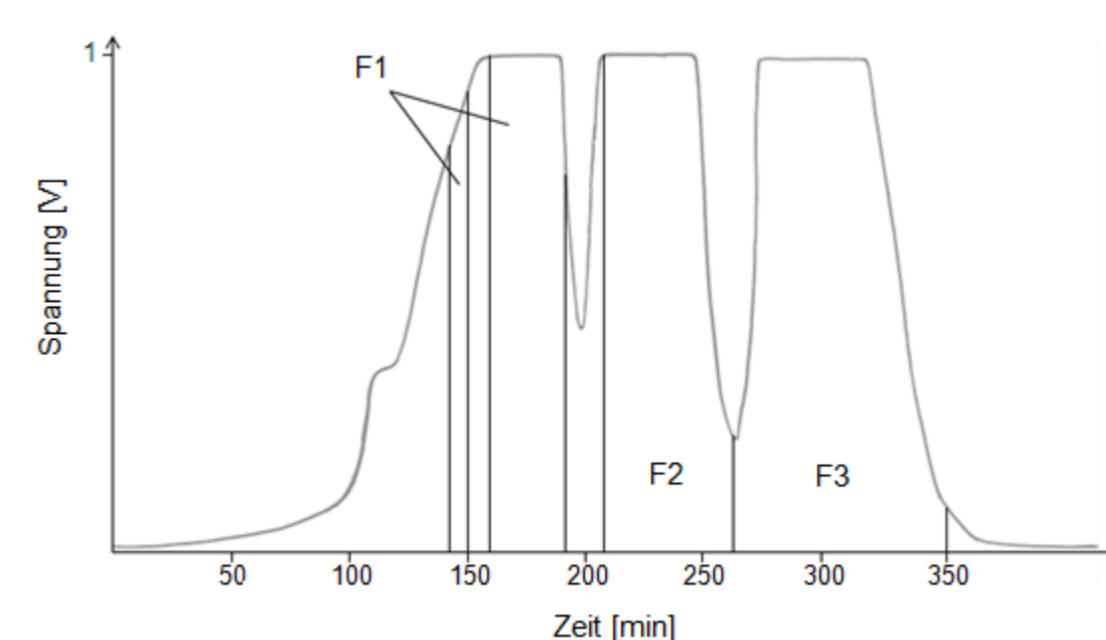


Abb. 5: MPLC- Trennung eines CQA- Gemisches

Ausblick

Die mit Hilfe der HSCCC und MPLC aus Rohkaffeeextrakt isolierte 3- und 4-CQA werden in weiteren Arbeiten in Modellröstungen zu den Laktone umgesetzt.

Die gewonnenen Laktonefraktionen können zur Isolierung bisher nicht verfügbarer Standards genutzt werden. Für die Isolierung steht eine einfache Methode auf Basis der HSCCC zur Verfügung^[5].

References: [1] Ginz M., Dissertation TU Braunschweig, 2001 [2] Frank O. et al., *J. Agric. Food Chem.*, 2008, 56, 9581-9585 [3] Aml. Sammlung §64 LFGB, L 46.00-2 1992-12 [4] Ito Y., *J. Chromatogr. A*, 2005, 1065 (2),145-168 [5] Kaiser N. et al., Poster, 41. Dt. Lebensmittelchemiker Tag, Münster, 2012, ISBN 978-3-936028-73-7