

Inhalt

I	Einleitung	1
II	Problemstellung	3
III	Allgemeiner Teil	6
1	Räuchern	6
2	Räucherrauch	8
3	Phenole im Räucherrauch	13
3.1	Bildung der Phenole	14
3.2	Wirkungen der Phenole	23
3.2.1	Aromatisierende Wirkung	23
3.2.2	Konservierende Wirkung	26
3.2.2.1	Antioxidative Wirkung	27
3.2.2.2	Antimikrobielle Wirkung	29
3.2.3	Farbbildung	33
3.3	Bisher identifizierte Verbindungen	34
IV	Ergebnisse und Diskussion	41
1	Gewinnung von Rauchkondensaten	41
2	Analytik der Phenole	42
2.1	Isolierung der phenolischen Bestandteile	42
2.1.1	Extraktion der Phenole	42
2.1.2	Extraktion der Phenolsäuren	45
2.2	Reinigung der Extrakte	46
2.2.1	Reinigung der Phenolfraktion	46
2.2.2	Reinigung der Phenolsäurefraktion	47
2.2.3	Zusammenfassung der Extraktaufarbeitung	47
2.3	Gaschromatographische Analyse	49
2.3.1	Gaschromatographie der Phenole	51
2.3.2	Gaschromatographie der Phenolsäuren	54
2.4	Fraktionierung der Phenolextrakte	58
2.4.1	Trennung der Phenolextrakte in Mono- und Dihydroxyverbindungen	58
2.4.2	Fraktionierung an Aluminiumoxid	72
2.4.3	Hochleistungsflüssigkeitschromatographische Bestimmung von Phenolen	79

2.5	Massenspektrometrie	93
2.5.1	Elektronenstoß-Ionisation (EI)	95
2.5.2	Chemische Ionisation (CI)	96
2.5.3	Elektronenstoßinduzierte Fragmentierung von silylierten Phenolen	98
2.5.3.1	Phenol und Alkylphenole	100
2.5.3.2	Guajakol, Syringol und deren Alkylderivate	104
2.5.3.3	Brenzcatechin und seine Alkylderivate	108
2.5.3.4	3-Methoxibrenzcatechin und seine Alkylderivate	111
2.5.3.5	Andere Phenole	113
2.5.3.5.1	3- und 4-Methoxyphenole	113
2.5.3.5.2	Resorcine und Hydrochinone	113
2.5.3.5.3	2,3-Dimethoxyphenole	115
2.5.3.5.4	2-Methoxyresorcin und Pyrogallol	115
2.5.3.6	Phenole mit oxidierten Seitenketten	116
2.5.3.6.1	Aldehyde	116
2.5.3.6.2	Phenylketone	120
2.5.3.6.3	Phenylalkohole	122
2.5.3.6.4	Phenolsäuremethylester	127
2.5.3.6.4.1	Hydroxybenzoesäuremethylester	127
2.5.3.6.4.2	Phenyllessigsäuremethylester	131
2.5.3.6.4.3	Hydroxymethylsäuremethylester	135
2.5.3.6.4.4	Dihydroxymethylsäuremethylester	138
2.5.4	Fragmentierung nach Chemischer Ionisation	140
2.5.5	Selektive Massendetektierung	141
2.5.6	Exakte Massenbestimmung	142
2.5.6.1	Messungen und Ergebnisse (EI)	145
2.5.6.2	Messungen und Ergebnisse (CI)	151
3	Zusammensetzung der Phenolfraktion	153
3.1	Phenolische Verbindungen	155
3.1.1	Alkylphenole	161
3.1.2	Phenole mit oxidierten Seitenketten	163
3.2	Andere aromatische Alkohole	164
3.3	Hydroxylierte Heterocyclen	166
4	Pyrolyse von Ferulasäure	168
V	Abschließende Diskussion	173
VI	Zusammenfassung	181

VII	Experimenteller Teil	183
1	Material	183
2	Chemikalien	183
3	Geräte und Hilfsmittel	184
4	Methoden	185
4.1	Extraktion der Phenole	185
4.1.1	Extraktion durch Perforation	185
4.1.2	Extraktion mit Ethylacetat	186
4.2	Extraktion der Phenolsäuren	186
4.3	Methylveresterung der Phenolsäuren	186
4.4	Reinigung der Extrakte	187
4.4.1	Wasserdampfdestillation (nach <i>Potthast 1976</i>)	187
4.4.2	Säulenchromatographie an silanisierem Kieselgel (nach <i>Tóth 1980b</i>)	188
4.5	Fraktionierung der gereinigten Phenolextrakte	188
4.5.1	Trennung in Mono- und Dihydroxyverbindungen (nach <i>Ishiguro et al. 1976</i>)	188
4.5.2	Fraktionierung des Monohydroxyextraktes an saurem Al_2O_3 (nach <i>Kossa 1976</i>)	189
4.5.3	Fraktionierung durch Hochleistungsflüssigkeits- chromatographie an Reversed phase	189
4.6	Derivatisierung der Phenole und Phenolsäuremethylester	190
4.7	Pyrolyse der Ferulasäure	190
4.7.1	Ermittlung der Zersetzungstemperatur von Ferulasäure	190
4.7.2	Pyrolyse bei 240–260°C	191
4.7.3	Pyrolyse bei Temperaturen > 400°C	191
4.8	Gaschromatographie	192
4.8.1	Gaschromatographie der underivatisierten Phenole	192
4.8.2	Gaschromatographie der Phenyltrimethylsilylether	192
4.8.3	Gaschromatographie der silylierten Phenolsäuremethylester	193
4.8.4	Berechnung der Retentionsindices	194
4.8.5	Herstellung der OV17-Kapillare	194
4.9	Gaschromatographie/Massenspektrometrie	195
4.9.1	Elektronenstoßionisation und Chemische Ionisation	195
4.9.2	Exakte Massenbestimmung	197
VIII	Literaturverzeichnis	198
IX	Anhang (Massenspektren)	215