

Berichte aus der Chemie

Ramona Jenske

**Compound-Specific and
Enantioselective Determination of
2- and 3-Hydroxy Fatty Acids in Food**

D 100 (Diss. Universität Hohenheim)

Shaker Verlag
Aachen 2009

Bibliographic information published by the Deutsche Nationalbibliothek

The Deutsche Nationalbibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliografie; detailed bibliographic data are available in the Internet at <http://dnb.d-nb.de>.

Zugl.: Hohenheim, Univ., Diss., 2009

Copyright Shaker Verlag 2009

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted, in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording or otherwise, without the prior permission of the publishers.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8322-8468-8

ISSN 0945-070X

Shaker Verlag GmbH • P.O. BOX 101818 • D-52018 Aachen

Phone: 0049/2407/9596-0 • Telefax: 0049/2407/9596-9

Internet: www.shaker.de • e-mail: info@shaker.de

ZUSAMMENFASSUNG:

2- und 3-Hydroxyfettsäuren gehören zu den Minorfettsäuren. Das die Hydroxylgruppe tragende Kohlenstoffatom ist asymmetrisch substituiert, und somit sind 2- und 3-OH-FS chiral.

In dieser Arbeit wurde zunächst eine Methode für die selektive und empfindliche Quantifizierung von 2- und 3-OH-FS in Lebensmitteln und ähnlich komplexen Matrices entwickelt. Diese umfasste die Extraktion der Lipide mittels beschleunigter Lösungsmittlextraktion (ASE), die Überführung der Lipidfettsäuren in Methylester, die nachfolgende Abtrennung der nicht-hydroxylierten Fettsäuremethylester (nicht-OH-FSME) und die anschließende Umwandlung der OH-FSME in die entsprechenden Pentafluorbenzoyl- (PFBO-) Derivate, die eine sensitive Bestimmung mittels GC/NCI-MS im SIM Modus ermöglichten. Die Bestimmungsgrenze der Methode betrug 0,05-2 pg bzw. 0,003-0,105 mg/100 g isoliertem Fett. Um die präzise Bestimmung über das komplexe Verfahren hinweg zu gewährleisten, wurden zwei geeignete interne Standards (9,10-*d*₂-2-OH-18:0-ME, 3-PFBO-*O*-12:0-EE) eingesetzt. Die Leistungsfähigkeit des gesamten Verfahrens wurde durch die Quantifizierung von 2- und 3-OH-FS in ausgewählten Lebensmittelproben (z. B.: Milch, Käse, Tierhirne, Pflanzenöle) unter Beweis gestellt.

Nach der Quantifizierung von 2- und 3-OH-FS in Lebensmitteln erfolgte ihre enantioselektive Bestimmung. Eine gute gaschromatographische Enantiomerentrennung der 2- und 3-OH-FS gelang nach Überführung der Hydroxylgruppe der zuvor methylierten 2- und 3-OH-FS mit dem enantiomerenreinen Mosher's-Reagenz ((*R*)-(-)- α -methoxy- α -trifluorphenylacetyl-chlorid) in die entsprechenden diastereomeren MTPA-Derivate an achiralen unpolaren Kapillarsäulen. Die Überführung in die MTPA-Derivate erlaubte zudem eine empfindliche Bestimmung mittels GC/NCI-MS im SIM Modus. Die Kombination dieser hoch selektiven und sensitiven Methode mit der zuvor beschriebenen Probenvorbereitung ermöglichte eine umfassende enantioselektive Bestimmung von 2- und 3-OH-FS in komplexen Lebensmittelproben. In den untersuchten Proben dominierte fast ausschließlich das jeweilige (*R*)-Enantiomer, das mitunter sogar enantiomerenrein vorlag. Die meisten Proben wiesen jedoch auch relevante Anteile der (*S*)-Enantiomere auf.

In einer abschließenden Untersuchung wurde in einem Modellversuch die Bedeutung der 2- und 3-OH-FS als Bestandteile von Lipidmembranen beleuchtet. Hierfür wurde das Phasenverhalten einer Modellmembran ohne und nach Zugabe von freien OH-FS mit unterschiedlichen Kettenlängen und unterschiedlicher Position der Hydroxylgruppe mittels Differential Scanning Calorimetry (DSC) vergleichend analysiert. Zusätzlich wurde der Einfluss der enantiomerenreinen (*R*)-2-OH-18:0-ME auf die Eigenschaften der Modellmembran mit der des entsprechenden Racemates verglichen. In der Tat hatte die enantiomerenreine OH-Fettsäure entgegengesetzten Einfluss als das Racemat.