Diplomarbeit

Zur Erlangung des akademischen Grades Dipl.-Ing. oder

DI

Entwicklung des Sesamolgehaltes in schwarzem und weißem Sesam unter Hitzeeinfluss

eingereicht von

Patrick Kaltseis, Bakk techn.

durchgeführt am

Institut für Tierernährung und Futtermittel

der

Agentur für Gesundheit und Ernährungssicherheit, Wien

betreut von

Dr. Mag. Regine Schönlechner (BOKU)

Dr. Dipl.-Ing. Manfred Werteker (AGES)

Wien, im Juni 2015

Danksagung

Meinen Dank möchte ich aussprechen an:

Herrn Dr. Dipl Ing Manfred Werteker für die Möglichkeit diese Arbeit an der AGES machen zu können und dabei von ihm während der praktischen Arbeit so gut betreut worden zu sein,

Frau Ing. Slad, die mich mit ihrem Fachwissen auf dem Gebiet der HPLC und in anderen Fragen immer gut beraten hat,

meiner Betreuerin an der BOKU Frau Dr. Mag. Regine Schönlechner, die für mich in Fragen zur Gestaltung der Arbeit und statistischen Auswertung immer ein offenes Ohr hatte,

meinen Studienkollegen und –innen für eine schöne Studienzeit und Unterstützung in jeglicher Hinsicht,

meinen Freunden und –innen mit denen ich schöne Stunden des Ausgleichs zum Studium genießen konnte

der Firma Ströck-Brot GmbH für die interessante Fragestellung und die Förderung der Diplomarbeit

und ganz besonders an meine Familie, dass sie mir das Studium erst ermöglicht hat und immer für mich da ist.

Abstract

Lignane sind pflanzliche Stoffe, die in verschiedenen essbaren Samen vorkommen und als Antioxidantien wirken. Einige positive Effekte auf die menschliche Gesundheit wie Radikalfängereigenschaften sind somit zu beobachten. In Sesamsamen sind 16 Arten von Lignanen enthalten. Aus dem Hauptaglykon Sesamolin bildet sich Sesamol durch Säure und Hitzeeinfluss. Ziel dieser Arbeit war es, den Sesamolgehalt in schwarzem Sesam bei unterschiedlichen Bedingungen der Hitzeeinwirkung zu untersuchen. Dazu wurde eine HPLC Methode entwickelt anhand derer quantitative Bestimmungen des Sesamolgehaltes in Methanolextrakten möglich waren. Diese Extrakte wurden außerdem mit einer photometrischen Methode auf ihr antioxidatives Potential untersucht. Rohe schwarze Sesamsamen enthielten kein Sesamol. Dieses konnte erst bei erhitzten Sesamproben nachgewiesen werden. Der Höchstwert wurde bei einer 220°C Erhitzung für 60 Minuten gemessen, bei dem 1,92 mg/g Sesameinwaage gemessen wurde. Vergleichsweise wurde auch der Sesamolgehalt in weißem Sesam untersucht. Der Sesamolgehalt unterschied sich nicht signifikant von dem des schwarzen Sesams. Mittels Korrelationsanalyse konnte nachgewiesen werden, dass zwar ein stark positiver Zusammenhang zwischen dem Sesamolgehalt und dem antioxidativem Potential nach dem Spearman Korrelationskoeffizienten besteht, aber durch ein niedriges Bestimmtheitsmaß nicht auf einen generellen Zusammenhang zwischen Sesamolkonzentration und antioxidativem Potential geschlossen werden darf. Wie auch bei dem Sesamolgehalt hat sich bei dem antioxidativen Potential gezeigt, dass durch Erhitzungen das antioxidative Potential bis zu einem gewissen Punkt gesteigert werden kann ehe es durch zu große thermische Einflüsse wieder zu einem Absinken der antioxidativen Kapazität kommt. Eine am Ende der Arbeit durchgeführte Analyse von Chiasamen zeigte, dass der Gehalt an Sesamol in diesen Samen nicht nachgewiesen werden konnte.

Inhalt

Abstract iii

Abbildungsverzeichnis vii

Tabellenverzeichnis viii

1. Einleitung 10

2. Literaturteil 10

2.1 Allgemeines über Sesam 10

2.2 Über die Pflanze 11

2.3 Geschichte 12

2.4 Verwendung von Sesam 13

2.5 Zusammensetzung von Sesamsamen 15

2.6 Sesam als Allergen 20

2.7 Toxizität 20

2.8 Sesam und seine gesundheitsfördernden Wirkungen 21

2.9 Analytik von Lignanen 23

2.10 Analytik von Sesamol und anderen Lignanen aus Sesam 25

2.11 Bestimmung des Antioxidativen Potentials (AOP) 27

3. Aufgabenstellung 29

4. Material und Methoden 29

4.1 Verwendete Rohstoffe 29

4.1 Chemikalien 29

4.1 Verwendete Materialien und Geräte 30

4.2 Bestimmung des Sesamolgehaltes aus Sesamsaat 31

4.2.1 Extraktion von Sesamol aus Sesamsaat 31

4.2.1.1 Variation der Extraktionszeit 32

4.2.1.2 Variation der Anzahl der Extraktionsschritte 32

4.2.1.3 Prüfung der Selektivität der Methode 32

4.2.2 Chromatographische Bestimmung des Sesamolgehaltes 33
4.3 Bestimmung des antioxidativen Potentials 36
4.3.1 Erstellung einer Troloxkalibrationsgeraden 36
4.4 Statistische Methoden 38
5. Versuchsdurchführung 41
5.1 Methodenentwicklung 41
5.2 HPLC Analyse von rohen Sesamextrakten aus schwarzem Sesam 41
5.3 Vorversuch- der erste Erhitzungsversuch von schwarzer Sesamsaat 41
5.4 Hauptversuch-Erhitzungsversuche mit schwarzem Sesam 41
5.5 Bestimmung des antioxidativen Potentials 42
5.6 Vergleich des Sesamolgehaltes zwischen schwarzem und weißem Sesam 42
5.7 Lagerungsversuche 42
6. Versuchsergebnisse und Diskussion 43
6.1 Ergebnisse der Methodenentwicklung 43
6.1.1 Einfluss der Extraktionszeit 43
6.1.2 Einfluss der Anzahl der Extraktionsschritte 43
6.1.3 Selektivität der Methode 46
6.2 Sesamolgehalt roher schwarzer Sesamextrakte 46
6.3 Vorversuch- die erste Erhitzung schwarzer Sesamsamen 47
6.4 Erhitzungsversuche mit schwarzem Sesam 48
6.4.1 Einfluss der Erhitzungstemperatur auf die Sesamolkonzentration 49
6.4.2 Einfluss von der Erhitzungsdauer auf die Sesamolkonzentration 49
6.4.3 Erhitzungsversuch bei 160°C 50
6.4.4 Erhitzungsversuch bei 180°C 52
6.4.5 Erhitzungsversuch bei 200°C 53
6.4.6 Erhitzungsversuch bei 220°C 54

6.4.7 Erhitzungsversuch bei 240°C 56
6.4.8 Erhitzungsversuche mit schwarzem und gekauftem weißem Sesam 58
6.4.9 Erhitzungsversuche mit Chiasamen der Firma Ströck 59
6.5 Sensorische Beurteilung der schwarzen Sesamsamen 60
6.6 Bestimmung des antioxidativen Potentials 62
6.6.1 Einfluss der Erhitzungsdauer auf die Troloxäquivalentkonzentration 62
6.6.2 Einfluss der Erhitzungstemperatur auf die Troloxäquivalentkonzentration . 63
6.6.3 Ergebnisse der Messungen des antioxidativen Potentials roher Sesamsamen 63
6.6.4 Ergebnisse für das AOP bei auf 160°C erhitzten schwarzen Sesamproben .. 63
6.6.5 Ergebnisse für das AOP bei auf 180°C erhitzten schwarzen Sesamproben .. 65
6.6.6 Ergebnisse für das AOP bei auf 200°C erhitzten schwarzen Sesamproben .. 66
6.6.7 Ergebnisse für das AOP bei auf 220°C erhitzten schwarzen Sesamproben .. 67
6.6.8 Ergebnisse für das AOP bei auf 240°C erhitzten schwarzen Sesamproben .. 69
6.7 Lagerungsversuch 70
6.7.1 Entwicklung des Sesamolgehaltes über die Lagerungsdauer von zwei Wochen 70
6.7.2 Ergebnisse des antioxidativen Potentials über die Lagerungsdauer 72
6.8 Test auf einen Zusammenhang zwischen Sesamolkonzentration und antioxidativem Potential 74
7. Diskussion 75
8. Schlussfolgerungen 77
9. Zusammenfassung 79
10. Summary 80
11. Literaturverzeichnis 81
12. Lebenslauf 87

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Sesamfrucht (www.fragantica.de) 12
Abbildung 2: Kohlenhydrate in Sesamsamen nach Kanu 2011 17
Abbildung 3: Struktur Sesamin und Sesamolin (Dar et ARUMGAM, 2013) 22
Abbildung 4: Struktur Sesamol (Dar et ARUMGAM, 2013) 22
Abbildung 5: Schwarzer Sesam der Firma Ströck 29
Abbildung 6: HPLC Anlage 31
Abbildung 7: Sesamolkalibrationsgerade 35
Abbildung 8: Trolox Kalibrationsgerade 38
Abbildung 9: Chromatogramm einer rohen Sesamprobe schwarzen Sesams 47
Abbildung 10: Chromatogramm einer Sesamprobe des Vorversuches 48
Abbildung 11: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 160°C 51
Abbildung 12: Boxplot für die 160°C Erhitzung 52
Abbildung 13: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 180°C 53
Abbildung 14: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 200°C 54
Abbildung 15: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 220°C 56
Abbildung 16: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 240°C 57
Abbildung 17: Boxplot einer 240°C erhitzten Probe 58
Abbildung 18: Chromatogramm einer HPLC Analyse von Chiasamen 59
Abbildung 19: Sesamsamen roh und 15 Minuten erhitzt und mit der Kaffeemühle zerkleinert 60
Abbildung 20: Sesamsamen 30 Minuten -1 Stunde erhitzt und mit der Kaffeemühle zerkleinert 61
Abbildung 21: Sesamsamen 2-4 Stunden erhitzt und mit der Kaffeemühle zerkleinert 61
Abbildung 22: Antioxidatives Potential bei 160°C erhitztem Sesam 64
Abbildung 23: Antioxidatives Potential von 180°C erhitztem Sesam 65
Abbildung 24: Antioxidatives Potential von 200°C erhitztem Sesam 67

Abbildung 25: Antioxidatives Potential von 220°C erhitztem Sesam 68
Abbildung 26: Antioxidatives Potential bei 240°C erhitztem Sesam 70
Abbildung 27: Antioxidatives Potential bei 220°C erhitztem Sesam am ersten Tag des Lagerversuches 73
Abbildung 28: Antioxidatives Potential bei 220°C erhitztem Sesam nach 2 Wochen Lagerung 74

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Sesamproduktion nach FAO (http://data.fao.org/dimension-member?entryId=75f0ea84-2297-45d1-b5c6-27ef66d982ec) 10
Tabelle 2: Verwendung von Sesam in Lebensmitteln nach Anilakumar 2010 14
Tabelle 3: Nährstoffzusammensetzung von geschälten Sesamsamen nach Kanu (2011): n.d= nicht detektiert 16
Tabelle 4: Fettsäuren in Sesamsamen nach Kanu 2011 18
Tabelle 5: Aminsosäureprofil von geschältem und entfettetem schwarzem und weißem Sesam nach Kanu 2011 (EAS: Essentielle Aminosäuren) 19
Tabelle 6: Verlauf des Gradienten 34
Tabelle 7: Konzentrationen der Verdünnungen der Sesamolstandards 35
Tabelle 8: Ergebnisse für Trolox Kalibrationsgerade 37
Tabelle 9: Evaluierung der Methode: Einfluss der Extraktionszeit auf den Sesamolhgehalt 43
Tabelle 10: Einfluss der Extraktionsschritte 44
Tabelle 11: Einfluss der Extraktionsschritte 45
Tabelle 12: Retentionszeiten der verwendeten phenolischen Substanzen 46
Tabelle 13: Einfluss der Erhitzungstemperatur auf die Sesamolkonzentration 49
Tabelle 14: Einfluss der Erhitzungsdauer auf die Sesamolkonzentration 50
Tabelle 15: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 160°C Erhitzung 51
Tabelle 16: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 180°C 53
Tabelle 17: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 200°C 54
Tabelle 18: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 220°C 55
Tabelle 19: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 240°C 57
Tabelle 20: Ergebnisse des Vergleiches Sesamolkonzentration schwarze vs. weiße Sesamsamen 59

Tabelle 21: Einfluss der Erhitzungsdauer auf die Troloxäquivalentkonzentration bei allen Erhitzungstemperaturen 62
Tabelle 22: Einfluss der Erhitzungstemperatur auf die Troloxäquivalentkonzentration bei allen Erhitzungszeiten 63
Tabelle 23: Antioxidatives Potential von rohen Sesamsamen 63
Tabelle 24: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 160°C 64
Tabelle 25: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 180°C 65
Tabelle 26: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 200°C 66
Tabelle 27: Vergleich des AOP zwischen 180°C und 200°C 66
Tabelle 28: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 220°C 68
Tabelle 29: Vergleich des AOP zwischen 200°C und 220°C erhitztem Sesam 68
Tabelle 30: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 240°C 69
Tabelle 31: Überblick über das antioxidative Potential bei den verschiedenen Sesamproben 70
Tabelle 32: Ergebnisse des Lagerungsversuches 71
Tabelle 33: Ergebnisse des Lagerversuches (n= Probenanzahl) 71
Tabelle 34: Ergebnisse des Lagerungsversuches 72
Tabelle 35: Ergebnisse Antioxidatives Potential für den Lagerungsversuch (n= Probenanzahl; TE=Troloxäquivalentkonzentration) 73
Tabelle 36: Überblick über die für die Korrelationsanalyse verwendeten Werte 74

1. Einleitung

In Zeiten in denen Menschen bewussten Wert auf Gesundheit und Ernährung legen, haben Lebensmittel, die einen funktionellen Mehrwert haben einen Vorteil in der Kundengunst. Antioxidantien sind Stoffe, die freie Radikale binden können und somit einen Einfluss auf die Gesundheit und die Entstehung von Krankheiten wie Krebs ausüben können. Manche Antioxidantien, wie beispielsweise Sesamol, sind nicht im rohen Zustand der Samen wirksam, sondern erst durch die technologische Verarbeitung im Zuge der Erhitzung. Somit ist die Untersuchung der Entstehung von dem Lignan Sesamol durch Backprozesse ein interessantes Thema, das nicht nur Lebensmittelproduzenten wie Bäcker sondern auch Konsumenten anspricht.

2. Literaturteil

2.1 Allgemeines über Sesam

Sesam ist eine der weltweit wichtigsten und ältesten Ölsaaten (SHYU et HWANG, 2002). Zu den größten Sesamproduzenten weltweit zählen derzeit Indien, China, Sudan, Myanmar und Mexiko (ANILAKUMAR et al., 2010). Hauptbedeutung haben Sesamsamen aufgrund ihrer Eignung zur Herstellung von Sesamöl, welches weitgehend unempfindlich gegen „Ranzigwerden“ ist (ANILAKUMAR et al., 2010). Neben den Kocheigenschaften findet es auch Verwendung in der Industrie als Haaröl, hydrogeniertes Öl oder in der Medizin (ANILAKUMAR et al., 2010). Daneben ist es auch in der Back- und Konfektindustrie verbreitet (XU et al., 2004). Die nachstehende Tabelle 1 zeigt die mengenmäßige Sesamproduktion nach Ländern für das Jahr 2012:

Tabelle 1: Sesamproduktion nach FAO (http://data.fao.org/dimension-member?entryId=75f0ea84-2297-45d1-b5c6-27ef66d982ec)

Land	Produktion in Tonnen
Myanmar	870.000
Indien	685.000
China	623.620
Sudan	187.000
Uganda	188.740

2.2 Über die Pflanze

Sesam (*Sesamum indicum* L.) gehört in die Familie der Sesamgewächse (Pedaliacae) und ist ein einjähriges Strauchgewächs mit einer weißen Blüte in Glockenform mit leichten Rot-, Blau- oder Gelbtönen und mit oder ohne Verzweigungen (ANILAKUMAR et al., 2010). Die Pflanze wird überwiegend wegen ihrer Samen kultiviert, die sich aufgrund ihres hohen Ölgehaltes hervorragend zur Ölgewinnung eignen. Die Pflanze gedeiht am besten bei tropischem Klima, sandigem, durchlässigen Boden mit heißen Temperaturen und moderatem Regenfall. Dabei erreicht sie eine Größe von 1-2 Metern und hat einen unangenehmen Geruch. Die Blätter variieren von oval bis lanzettförmig und sind mit Härchen auf beiden Seiten besetzt. Eine Pflanze kann 15- 20 Früchte ausbilden wie sie in Abbildung 1 zu sehen sind. Diese Frucht ist eine Kapsel mit aufrechtem und länglichem Aussehen. In diesen 15-20 Kapseln liegen 70- 100 Sesamsamen (ANILAKUMAR et al., 2010). Die Ernte erfolgt bevor die Kapseln ihre volle Reife erlangt haben, da ansonsten durch das Aufspringen der Frucht Samen verloren gehen würden. Der optimale Zeitpunkt dafür lässt sich daran erkennen, dass die untersten Kapseln sich braun färben und zu öffnen beginnen, die Stämme und Blätter gelb werden und die Blätter abgeworfen werden. Vorwiegend wird mit der Hand geerntet. Die Äste werden abgeschnitten und dann für 2-3 Tage getrocknet. Die Äste werden dann zu Bündeln gebunden, die so in der Sonne aufgestellt werden, dass die Sonnenstrahlen direkt auf die Kapseln treffen. Wenn die Bündel vollständig getrocknet sind, werden sie auf Tüchern von mindestens 6m^2 aufgelegt und mit Stöcken gedroschen. Nach der Ernte werden die Sesamsamen gesiebt, um eine Abtrennung von Blättern, Stängeln und Kapselrückständen zu erreichen. Anschließend müssen die Samen schnellstmöglich auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 6 % getrocknet werden, damit keine Verderbserscheinungen durch Pilzwachstum auftreten.

(http://www.naturland.de/fileadmin/MDB/documents/Publication/English/sesame.pdf)

Abbildung 1: Sesamfrucht (www.fragantica.de)

2.3 Geschichte

„Schriftsteller beschreiben Sesam als die älteste Pflanze, die als Ölsaat verwendet wird. In der Harappa, mesopotamischen und anatolischen Kultur wurden die Samen nicht nur wegen der Essbarkeit, sondern auch wegen der Ölgewinnung angebaut". Die ältesten Überreste von Sesamsamen wurden in der Indus Kultur in Pakistan gefunden (VATS 1940), wo Archäologen „eine konzentrierte Menge verbrannter Sesamsamen" fanden. Dieses Fundmaterial stammt aus der Zeit 2600-2000 v. Chr. Die frühesten Funde in ägyptischer Kultur wurden in König Tutenchamuns Grab gemacht und gehen auf das Jahr 1350 v. Chr. zurück. Die Ägypter haben Sesamsamen für medizinische Zwecke eingesetzt, so wurde es als Heilmittel in einer Papyrusrolle aus dem Jahr 1552 v. Chr. erwähnt. Xenophon dokumentierte, dass im fünften Jahrhundert v. Chr. Sesam in Armenien gezüchtet wurde. In der griechisch-römischen Zeit wurde intensiver Sesamanbau betrieben. Dies aber mehr wegen der essbaren Samen als zur Ölgewinnung. In Karmir Blur wurden Gefäße freigelegt, die verkohlte Sesamsamen enthielten und aus der Zeit zwischen 900-600 v. Chr. stammen. Ebenso wurden hier auch Installationen gefunden, die zur Ölextraktionen dienten. Griechische Schriftsteller überliefern Informationen über die Nutzung von Sesam in vorangegangener Zeit. Die Bekanntheit von Sesam in der Eisenzeit in Mesopotamien wird mit Schriftstücken nachgewiesen. Aristophanes berichtet über Konfekt und Kuchen mit Sesam. Herodotus hielt schriftlich fest, dass das einzige Öl, das Babylonier im fünften Jahrhundert v. Chr. nutzten aus Sesam hergestellt wurde. Auch Plinius schrieb, dass eine große Menge, des in Ägypten verwendeten Öls aus Sesam hergestellt wurde (BEDIGAN, 2004).

2.4 Verwendung von Sesam

Der Hauptzweck für den Sesamanbau liegt in der Ölgewinnung zu Kochzwecken (ANILAKUMAR et al., 2010). Durch den hohen Gehalt an Lipiden eignet sich Sesam hervorragend zur Ölgewinnung. Budowski fand 1964 heraus, dass Sesamöl wesentlich stabiler gegen Oxidationen ist als andere pflanzliche Öle und das obwohl es beinahe 85 % ungesättigte Fettsäuren wie Ölsäure und Linolsäure enthält. Diese besondere Stabilität ist auf das Vorhandensein der Stoffe Sesamin, Sesamolin, Sesaminol, Sesamol und α- Tocopherol zurückzuführen (JEONG et al., 2004). Werden die Sesamsamen mit der Schale vermahlen so ist das Mehl bitter und enthält eine Reihe unverdaulicher Stoffe. Ein solches Mehl eignet sich nur zur Rinderfütterung. Die Qualität lässt sich durch Schälen vor dem Vermahlen verbessern (MORRIS 2002). Das Sesamöl wird aber auch für die Herstellung von Parfüms, Kosmetika, Pharmazeutika, Insektiziden, Farben und Lack verwendet (ANILAKUMAR et al., 2010).

Sesamöl hat im medizinischen und pharmazeutischen Bereich ein weites Anwendungsspektrum. Es wird bereits seit Jahrtausenden zur Wundheilung eingesetzt. Auf natürliche Weise wirkt es antibakteriell gegen Staphylococcen und Streptococcen, gegen Pilze und ist obendrein noch antiviral sowie entzündungshemmend. Bei Kindern wurde es erfolgreich zur Beseitigung von Kopfläusen in den Haaren eingesetzt (ANILAKUMAR et al., 2010).

Es gibt viele Lebensmitteln in denen Sesam enthalten ist. Einen Überblick gibt Tabelle 2:

Tabelle 2: Verwendung von Sesam in Lebensmitteln nach Anilakumar 2010

Lebensmittel	**Land**
Sesamkuchen, Wein und Brandy	Altes Babylon
Stangenbrot, Cracker, Salat und Kochöl	weltweit
Rohe pulverisierte und geröstete Samen	Indien
Ersatz für Olivenöl	Europa
Brot	Sizilien
Kuchen	Griechenland
Suppe, Gewürz und Samenöl	Afrika
Salat und Fischöl	Japan
Konfekt	China
Sesambrötchen und Chips	USA

Im europäischen Raum werden Sesamsamen vor allem in der Backindustrie verwendet. So sind diese auf der Kruste von Backwaren oder Hamburgern oft zu finden. Beinahe 35 % der mexikanischen Ernte wird von Mc Donalds gekauft. Außerdem werden die Samen als Zutaten für die Produktion von Tahina- einer Sesampaste- und zur Herstellung von Halva-einer Süßspeise- eingesetzt.

In Afrika wird die Sesampflanze auch dazu benutzt, um aus den Blüten Parfüms und Eau de Colognes herzustellen. Myristinsäure aus dem Sesamöl ist auch Bestandteil vieler Kosmetika. Sesamöl dient auch als Lösungsmittel oder ölhältiger Träger von Arzneimitteln, Weichmacher für die Haut und wird zur Herstellung von Margarine und Seife herangezogen.

Die Herstellung von Biodiesel nimmt in Zeiten steigenden Energiebedarfs und gleichzeitig immer knapper werdender Ressourcen eine wichtige Rolle ein. Biodiesel kann aus beinahe allen ölhaltigen Nutzpflanzen mit niedrigem Anteil an höher ungesättigten Fettsäuren aus Quellen wie Sesam, Rapsöl, Palmöl, Kokosnuss, Mikroalgenöl usw. erzeugt werden (ANILAKUMAR et al., 2010).

2.5 Zusammensetzung von Sesamsamen

Die Samen bestehen zu 45-50 % aus Lipiden, 5-6 % Wasser, 10-15 % Kohlenhydraten, 5-6 % Mineralstoffen, 4-5 % Ballaststoffen und zu 20 % aus Protein (JEONG et al., 2004). Sesam ist reich an schwefelhaltigen Aminosäuren, hat nur wenig Lysin, sowie einen nicht unerheblichen Anteil an Oxal-(2,5 %) und Phytinsäure (5 %). Außerdem ist es reich an Kupfer und Calcium (ANILAKUMAR et al. 2010, KAPADIA et al., 2002). Die Sesamsamen enthalten auch reichlich Phosphor, Eisen, Magnesium, Mangan, Zink und Vitamin B_1 (ANILAKUMAR et al., 2010).

Tabelle 3 zeigt einen Überblick über die Inhaltsstoffe von schwarzem und weißem Sesam. Schwarzer Sesam enthält einen niedrigeren Protein- und Fettgehalt als weißer Sesam, dafür aber einen höheren Kohlenhydratanteil. Besonders auffällig am schwarzen Sesam ist außerdem der hohe Calciumanteil, der um den Faktor 22 höher als beim weißen Sesam liegt. Hier sind die Differenzen zwischen den beiden Sorten signifikant. Dagegen zeigte sich, dass der Vitamin A und B Gehalt bei schwarzem Sesam höher liegt, die Unterschiede aber nicht signifikant sind (KANU 2011). Die Vitamine C, E und beta Carotin sind wichtige natürliche Antioxidantien, welche die Lipidperoxidation inhibieren und einer hohen Einnahme dieser Vitamine wird nachgesagt zu einem vermindertem Auftreten von ischämischer Herzerkrankung zu führen (SHARMA et al., 2000).

Bis auf die drei Mineralstoffe Natrium, Zink, Magnesium und Kupfer wurden alle Mineralstoffe im schwarzen Sesam in signifikant höherer Menge gefunden. Bei den Vitaminen fand Kanu heraus, dass der Vitamin C, K und E Gehalt in weißem Sesam höher ist (KANU, 2011).

Tabelle 3: Nährstoffzusammensetzung von geschälten Sesamsamen nach Kanu (2011): n.d= nicht detektiert

Nährstoffzusammensetzung	Schwarzer Sesam	Weißer Sesam
Protein (%)	20,82 ± 1,50	22,20 ± 0,67
Fett (%)	48,40 ± 2,12	52,61 ± 0,87
Feuchtigkeit (%)	4,20 ± 0,92	4,71 ± 1,34
Asche (%)	6,10 ± 1,60	4,32 ± 2,41
Kohlenhydrate (%)	17,10 ± 1,43	15,54 ± 0,74
Mineralstoffe (µg g^{-1})		
Eisen	121	111
Zink	161	170
Mangan	78	35
Kupfer	44	51
Kalium	10250	9722
Natrium	769	1544
Magnesium	73	90
Calcium	22845	1167
Phosphor	158	134
Blei	0,72	0,44
Cadmium	0,063	0,039
Arsen	0,147	n.d
Selen	n.d	n.d
Vitamine (mg 100 g^{-1})		
Vitamin A	9,52	8,92
Vitamin D	12,63	11,57
Vitamin C	4,25	6,21
Vitamin E	17,45	28,46
Vitamin K	13,61	19,57

Kohlenhydrate

Kanu konnte in seiner Analyse von Sesamsamen die Zucker Glukose, Sucrose, Fruktose und Maltose nachweisen – siehe Abbildung 2. Bis auf den Fruktosegehalt mit 17 % im schwarzen

Sesam, waren die Zuckeranteile von Sucrose, Glukose und Maltose in weißem Sesam größer (KANU, 2011).

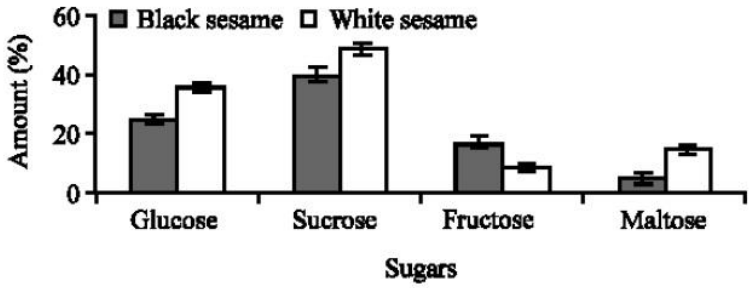

Abbildung 2: Kohlenhydrate in Sesamsamen nach Kanu 2011

Die Kohlenhydrate gehen bei der Erhitzung Caramellisierungsreaktionen ein, beziehungsweise kommt es mit Aminosäuren und Proteinen zu Maillardreaktionen. Dadurch entsteht das charakteristische Sesamaroma und bei weißem Sesam die rötlichbraune Farbe (JEONG et al., 2001).

Fettsäuren

Die Tabelle 4 zeigt die Zusammensetzung der Fettsäuren von Öl, das aus Sesamsamen extrahiert wurde und welches in China hergestellt wurde. Am meisten enthalten die Sesamsamen also Ölsäure mit rund 45 %, danach folgt die Linolsäure mit etwa 38 %. Die dominierenden gesättigten Fettsäuren sind mit etwa 15 % Palmitin-und Stearinsäure (KANU, 2011).

Tabelle 4: Fettsäuren in Sesamsamen nach Kanu 2011

Fettsäure		**Schwarzer Sesam**	**Weißer Sesam**
Trivialname	Systematischer Name	%	%
Caprinsäure	Decansäure	0,32	0,25
Palmitinsäure	Hexadecansäure	9,23	9,36
Palmitoleinsäure	Hexadec-9(Z)-ensäure	1,32	0,13
Stearinsäure	Octadecansäure	5,88	7,86
Oleinsäure/ Ölsäure	(Z9)-Octadecensäure	46,27	45,85
Linolsäure	Octadeca-9-(Z),12 (Z)-diensäure	38,79	37,89
Linolensäure	(Z)-Octadeca-9,12,15-triensäure	0,34	0,29
Ricinolsäure	12-Hydroxy-9-octadecensäure	0,26	0,07
Arachinsäure	Eicosansäure	0,70	0,89
Gadoleinsäure	(Z)-9-Eicosansäure	0,20	0,25
Laurinsäure	Dodecansäure	0,20	0,08
Behensäure	Docosansäure	0,32	0,07

Aminosäuren

Das Aminosäureprofil in Tabelle 5 zeigt, dass der von der FAO/WHO (http://www.fao.org/docrep/003/aa040e/AA040E05.htm) empfohlene tägliche Bedarf an essentiellen Aminosäuren (EAS) mit Ausnahme von Phenylalanin, Histidin bzw. Arginin für einen Erwachsenen durch Aufnahme von 100 g Samen- schwarz oder weiß - ausreichend gedeckt ist. Für Kinder lässt sich bis auf die Aminosäure Lysin der komplette Tagesbedarf erreichen. Auch die schwefelhältigen Aminosäuren Methionin und Cystein sind in den Samen in hoher Menge enthalten. Die Tabelle 5 zeigt, dass Sesamsamen ein wichtiger Lieferant für Proteine darstellt.

Tabelle 5: Aminsosäureprofil von geschältem und entfettetem schwarzem und weißem Sesam nach Kanu 2011 (EAS: Essentielle Aminosäuren)

Aminosäure	Schwarzer Sesam (g 100 g^{-1})	Weißer Sesam (g 100 g^{-1})	Bedarf eines Erwachsenen an EAS (g) nach FAO /WHO
Essentielle Aminosäuren			
Threonin (Thr)	3,84	4,29	0,90
Valin (Val)	4,06	5,18	1,30
Lysin (Lys)	2,43	3,30	1,60
Leucin (Leu)	6,67	7,50	1,90
Phenylalanin (Phe)	4,52	4,58	
Isoleucin (Ile)	3,08	4,29	1,30
Tryptophan (Try)	2,12	2,53	0,05
Methionin (Met)	2,83	3,46	1,70
Histidin (His) (semi-essentiell)	3,22	3,09	1,60
Arginin (Arg) (semi-essentiell)	3,88	4,39	
Nichtessentielle Aminosäuren			
Tyrosin (Tyr)	3,38	3,84	
Phenylalanin (Phe)	4,52	4,58	
Alanin (Ala)	1,93	3,37	
Arginin (Arg)	3,88	4,39	
Serin (Ser)	1,38	3,14	
Glycin (Gly)	2,81	3,33	
Prolin (Pro)	3,19	1,31	
Asparaginsäure (Asp)	8,10	8,95	
Glutaminsäure (Glu)	15,52	17,68	

2.6 Sesam als Allergen

Sesam wurde vor kurzem in Kanada und der Europäischen Union in die Liste der Allergene aufgenommen, d.h. die EU und Kanada fordern derzeit eine verpflichtende Allergenkennzeichnung, wenn Sesam als Zutat verwendet wird. Studien, die die IgE Bindungseigenschaften von Sesam beschreiben, haben ergeben, dass es sich bei den allergenen Stoffen in den Sesamsamen um mehrere Polypeptide unterschiedlichen Molekulargewichts handelt. So wurden mindestens sieben mögliche Sesamallergene gefunden: Ses i1, Ses i2 und Ses i3, Ses i4 und Ses i5, sowie Ses i6 und Ses i7. Einige Studien haben belegt, dass die Fähigkeit von Proteinen Allergien auszulösen durch die Verarbeitung der Lebensmittel verändert werden kann. Die Allergenität kann vermehrt, stabilisiert oder auch vermindert werden. Dies ist von mehreren Faktoren wie zum Beispiel der Struktur, den chemischen Eigenschaften der Allergenen, der Erhitzungsdauer und – temperatur, sowie den Interaktionen der Proteinen mit der Lebensmittelmatrix abhängig (ACHOURI und BOYE, 2013). So konnte nachgewiesen werden, dass das Haupt 2S Albumin Allergen, Ses i1 eine sehr hohe Thermostabilität bei 100°C hatte und sehr resistent gegenüber Verdauungsprozessen ist (MORENO et al., 2005).

Normalerweise erfolgt der Ausbruch einer Sesamallergie im Alter von 6-36 Monaten, nur 20 % der Fälle heilen innerhalb von sieben Jahren, die Mehrheit bleibt bis ins Erwachsenenalter erhalten. Klinisch nachgewiesen wird die Allergie auf zwei Arten: sofortige Hypersensitivität mittels positivem Hautstichtest und/ oder IgE Antikörpertestergebnissen mit Sesamproteinen und Hypersensitivität auf ligninartige Stoffe in Sesamöl, die klinisch als Kontaktallergiedermatitis nachgewiesen wird (IRANI et al., 2011).

2.7 Toxizität

Untersuchungen an F344 Ratten haben ergeben, dass die kontinuierliche orale Verabreichung einer 2 % Sesamollösung als Kanzerogen auf den Magen wirken kann. Die in der Studie von Hirose und seinem Team durchgeführten Analysen zeigten, dass die getesteten Antioxidantien wie Kaffeesäure, Katechol, Sesamol und 4-Methoxyphenol das Vorkommen und die Vielzahl von Läsionen in Teilen des vorderen Magens verstärken. Langzeitstudien belegen, dass ein erhöhtes Risiko für die Bildung von Hyperplasien oder Papillomen besteht. Studien von mittelfristiger Laufzeit kamen zu dem Ergebnis, dass alle getesteten Antioxidantien bei hohen Dosen Magenkrebs zwar verstärken, dieser Effekt für Sesamol aber noch ver-

gleichsweise gering war. Bei den Versuchstieren, die nur mit einer geringen Dosis gefüttert wurden, zeigte sich, dass die Begünstigung für die Entstehung von Hyperplasien und Papillomen nur gering ist (HIROSE et al., 1997).

2.8 Sesam und seine gesundheitsfördernden Wirkungen

Sesamsamen enthalten 16 Arten von Lignanen. In der IUPAC Nomenklatur werden unter Lignanen 8,8´´ verbundene Dimere Koniferyl- oder Cinnamylalkohole verstanden. Je nach der Bindungsart des Sauerstoffes in der chemischen Struktur und dem cyclischen Muster wird in acht Gruppen von Lignanen eingeteilt: Fufurane, Furane, Dibenzylbutane, Dibenzylbutyrolactone, Aryltetralin, Arylnaphthalene, Dibenzocylooctadiene und Dibenzylbutyrolatol (DAR und ARUMGAM, 2013). Bei den Sesamlignanen Sesamin und Sesamolin handelt es sich hierbei um Furfuranderivate (KUO et al., 2011). Für den Menschen von besonderem Interesse sind die gesundheitsfördernden Wirkungen dieser Substanzklasse. So wurde nachgewiesen, dass Lignane den Cholesterin- und den Blutglukosespiegel senken (DAR und ARUMGAM, 2013). Auch eine Vorbeugung von zu hohem Blutdruck und eine verbesserte Vitamin E Aufnahme bei Tieren konnte beobachtet werden (ANILAKUMAR et al., 2010).

Die meisten dieser Stoffe sind fettlösliche Aglykone – also Nichtzucker-Komponenten - und lösen sich ins Öl bei der Extraktion. Einige Lignane sind glykosiliert und können aus dem ölfreiem Material isoliert werden. Die Hauptaglykone – dargestellt in Abbildung 3 - sind: Sesamin und Sesamolin. Aus diesen entstehen durch Abbau die phenolischen Substanzen mit antioxidativer Wirkung: Sesamol (3,4 Methylendioxy- phenol) – Abbildung 4 - und Sesaminol (ANILAKUMAR et al., 2010). Die Lignan Glykoside sind Mono-, Di- und Triglukoside von Sesaminol, Sesamolinol und Pinoresinol. Davon treten Sesaminol Triglukosid, Sesaminol Diglukosid und Sesaminol Monoglukosid mengenmäßig am meisten auf (DAR und ARUMGAM, 2013). Deren Aglykone besitzen Peroxidradikalfängereigenschaften, wenn sie im Zuge der Verdauung im Gastrointestinal Trakt durch β-Glukosidase gespalten werden (MOZZAMI et al., 2006a).

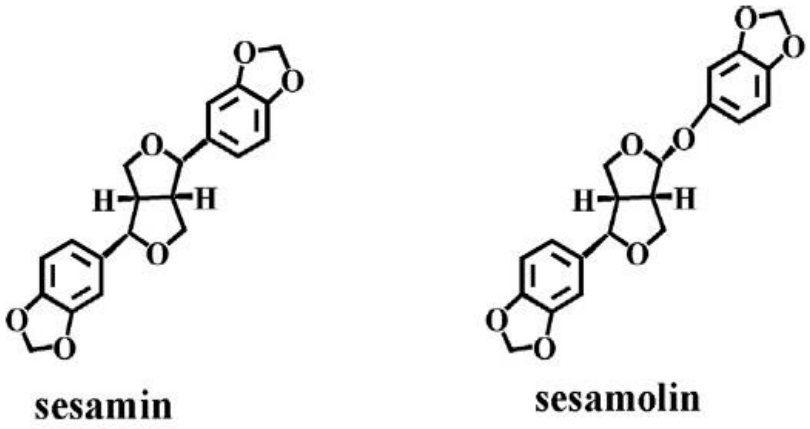

Abbildung 3: Struktur Sesamin und Sesamolin (Dar et ARUMGAM, 2013)

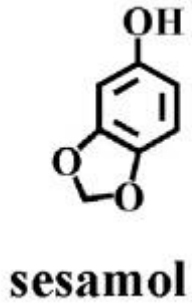

Abbildung 4: Struktur Sesamol (Dar et ARUMGAM, 2013)

Dem Sesamol kommt eine große Bedeutung als natürlicher freier Radikalfänger zu. Hitzeeinfluss, chemischer Abbau und Bleichprozesse können aus dem in Samen in größeren Mengen enthaltenen Sesamolin das Sesamol entstehen lassen. Durch seine antioxidativen Eigenschaften kann Sesamol inhibierende Wirkung auf Lipidperoxidation, Hydroxyl-Radikal induzierten Deoxyriboseabbau und DNS Spaltung ausüben. Außerdem zeigt es synergistische antioxidative Fähigkeiten mit γ-Tocopherol, wodurch die Hydroperoxidbildung in Öl inhibiert wird (YOSHIDA und TAKAGI, 1999).

Neben den besonders wichtigen antioxidativen Eigenschaften zeigt Sesamol auch entzündungshemmende sowie anti-ageing Eigenschaften und eine inhibierende Wirkung auf Enzyme des Fettsäurestoffwechsels.
Sesamol hat eine phenolische- und eine Benzodioxolgruppe in seiner Struktur und ist sowohl in wässriger als auch in organischer Phase löslich. Die Benzodioxolgruppe ist dafür bekannt, dass sie Hydroxylradikale unter Bildung von 1,2- Hydroxybenzen einfängt (KUMAR et al., 2009).

Sesamin reduziert sowohl die Absorption als auch die Biosynthese von Cholesterin, was zu einer Reduktion von Plasma und Lebercholesterin in Ratten und Plasmacholesterin in Menschen führt. Außerdem erhöht es den Gehalt an ϒ- Tocopherol im Plasma und der Leber von Ratten (MOZZAMI et al., 2006a).

2.9 Analytik von Lignanen

Neben Leinsamen weisen Sesamsamen einen besonders hohen Gehalt an Lignanen auf. Um ein möglichst unverfälschtes Ergebnis bei der Analyse von Lignanen erreichen zu können, ist es besonders wichtig auf eine geeignete Extraktionsmethode zurückzugreifen. Bislang wurden destruktive Techniken wie der alkalische oder der Säureaufschluss eingesetzt. Bei diesen werden Veresterungen gelöst. Ein starker Säureaufschluss ist in der Lage sowohl die Esterbindungen als auch glykosidische Bindungen zu lösen. Um bei einem alkalischen Aufschluss auch die Lignanglykoside freizusetzen, bedarf es entweder zusätzlichen Säureeinflusses oder einer zusätzlichen enzymatische Hydrolyse. Diese Aufschlussmethoden haben aber den Nebeneffekt, dass sie einige Lignane zerstören oder in andere umwandeln (SMEDS et al., 2007). Ein weiterer Weg der Extraktion besteht darin, das pflanzliche Material direkt mit einem heißen polaren Lösungsmittel wie Methanol aufzuschließen. Diese Methode hat den Vorteil, dass danach eine direkte Analyse möglich ist. Die Extraktion mit einem überkritschem Fluid ist schnell, selektiv und geeignet für die Vorbereitung von natürlichem Probenmaterial. Die besonderen Eigenschaften eines überkritischen Fluids bringen einige Vorteile gegenüber herkömmlichen Extraktionsarten wie verkürzte Extraktionszeiten, verbesserte Selektivität und das Nichtvorhandensein von organischem Lösungsmittel im fertigen Extrakt. Das am meisten eingesetzte Lösungsmittel ist dabei reines oder modifiziertes Kohlendioxid, weil es niedrige Werte für kritische Parameter hat und damit milde Extraktionsparameter ermöglicht (SLANIA und GLATZ, 2004).

Chromatographie ist die Technik der Wahl für die Trennung und Quantifizierung von Lignanen aus Flüssigextrakten. Die drei Hauptarten der Chromatographie für Quantifizierungszwecke sind TLC, HPLC und GC. Gegenstromverteilungschromatografie (engl. Counter current chromatography (CCC)) in Kombination mit Massenspektrometrie (MS) ist derzeit eine sehr gute Möglichkeit zur Identifikation von Lignanen. Dabei werden diese sekundären pflanzlichen Stoffe mit zwei flüssigen Phasen getrennt. Sehr von Vorteil bei dieser Chromatographie ist auf jeden Fall, dass sie sehr selektiv ist, auch wenn die einzelnen Lignane nicht

vollständig getrennt werden können, können sie identifiziert werden. Bei Verwendung einer CCC mit MS ist außerdem keine Säule notwendig, die als stationäre Phase oftmals das Problem des Verstopfens macht. Als Detektor eignet sich ein Diodenarraydetektor (DAR und ARUMGAM, 2013).

Die TLC (Dünnschichtchromatographie) und die GC eigenen sich besonders für die qualitative Untersuchung. TLC ist die einfachste, kostengünstigste und erste Methode, die zur Lignantrennung eingesetzt wurde. Zur quantitativen Untersuchung wurde die TLC auch mit Densitometrie gekoppelt. Visualisiert werden TLC Banden normalerweise mit einer UV Lampe auf Fluorophor imprägnierten Platten oder durch Besprühen der Platten mit Schwefelsäure in Ethanol (Acetanhydrid, Aceton oder Methanol), Anisaldehyd-Schwefelsäure, Ammoniumceriumsulfatphosphorsäure oder Phosphomolybdänsäure, gefolgt von einer destruktiven Karbonisierung. Aufgrund der Einfachheit der Methode und des hohen Probendurchsatzes wird die Methode, für die erste Untersuchung von pflanzlichem Material sowie fürs Monitoring der verschiedenen Reinheitsstufen von Lignanen herangezogen (SLANIA und GLATZ, 2004).

GC mit Massenspektrometrie bietet eine zuverlässige Methode, um die einzelnen Lignane zu bestimmen. Allerdings setzt diese Methode einen hohen Arbeitsaufwand voraus und es gibt keinen geeigneten internen Standard (DAR und ARUMUGAM, 2013).

HPLC ist die am meisten verwendete analytische Methode zur Untersuchung von Lignanen v.a. im Sesam. Sie eignet sich als einfache “one-step“ Methode zur quantitativen Analyse. Außerdem kann Sesamöl auch injiziert werden. Reversed-Phase Säulen eignen sich besonders für Lignane mittlerer Polarität. In Reversed-Phase Systemen besteht die mobile Phase aus einer Mischung organischer Lösungsmittel wie Methanol oder Acetonitril und einer wässrigen Phase wie Wasser, angesäuertem Puffer oder verdünnter Säure. Normalphasenchromatographie wurde erfolgreich zur Trennung von Sesamol, Sesamin, Sesamolin und Sesangolin verwendet. Damit eignet sich diese Methode sehr gut zum gleichzeitigen Nachweis der einzelnen Lignane (DAR und ARUMUGAM, 2013).

In den letzten Jahren hat Kapillarelektrophorese sehr an Bedeutung gewonnen. Es handelt sich dabei um eine sehr effiziente Separationstechnik, die zudem fortschrittliche und automatisierte Instrumente mit sich bringt. Damit hat sich die Kapillarelektrophorese zu einer zusätzlichen/ergänzenden Methode zur Chromatographie entwickelt. Um den neutralen Charakter der Lignane zu behalten ohne die chemischen oder physikalischen Eigenschaften

einer Probenmatrix zu manipulieren, können für die Separation nur limitierte Kapillarelektrophoresearten angewandt werden. Zur Detektion wird im Allgemeinen die UV Absorption eingesetzt (SLANIA und GLATZ, 2004).

Kapillarzonenelektrophorese ist die einfachste und am weitesten verbreitete Kapillarelektrophoreseart, bei der die Separation auf den Unterschieden Ladung-zu-Masse und der Tatsache beruht, dass Analyten als separate Zonen unterschiedlicher Geschwindigkeiten wandern. Während Anionen und Kationen durch deren elektrophoretische Mobilität und die Mobilität des elektroosmotischen Flusses getrennt werden, beruht die Trennung bei Neutralteilchen auf der Co-Migration mit dem elektroosmotischen Fluss. Um dieser Limitierung entgegenzuwirken können verschiedene Mittel eingesetzt werden wie z.B Derivatisierung oder Komplexbildungsreaktion, extremer pH,… (SLANIA und GLATZ, 2004).

2.10 Analytik von Sesamol und anderen Lignanen aus Sesam

Sesamol löst sich gut in organischen Lösungsmitteln. SADEGHI et al.(2009) untersuchten verschiedene Sesamproben auf den Sesamolgehalt mit einer HPLC Methode. Dazu wurden die Sesamsamen nach dem Vermahlen in 2 mL Methanol auf einem Schüttler bei Raumtemperatur extrahiert. Die Suspension wurde dann 5 Minuten lang bei 1000 rpm abzentrifugiert. Der Überstand wurde für die Analysezwecke gesammelt und das Pellet wurde noch dreimal wie vorher weiterextrahiert. Die Extrakte wurden dann mit einem Volumen von 100 µL in ein HPLC System injiziert. Das System bestand dabei aus einem manuellen Injektor (Rheodyne, Kalifornien, USA) einer Reversed-Phase C8 Säule [Nova Pak C8 (4 µm, 250 x 4,6 mm)], Wasser, einem UV-VIS Detektor (k 2500, Knauer, Berlin, Deutschland). Die mobile Phase bestand aus Methanol. Die Flussrate betrug 1 mL/min und die Analyse wurde bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Wellenlänge am Detektor wurde auf 294 nm eingestellt. Gemessen wurde nun der mittlere Sesamolgehalt von sieben unterschiedlichen Sorten iranischer Sesamsamen. Der mittlere Sesamolgehalt betrug 4,67 ± 0,92 mg/g, wobei die Werte zwischen 2,75 und 6,13 mg/g lagen.

Eine weitere schnelle und sensitive Methode, um den Sesamolgehalt in Sesamsamen, Tahina und Halva zu bestimmen ist in der Türkei von TOKUSOGLU et al. (2009) zum Einsatz gekommen. Er untersuchte die Proben mittels Differential Puls Polarographie (DPP) mit einer hängenden Quecksilbertropfelektrode. Ein Platinkabel diente als Gegenelektrode und Ag/ AgCl war die Referenzelektrode. Im Zuge der quantitativen Untersuchungen wurde ein Sesamol-

gehalt in Sesamsamen von 0,26-0,32 mg/ 100g Öl nachgewiesen, wogegen der gefundene Gehalt in Tahina im Bereich von 10,98-12,33 mg/ 100g Öl lag (TOKUSOGLU et al., 2009).

Zur Untersuchung von Sesamol in Sesamsaatöl entwickelten MIRGHANI et al. (2003) eine neue analytische Methode mittels FTIR Spektroskopie. Dabei wurde das IR Spektrum der Ölsorten aufgezeichnet (MIRGHANI et al, 2003).

Den Gehalt an Sesaminol Glukosiden analysierte MOZZAMI et al. (2006a). Dabei wurde jeweils eine Menge von 250 g Sesamsamen mit n-Hexan entfettet, um fettfreies Sesammehl zu bekommen. Dieses wurde dann mit 1 L 80 % Ethanol für 24 Stunden extrahiert um ein Rohextrakt zu erhalten, welches die Sesaminolglukoside enthielt. Von dem Rohextrakt wurde 1 g für eine TLC herangezogen (MOZZAMI et al., 2006a).

MOZZAMI et al. (2006b) den Gehalt von Sesamlignanen in verschiedenen Ölen aus den Extrakten aus schwarzem und weißem Sesam. Dabei wurden die Extrakte mit einer Mischung aus Hexan/ Isopropanol (3:1, vol/vol) hergestellt und mit HPLC mit Fluoreszenzdetektor analysiert. Der Sesamingehalt lag bei den 65 Sesamproben im Bereich von 7-712 mg/ 100 g (163 ± 14 mg/100 g) Sesamsamen und der Sesamolingehalt bei 21-297 mg/ 100g Sesamsamen (101 ± 58 mg/100 g). Der Gehalt an Sesamin und Sesamolin korrelierten positiv und signifikant (R^2=0,69, p <0,001), ebenso der Gehalt an glykosilierten Lignanen, Sesaminol und Sesamolinol (R^2=0,53, p <0,001). Der Gehalt an Sesamin und Sesamolin korrelierte stärker positiv bei schwarzem Sesam (R^2=0,77) als bei weißem Sesam (R^2=0,66). Dagegen wurde eine negative Korrelation zwischen öllöslichen Lignanen, Sesamin und Sesamolin mit den glykosilierten Lignanen, Sesaminol und Sesamolinol festgestellt. Es wurde auch auf mögliche Unterschiede zwischen Sesamsorten mit aufspringender und nicht-aufspringender Schale untersucht. Dabei zeigte sich, dass der totale Gehalt an Lignanen, also der Summe aus Sesamin, Sesamolin, Sesaminol und Sesaminolol bei Sesamsamen mit nicht beschädigten Schalen (688 ± 10 mg / 100 g Samen) höher lag als bei aufgeplatzten Samen (590 ± 19 mg/ 100 g Samen (MOZZAMI et al., 2006b).

Der Gehalt an den in Sesamsamen enthaltenen fettlöslichen Antioxidantien Sesamin, Sesamolin und den wasserlöslichen Sesaminol Diglukosid und Sesaminol Triglukosid stellt ein wichtiges Kriterium dar, um die Qualität von Sesamsamen zu beurteilen. Üblicherweise werden zur Untersuchung von Lignanen im Sesam wie bereits beschrieben vorrangig HPLC Methoden verwendet, die mit UV/VIS Detektion gekoppelt sind. Da sich zur Auswahl von Sa-

menzüchtungen aber eine schnelle und nicht destruktive Methode in manchen Fällen besser eignet, bietet sich hierfür der Einsatz von Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) an. 2006 wurde erstmals die Eignung dieser Methode um den Lignangehalt in Sesamsamen zu bestimmen, untersucht. NIRS hat den großen Vorteil, dass eine Probenvorbereitung zur Gänze wegfällt, damit können wie bei dieser Untersuchung die Sesamsamen ohne Zerkleinerung und Extraktionen mit organischem Lösungsmittel gemessen werden. Das Prinzip der NIRS beruht auf der Tatsache, dass chemische Bindungen Nahinfrarotstrahlung bei einer bestimmten Wellenlänge oder einem bestimmten Wellenlängenbereich absorbieren. Die Ergebnisse von KWAN und seinem Team zeigten, dass NIRS erfolgreich eingesetzt werden kann, um den Lignangehalt mit ausreichender Genauigkeit zu analysieren (KWAN et al., 2006). Die Methode bedarf allerdings der Kalibrierung durch eine der anderen hier angeführten Methoden.

2.11 Bestimmung des Antioxidativen Potentials (AOP)

Die Tests auf Radikalfängerwirkung beruhen auf direkter Messung der Wasserstoffatomübertragung oder auf Elektronentransfer von einem möglichem Antioxidans auf freie Radikale in einfachen fettfreien Systemen (BECKER et al., 2004).

Die antioxidative Kapazität durch Elektronentransfer wird im Normalfall mit einem TEAC und einem FRAP Test gemessen. Bei dem TEAC Test (TEAC= Trolox Equivalent Antioxidant Capacity) wird das gefärbte Kationenradikal -2,2'-Azinobis-(3-ethylbenzthiazolin-6-sulfonsäure)- von den in Lösung enthaltenen Antioxidantien reduziert. Die antioxidative Kapazität wird mit Hilfe eines Referenzwertes eines Vitamin E Analogons – Trolox – quantifiziert. Beim FRAP Test (FRAP= Ferric Ion Reducing Antioxidant Power) wird die antioxidative Kapazität durch eisenreduzierende Wirkung von Antioxidantien bestimmt. Bei dieser Methode wird ein blau gefärbter Eisenkomplex gemessen (BECKER et al., 2004).

Der ORAC Test (ORAC= Oxygen Radical Absorbance Capacity) misst die kurzlebigen Peroxylradikale und auch die Hydroxylradikale durch Auslöschung von Fluoreszenz, die vom fluoreszierendem β-Phycoerythrin kommt. Die Radikale oxidieren dabei den fluoreszierenden Stoff und bewirken damit eine Abnahme der Fluoreszenz (BECKER et al., 2004).

Das DPPH* (DPPH=diphenylpicrylhydrazyl radical) Radikal wird als ein stabiles lipophiles Radikal angesehen. Antioxidantien wie zum Beispiel Sesamol reagieren mit den DPPH Radikalen und reduzieren durch ihre Radikalfängerwirkung die Anzahl der Radikalmoleküle entsprechend der verfügbaren Hydroxylgruppen (XU et al., 2005). Die Quantifizierung erfolgt durch

photometrische Messung der Proben in organischer Lösung bei 516 nm. Die bei dieser Reaktion entstehende Farbabnahme lässt sich mit einer dosisabhängigen Antioxidanskonzentration eines Standardantioxidans korrelieren - wie auch bei dem TEAC Test mit Trolox. Dabei treten aber je nach Antioxidans und DPPH unterschiedliche molare Stöchiometrien auf. So ist von einer 2:1 (Radikal/Antioxidans) molaren Stöchiometrie für Ascorbinsäure, Trolox, α-Tocopherol und einige andere phenolische Stoffe auszugehen (BECKER et al., 2004).

Untersuchungen haben belegt, dass α-Tocopherol eine höhere Reaktivität gegenüber DPPH Radikalen zeigt, als BHA oder Sesamol. Es wurde gezeigt, dass die DPPH Radikalfängereigenschaft von α-Tocopherol (8,4 ± 0,8 $\mu M^{-1}s^{-1} \times 10^{-4}$) größer ist, als die von Sesamol (4,0 ± 0,3 $\mu M^{-1}s^{-1} \times 10^{-4}$) (ESPÍN et al., 2000). Dieses Ergebnis stimmt auch mit den DPPH Untersuchungen von YEO und seinem Team überein. Die Ergebnisse von Untersuchungen von YEO und seinem Team führen zu dem Schluss, dass der Abbau von Sesamol wesentlich langsamer erfolgt als der beispielsweise von α-Tocopherol, was in den Anstiegen der Absorptionen zu sehen ist (YEO et al., 2011). In dem DPPH Modell haben sich nach Forschungen von SHYU (2002) die Lignane Sesamin und Sesamolin nicht als antioxidativ wirksam erwiesen (CHANG et al., 2002).

JEONG et al. (2004) untersuchte den Einfluss von Röstprozessen auf die antioxidative Wirksamkeit in entfetteten Sesammehlextrakten. Diese stieg mit höherer Rösttemperatur an, erreichte nach 60 Minuten und bei 200°C ihr Maximum. Dies ist auf einen Anstieg des totalen Phenolgehaltes zurückzuführen, der bei 60 Minuten und 200°C von 35,6 µM bei ungerösteten Sesammehl auf 87,4 µM anstieg, zurückzuführen. Außerdem zeigte sich, dass die DPPH Radikalfängerwirkung von entfettetem Sesammehlextrakt signifikant mit der Erhitzungstemperatur und Erhitzungszeit steigt. So ist ein Anstieg der Radikalbindungseigenschaften von 34,01 % auf 80,59 % nach 60 Minuten Erhitzungsdauer bei 150°C und ein Anstieg von 34,01 % auf 82,14 % bei 200°C und 60 Minuten zu beobachten. Das Rösten der Sesamsamen auf den niedrigsten Temperaturen 50°C und 100°C zeigte hingegen keine Steigerung der antioxidativen Wirkung (JEONG et al., 2004).

Auch die Untersuchungen von JANNAT et al. (2011) zeigen, dass der Gehalt an dem antioxidativ wirksamen γ-Tocopherol in verschiedenen Sesamölsorten signifikant ($p < 0,05$) mit dem Anstieg in der Rösttemperatur und Erhitzungszeit ansteigt, bis zu einem Maximum, das bei 200°C und 10 Minuten liegt. Erhitzungen bei 220°C haben den Gehalt an γ-Tocopherol redu-

ziert. Auch der Gehalt an totalen Phenolen stieg signifikant ($p < 0,05$) mit der Erhitzungsdauer bis zu einem Maximum bei 200°C und 20 Minuten (JANNAT et al., 2011).

3. Aufgabenstellung

Schwarze Sesamsamen, die von der Firma Ströck zur Verfügung gestellt wurden, sollten auf ihren Sesamolgehalt untersucht werden. Sesamolkonzentrationen roher und erhitzter schwarzer sowie stichprobenartig auch weißer Sesamsamen sollten durch Analyse von Methanolextrakten mit HPLC analysiert werden. Bei den Extrakten der Sesamproben wurde außerdem noch das antioxidative Potential nach der DPPH Methode gemessen.

4. Material und Methoden

4.1 Verwendete Rohstoffe

Eine Probe schwarze Sesamsamen in einem Papiersack (2 kg) der Firma Ströck, im Dunklen bei Raumtemperatur gelagert- Abbildung 5

Abbildung 5: Schwarzer Sesam der Firma Ströck

Eine Probe weiße geschälte Sesamsamen in einem Plastiksack der Firma Ja!Natürlich (300 g), MHD: 30.7.2015, aus dem Supermarkt gekauft, bei Raumtemperatur gelagert

Eine Probe Chiasamen in einem Papiersack (1,5 kg) der Firma Ströck, im Dunklen bei Raumtemperatur gelagert

4.1 Chemikalien

Methanol: Merck Germany, 1.06007.2500 2,5 L, li. Chrossolv Reag. Ph EUR gradient grade for liquid chromatography, MHD 2017/01/31

Trolox: 100 mg, Cayman Chemical company, -20°C, Item: 10011659, Batch: 0427565-67

DPPH: 100 mg, Cayman Chemical company, -20°C, Item 14805, Batch: 0451128-2

Sesamol Sigma Aldrich 98 %, S-3003-256-A, LOT#STB C6760V, PC Code: 101.369994, Sigma-Aldrich Germany

Verbrauchsmaterial:

PTFE-Membranfilter, Porenweite 0,45 µm

4.1 Verwendete Materialien und Geräte

Geräte

Umluft-Trockenschrank: WTB-Binder, Type: 19400300002000, 78532 Tuttlingen-Germany

Aluminiumschalen mit Deckel: Durchmesser ca. 50 mm, Höhe ca. 20 mm

Schüttler: IKA-Vibrax-VXR

Eppendorf Kolbenhubpipette 1 ml: Eppendorf Reference 1000 µL

Eppendorf Kolbenhubpipette 200 µL: Eppendorf Reference 200 µL

Zentrifuge: Megafuge 2.0, Heraeus Research

Kaffeemühle: Kenwood CG100

Waage: Mettler AE 200

HPLC Anlage aus Teilen der Firma Hitachi- siehe Abbildung 6-: Interface D7000

UV/ VIS Detektor: L-7420

Säulenofen: L-7300

Pumpe: L-7100

Autosampler: L-7200

Säule: Merck LiChroCART 250-4 (5 µm)

Spektralphotometer: Beckmann DU 600

Abbildung 6: HPLC Anlage

4.2 Bestimmung des Sesamolgehaltes aus Sesamsaat

4.2.1 Extraktion von Sesamol aus Sesamsaat

Prinzip:

Fettlösliche Lignane wie Sesamolin lassen sich durch Extraktion mit einem polaren Lösungsmittel wie Methanol gut extrahieren. Das zu untersuchende Lignan Sesamol bildet sich durch Hydrolysereaktion aus Sesamolin.

Durchführung:

Von dem nach 5.4.1 aufgearbeiteten Probenmaterial oder von rohen Samen wurde eine Extraktion nach SADEGHI et al. (2009) durchgeführt. Bei dieser wurden 0,1 g Probe auf 0,01 g genau eingewogen. Diese Einwaage wurde in 2 mL Methanol suspendiert und am Vortex Schüttler 15 Minuten extrahiert. Der Überstand wurde durch Zentrifugieren bei 5000 rpm für fünf Minuten abgetrennt. Der klare Überstand wurde in einen 10 mL Messkolben dekantiert. Die Extraktionsschritte wurden zwei weitere Male wiederholt und anschließend der

Kolben auf 10 mL aufgefüllt. Damit die Proben bereit für die HPLC sind, mussten sie noch von eventuell mitgeschleppten Suspensionsteilchen durch Filtrieren über einem Membranfilter gereinigt werden.

4.2.1.1 Variation der Extraktionszeit

Um feststellen zu können, welchen Einfluss die Dauer der Extraktion auf das Sesamolergebnis ausübt, wurden die verschiedenen Extraktionszeiten am Schüttler von 5, 15 und 30 Minuten mit einer zwei Stunden bei 200°C nach 5.4.1 erhitzten und 4.2.1 extrahierten Sesamprobe probiert und nach 4.2.5 auf den Sesamolgehalt untersucht.

Für die weiteren Versuche wurde eine Extraktionsdauer von 15 Minuten gewählt.

4.2.1.2 Variation der Anzahl der Extraktionsschritte

In der Originalvorschrift nach SADEGHI et al. (2009) wurden die Extraktionen viermal durchgeführt. Um die zeitaufwändigen Extraktionsschritte zu reduzieren, wurde untersucht, wie sich der Sesamolgehalt einer zwei Stunden bei 200°C erhitzten Sesamprobe schwarzen Sesams durch Variation der Anzahl der Extraktionen verändert.

Dabei wurden vier Extraktionen durchgeführt und nach jeder Extraktion der Sesamolgehalt auf der HPLC gemessen. Der Extraktionsfortschritt wurde in Prozent der letzten- der vierten-Extraktion angegeben, deren Wert mit 100 % festgesetzt wurde.

4.2.1.3 Prüfung der Selektivität der Methode

Prinzip:

Es war zu prüfen, ob der nach der Laufzeit als Sesamol identifizierte Peak tatsächlich für diese Substanz selektiv ist. Dazu wurden HPLC Chromatogramme mit aromatischen Substanzen ähnlichen Molekulargewichtes aufgenommen.

Durchführung:

Sesamol (Molekulargewicht (MG): 138,12 g/mol, Anthranilsäure (MG: 137,14 g/mol), Phenol (MG: 94,11 g/mol), Sulfanilsäure (MG: 173,19 g/mol) und Thiabendazol (MG: 201,24 g/mol) wurden in Methanol in Konzentrationen von etwa 1 µg/ml gelöst und einzeln oder in Gemischen nach Pkt 4.2.2.1 und 4.2.2.2 einem Chromatographielauf unterzogen.

4.2.2 Chromatographische Bestimmung des Sesamolgehaltes

Prinzip:

Aus einem Methanolextrakt wird durch eine HPLC mit UV-VIS Detektion der Sesamolgehalt quantifiziert.

Durchführung:

Eine chromatographische Trennung wie sie auch SADEGHI et al. (2009) anwendete, wurde in modifizierter Form für die Trennungen angewendet. In der Originalvorschrift wurde eine Flussrate von 1 ml/min angewendet und eine Detektion bei 294 nm am UV/VIS Detektor gemacht. In den durchgeführten Untersuchungen wurde eine Flussrate von 0,7 ml/min gewählt. Die Säulentemperatur betrug 35°C.

4.2.2.1 Isokratische Trennung

Bei der isokratischen Elution wurde als Laufmittel reines Methanol p. A. verwendet. Die Laufzeit betrug 20 Minuten.

4.2.2.2 Trennung mit Gradienten

Bei der Trennung mittels eines Gradienten wurde als Laufmittel ein Gemisch aus Methanol und bidestilliertem Wasser herangezogen. Der Verlauf des Gradienten ist aus Tabelle 6 ersichtlich.

Tabelle 6: Verlauf des Gradienten

Zeit [min]	% MeOH	% bidestilliertes Wasser	Flussrate der Pumpe [ml/min]
0,0	40	60	0,7
3,0	40	60	0,7
13,0	100	0	0,7
19,0	100	0	0,7
20,0	40	60	0,7
25,0	40	60	0,7

4.2.2.3 Erstellung der Kalibrationsgleichung

Prinzip:

Für eine Quantifizierung des Sesamolgehaltes ist es nötig einen Bezug zwischen der Sesamolkonzentration und den Peakflächen der Chromatogramme herzustellen. Durch Sesamolstandards bekannter Konzentration kann eine Geradengleichung aufgestellt werden.

Durchführung:

Mit gekauftem Sesamol wurde eine Verdünnungsreihe erstellt. Von diesem wurde in drei 100 mL Messkolben jeweils 25 mg eingewogen und mit MeOH auf 100 mL aufgefüllt. Die Konzentration betrug somit c=250 µg/mL. Anschließend erfolgten jeweils sieben Verdünnungsschritte der drei Lösungen. Diese Lösungen wurden zunächst 1:100 verdünnt. Dabei entstand eine Konzentration c_1=2,5 µg/mL. Diese Verdünnung wurde dann in vier weiteren Schritten 1:2 verdünnt. Die einzelnen Verdünnungsstufen der Tabelle 7 wurden danach in der HPLC nach dem Gradienten dreimal analysiert und aus den drei Sesamolpeakflächen der Mittelwert gebildet. Abbildung 7 zeigt die daraus errechnete Sesamolkalibrationskurve. Die nachstehende Geradengleichung –

$$y=0{,}000117582x + 0{,}0065 \quad \textbf{(Gleichung 1)}$$

- diente als Grundlage für die Quantifizierung in den Proben mit unbekanntem Sesamolgehalt. In Gleichung 1 bedeutet y=Sesamolgehalt [µg/ml] und x= Peakfläche [pA*sec].

Da gemäß Pkt. 4.2.1 ca. 0,1 g Probe eingewogen und nach dreimaliger Extraktion auf 10 ml aufgefüllt wurden, kann der Sesamolgehalt S [mg/ g Probe] nach folgender Formel berechnet werden:

$$S = ((0{,}000117582x + 0{,}0065)*10)/(1000*EW) \text{ (Gleichung 2)}$$

In Gleichung 2 bedeutet EW= Einwaage [g]

Bei der in dem Diagramm eingezeichneten Geraden handelt es sich um eine lineare Trendlinie. Der hohe Wert für das Bestimmtheitsmaß R^2 zeigt, dass ein linearer Zusammenhang zwischen Sesamolkonzentration und Peakfläche des Chromatogramms besteht.

Tabelle 7: Konzentrationen der Verdünnungen der Sesamolstandards

Verdünnung	Konzentration Sesamol [µg/ml]	Konzentration Thiabendazol [µg/ml]
1.Verdünnung	1,25	30
2.Verdünnung	0,625	30
3.Verdünnung	0,3125	30
4.Verdünnung	0,15625	30
5.Verdünnung	0,078125	30

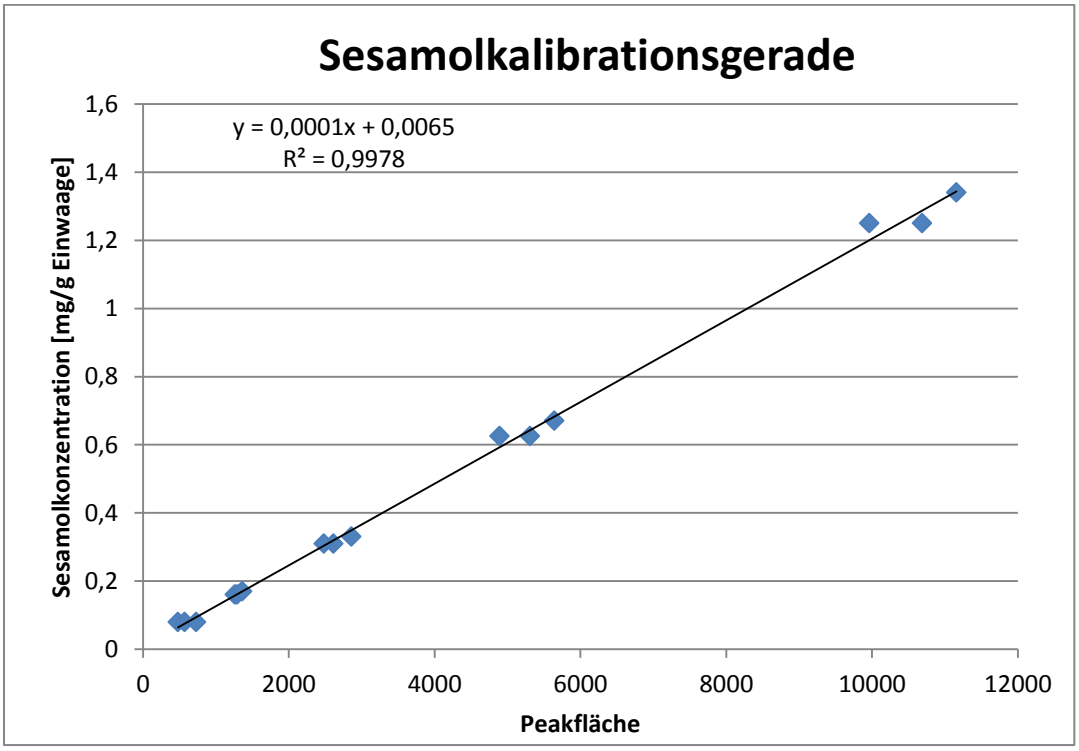

Abbildung 7: Sesamolkalibrationsgerade

4.3 Bestimmung des antioxidativen Potentials

Prinzip: DPPH Radikale werden von antioxidativ wirksamen Substanzen wie Sesamol oder Tocopherol gebunden. Diese Reaktion ist durch eine Farbänderung von der violetten DPPH Lösung nach gelb zu beobachten.

Durchführung:

Die Messung des antioxidativen Potentials erfolgte nach einem DPPH Ansatz wie in der Einleitung beschrieben. Die Art und Weise wie analysiert wurde, wurde nach einer Arbeit von PASCHKE (2012) als Vorlage gemacht. 150 µL einer Probe - das Sesamol-Methanolextrakt - oder der Troloxstandard wurden mit 3 mL DPPH Arbeitslösung vermischt. Diese Lösung wurde unmittelbar und nach 24 Stunden Lagerung bei Raumtemperatur und Dunkelheit photometrisch bei einer Wellenlänge von 515 nm gemessen. Durch die starke violette Farbe der DPPH Lösung hatten zunächst alle Probenlösungen violette Farbe, die sich allerdings durch Oxidationsreaktionen in einen Gelbton umwandelte. Die Ergebnisse wurden auf Troloxäquivalente bezogen.

Um eine DPPH Stammlösung zu bekommen wurden 24 mg DPPH in einem 100 mL Messkolben eingewogen und mit Methanol aufgefüllt. Die Lösung wurde dann bei -20°C gelagert. Aus der Stammlösung ließ sich die Arbeitslösung durch Mischen von 10 mL der Stammlösung mit 45 mL Methanol herstellen (THAIPONG et al., 2006).

4.3.1 Erstellung einer Troloxkalibrationsgeraden

Prinzip:

Um die Absorptionsdifferenzen auf einen bekannten Referenzwert beziehen zu können, wurde eine Kalibration mit dem wie Sesamol ebenso antioxidativ wirkenden Trolox gemacht.

Durchführung:

25 mg einer Trolox Reinsubstanz wurden auf 0,01 g genau auf der Analysenwaage in einem 25 ml Messkolben eingewogen und mit Methanol aufgefüllt. Zunächst musste eine Kalibrationsgerade mit verschiedenen Troloxkonzentrationen gemacht werden, um die Absorptionsdifferenzen auf Troloxäquivalente beziehen zu können. Als Verdünnungsstufen für Trolox wurden Konzentrationen von 0; 0,01; 0,02; 0,0625; 0,125; 0,250 und 0,50 mg/ml Methanol hergestellt. Die Ergebnisse der photometrischen Messungen werden in Tabelle 8 dargestellt.

Abbildung 8 zeigt die Kalibrationsgerade. Die Kalibrationsgerade wurde durch den Nullpunkt gelegt, um nicht negative Werte für niedrige Troloxkonzentrationen zu erhalten. Aus der Tatsache, dass die ursprüngliche Kalibrationsgerade bei Einsetzen der vorhandenen geringen Absorptionsdifferenzen negative Ergebnsisse liefern würde, geht hervor, dass der zufällige Fehler größer ist als der Absolutwert der Ergebnisse. Daher können die angegebenen Troloxäqivalente nur als Vergleichswert gesehen werden. Die Berechnung der Troloxäquivalente [mmol TE/g Sesam] erfolgte nach der folgenden Gleichung 3:

TE = (A*0,3513)/(EW*0,1) (Gleichung 3)

In Gleichung 3 bedeuten A = Absorbtionsdifferenz, EW = Einwaage [g]

Tabelle 8: Ergebnisse für Trolox Kalibrationsgerade

Troloxprobe	Trolox-Konzentration [mg/ml]	Absorptionsdifferenz
kein Trolox (reines DPPH)	0	0,151
Trolox 1:2	0,5	1,251
Trolox 1:4	0,25	0,949
Trolox 1:8	0,125	0,481
Trolox 1:16	0,0625	0,295
Trolox 1:50	0,02	0,197
Trolox 1:100	0,01	0,167

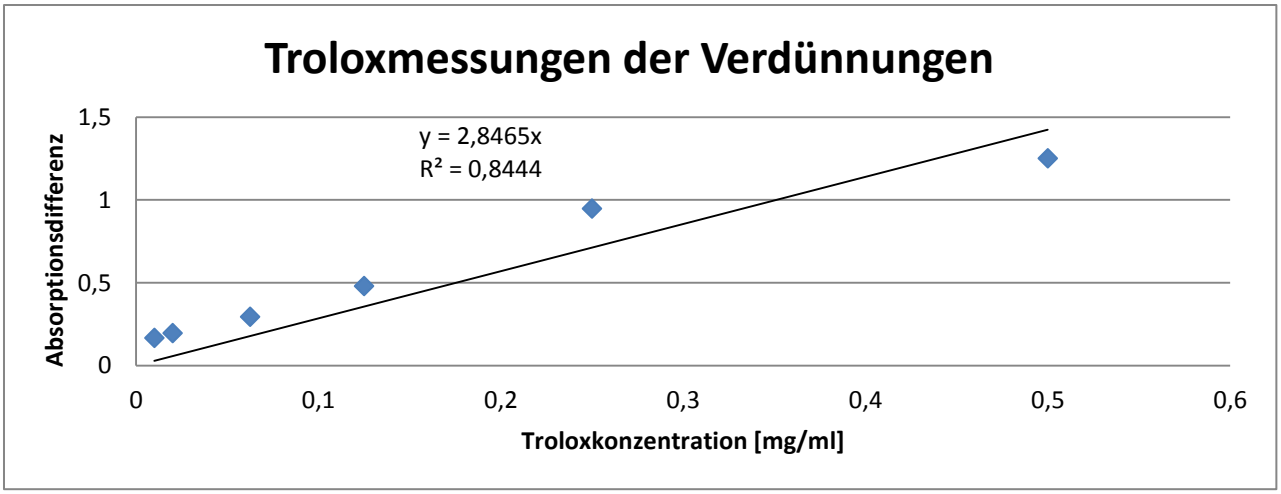

Abbildung 8: Trolox Kalibrationsgerade

4.4 Statistische Methoden

Die erhaltenen Daten wurden mit Microsoft Excel 2010®, SPSS Version 21 und Statgraphics Centurion XVI ausgewertet.

Ausreißertest nach Grubbs

Zunächst wurde ein Ausreißertest nach Grubbs gemacht.

Bei dem Ausreißertest nach Grubbs erfolgt zunächst eine Berechnung der Differenz zwischen dem Prüfmerkmalsergebnis und dem Mittelwert:

$d_i = x_i$-Mittelwert

i= Index der Probe

d_i= Abweichung der i-ten Probe

x_i= Prüfmerkmalergebnis

Danach erfolgt die Berechnung der Prüfgröße: PG= abs (d_{max}/s)

PG= Prüfgröße

d_{max}= größte Differenz zum Mittelwert

s= Standardabweichung

Die Prüfgrößen wurden dabei für jedes Ergebnis berechnet. Mit den Höchstwerten wurde dann ein Vergleich mit dem P-Wert aus der Tabelle angestellt. Für die Tests wurde ein Kon-

fidenzintervall von 95 % angenommen. Wenn nun die Prüfgröße einen höheren Wert hatte als der P-Wert der Tabelle (http://www.faes.de/Basis/Basis-Statistik/Basis-Statistik-Tabelle-Grubbs/basis-statistik-tabelle-grubbs.html), wurde dieser als Ausreißer angesehen.

$PG > r_m(P,n)$ =Ausreißer

$PG < r_m(P,n)$ = kein Ausreißer

(HARTUNG et al., 2005)

Levene Test

Der Levene Test bietet die Möglichkeit Werte auf die Gleichheit der Varianzen - Varianzhomogenität - zu testen und schafft somit eine Voraussetzung für die Anwendung statistisch bedeutender Tests wie zum Beispiel der Varianzanalyse. Die Nullhypothese des Levene Testes lautet: Alle Gruppenvarianzen sind gleich. Wenn nun der Signifikanzwert p unter dem vorher festgelegten Niveau- in dieser Arbeit: $\alpha=0,05$ - liegt, so kann die Nullhypothese, dass alle Varianzen gleich sind nicht beibehalten werden (STRELEC, 2006).

Kolmogorov-Smirnov-Test

Der Kolmogorov-Smirnov Test überprüft ob vorliegende Werte nach der Normalverteilung verteilt sind. Dieser Test wurde mit dem Statistikprogramm SPSS durchgeführt.

Einfaktorielle Varianzanalyse

Mit der Varianzanalyse soll festgestellt werden, ob es Unterschiede zwischen den Mittelwerten von mehr als zwei Gruppen gibt. Vereinfacht ausgedrückt lautet die Nullhypothese: Die Mittelwerte aller Gruppen sind gleich. Mit der Varianzanalyse kann nur festgestellt werden ob ein Unterschied zwischen den Gruppen besteht. Die Aussage wo der Unterschied besteht kann nur durch Post Hoc Tests wie zum Beispiel dem Multiple Range Test getroffen werden. Da der Einfluss von einem unabhängigen Faktor oder einer unabhängigen Variable auf eine abhängige Variable untersucht wird, handelt es sich hier um eine einfaktorielle Varianzanalyse. Diese wurde im Rahmen der Arbeit mit dem Statistikprogramm Statgraphics durchgeführt. Als nötige Voraussetzung für die Anwendbarkeit dieses Verfahrens müssen die Normalverteilung und die Homogenität der Varianzen erfüllt sein (BAMBERG et al., 2007).

Kruskal- Wallis Test

Dieser Test ist eine nichtparametrische Alternative zur einfachen Varianzanalyse und ist für Werte geeignet, die nicht normalverteilt vorliegen. Die Nullhypothese lautet: Zwischen den Gruppen besteht kein Unterschied (STRELEC, 2006).

Multiple Range Test

Der Multiple Range Test stellt eine gute Möglichkeit dar, um einzelne Proben dahingehend zu vergleichen, ob sie sich anhand der vorher definierten Messgrößen signifikant unterscheiden oder sich in homogene Gruppen zusammenfassen lassen, bei denen keine statistisch signifikanten Unterschiede bestehen. Dieser Least Significant Difference Test nach Fisher basiert auf einem paarweisen multiplen Mittelwertvergleich. Die Ablehnung der Hypothese $\mu_1=\ldots\mu_k$ hat durch einfache Varianzanalyse zu erfolgen (STRELEC, 2006). In dieser Arbeit werden homogene Gruppen, also Gruppen deren Ergebnisse keine statistisch signifikanten Unterschiede aufweisen als gleiche hochgestellte Buchstaben nach den Standardabweichungen signalisiert.

Korrelationsanalyse nach Spearman

Um feststellen zu können ob ein Zusammenhang zwischen dem Sesamolgehalt und der Troloxäquivalentkonzentration besteht wurde eine Korrelationsanalyse nach Spearman durchgeführt. Der Vorteil gegenüber einer Korrelationsanalyse nach Pearson besteht in Anwendbarkeit bei nicht-normalverteilten Werten (ZÖFEL und BUEHL, 2001).

t-Test für unabhängige Stichproben

Bei dem t-Test für nicht verbundene Proben wird getestet ob zwei Stichproben dieselben Mittelwerte aufweisen. Für die Anwendbarkeit dieses Testes muss eine Normalverteilung der Werte vorliegen (BAMBERG et al., 2007).

5. Versuchsdurchführung

5.1 Methodenentwicklung

Zur Methodenentwicklung wurden die unter Pkt. 4.2.1.1- 4.2.1.3 beschriebenen Messungen durchgeführt.

5.2 HPLC Analyse von rohen Sesamextrakten aus schwarzem Sesam

Insgesamt wurden 12 Extrakte aus schwarzen rohen Sesamsamen angelegt. Die Proben wurden nicht erhitzt sondern nur nach der unter 4.2.1- Extraktion von Sesamol aus Sesamsaat und der unter 4.2.2.2 Trennung mit Gradienten- beschriebenen Methode auf den Sesamolgehalt und das antioxidative Potential analysiert.

5.3 Vorversuch- der erste Erhitzungsversuch von schwarzer Sesamsaat

Bei dem Vorversuch wurden Sesamkörner bei 200°C mit unterschiedlicher Dauer – 15, 30, 60, 120, 180 Minuten - erhitzt. Die Proben wurden nachher extrahiert und auf der HPLC gemessen. Da Sesamol in rohen schwarzen Sesamsamen mittels HPLC nicht nachweisbar war, war es Ziel dieses Vorversuches, zu untersuchen, ob die Erhitzungseinwirkung einen Einfluss auf die Entstehung von Sesamol ausübt.

5.4 Hauptversuch-Erhitzungsversuche mit schwarzem Sesam

Nachdem mittels des Vorversuches festgestellt wurde, dass es erst durch Erhitzung von Sesamsaat zur Entstehung von Sesamol kommt, sollte nun untersucht werden welche Konzentrationen an Sesamol unter welchen Temperatur und Zeiteinflüssen gebildet werden. Ziel war es herauszufinden, bei welcher Temperatur und Zeitkombination die maximale Sesamolkonzentration vorliegt. Außerdem wurden die Sesamproben einer optischen und geruchlichen Untersuchung unterzogen mit der beurteilt werden sollte, ob der Erhitzungsvorgang einen negativen Einfluss auf die Genusstauglichkeit ausübt. Zuletzt wurde von jedem Extrakt auch das antioxidative Potential gemessen. Mit diesen Tests sollte auch beurteilt werden inwieweit sich die verschiedenen erhitzten Sesamproben von den rohen Sesamsamen unterscheiden, beziehungsweise ob es auch hier eine Temperatur und Zeitkombination bei der das antioxidative Potential ein Maximum aufweist, was einen positiven Effekt auf die Gesundheit ausüben könnte.

5.4.1 Allgemeines Erhitzungsschema

Ca. 10 g Sesamsaat wurde in einer Aluminiumschale in einer Höhe von ca. 0,5 cm ausgebreitet. Die Schalen wurden mit verschlossenem Deckel im Umluft-Trockenschrank bei den Temperaturen 160°C, 180°C, 200°C, 220°C und 240°C erhitzt. Die Erhitzungsdauer variierte und machte 15, 30, 60, 120, 180 und 240 Minuten aus. Um die Temperaturverluste auszugleichen, die beim Öffnen des Ofens zwecks Probenentnahme auftreten, wurde jeweils fünf Minuten länger nach Schließen des Trockenschrankes erhitzt. Die erhitzten Proben wurden über Nacht in den Aluminiumschalen bei Raumtemperatur aufbewahrt, am folgenden Tag weiterverarbeitet und in einer Kaffeemühle fein vermahlen.

Die Extraktion erfolgte wie unter 4.2.1 Extraktion von Sesamol aus Sesamsaat beschrieben. Für jede Temperatur und Zeitkombination wurden vier Extrakte aus den erhitzten Samen angelegt. Jedes Extrakt wurde dreimal in die HPLC injiziert und nach 4.2.2.2 analysiert. Das bedeutet für jede Temperatur und Zeitkombination wurden zwölf Ergebnisse an Sesamolkonzentrationen ermittelt. Insgesamt wurden somit 360 HPLC Ergebnisse bei den Hauptversuchen für die Sesamolkonzentration bei den Erhitzungsversuchen gemessen.

5.5 Bestimmung des antioxidativen Potentials

Anschließend wurde von jedem schwarzem Sesamextrakt eine Bestimmung des antioxidativen Potentials gemacht. Dazu wurde wie in der Methode beschrieben das Extrakt einmal sofort nach DPPH Zugabe im Photometer gemessen und dann nach 24 Stunden. Das Ergebnis die Absorbtionsdifferenz wurde nach Gleichung 3 in mmol TE / g Sesam umgerechnet. Mit den Lagerungsversuchen wurden insgesamt 168 Proben zur Bestimmung des antioxidativen Potentials analysiert.

5.6 Vergleich des Sesamolgehaltes zwischen schwarzem und weißem Sesam

Um einen Vergleich anstellen zu können, ob schwarze oder weiße Sesamsamen reicher an Sesamol sind, wurde eine Packung weißer geschälter Sesam der Marke Ja!natürlich auf den Sesamolgehalt hin untersucht. Dabei wurde stichprobenartig eine Erhitzung für 1 Stunde bei 200°C durchgeführt. Je Sesamsorte wurden 4 Einwaagen gemacht, die bei der HPLC dreimal injiziert wurden.

5.7 Lagerungsversuche

Um die Haltbarkeit von erhitzten Sesamproben beurteilen zu können, wurde eine Sesamprobe bei 220°C wie unter 5.4.1 beschrieben für 15, 30, 60, 120, 180 und 240 Minuten er-

hitzt. Ein Teil der so erhitzten Proben wurde am nächsten Tag wie unter 4.2.1 beschrieben extrahiert, der andere Teil in einem verschlossenem Plastikbecher im Dunklen bei Raumtemperatur für zwei Wochen aufbewahrt. Wie auch bei dem Hauptversuch wurde bei dem Lagerungsversuch für jede Temperatur und Zeitkombination bei der erhitzt wurde ein Ansatz aus vier Extrakten angelegt, der dreimal in der HPLC injiziert wurde. Insgesamt wurden bei diesem Versuch 144 Proben gemessen: 72 unmittelbar nach der Erhitzung und 72 nach der Lagerung.

6. Versuchsergebnisse und Diskussion

6.1 Ergebnisse der Methodenentwicklung

6.1.1 Einfluss der Extraktionszeit

Die Tabelle 9 zeigt das Ergebnis der Mittelwerte für die Sesamolkonzentrationen bei den unterschiedlichen Extraktionszeiten. Während eine Steigerung der Extraktionszeit von 5 auf 15 Minuten eine Steigerung des Sesamolergebnisses bewirkt, erweist sich eine weitere Erhöhung der Zeit von 15 auf 30 Minuten nicht als konzentrationssteigernd.

Tabelle 9: Evaluierung der Methode: Einfluss der Extraktionszeit auf den Sesamolhgehalt

Extraktionszeit [Min]	Sesamolkonzentration [mg/g Probe, n=12]
5	0,59 ± 0,06
15	0,61 ± 0,03
30	0,58 ± 0,02

Bei allen weiteren Untersuchungen dieser Arbeit wurden daher 15 Minuten als Standardextraktionszeit angewandt.

6.1.2 Einfluss der Anzahl der Extraktionsschritte

Die Ergebnisse in Tabelle 10 zeigen, dass das meiste Sesamol bei der zweiten Extraktion extrahiert wird. Eine weitere dritte Extraktion bringt noch eine Steigerung des Sesamolgehaltes um 8 %. Eine vierte Extraktion nur mehr weitere 6 %. Es ist also deutlich zu sehen, dass zwar mit über die dritte Extraktion hinausgehenden weiteren Extraktionsschritten eine asymptotische Annäherung an einen Höchstwert erreicht werden würde, der Aufwand dafür aber unverhältnismäßig hoch wäre. Daher wurde entschieden, dass routinemäßig drei Extraktions-

schritte durchgeführt werden. Die Ergebnisse sind dadurch systematisch etwa um 6 % zu niedrig. Angesichts der beobachteten Streuungen der Ergebnisse schien dieser systematische Fehler vertretbar.

Tabelle 10: Einfluss der Extraktionsschritte

Extraktionen	Mittelwert Sesamolkonzentration [mg/g Probe]	Probenanzahl n	Prozent Sesamol
1	0,18 ± 0,03	12	36,0
2	0,25 ± 0,04	12	86,0
3	0,29 ± 0,04	12	94,0
4	0,32 ± 0,03	12	100

Tabelle 11 zeigt den Einfluss der Extraktionsschritte im Detail. Die aus der HPLC-Trennung resultierende Standardabweichung ist, abgesehen von einem Ausreißerwert, geringer als die durch verschiedene Einwaagen bedingte. Der Variationskoeffizient nimmt nach der 3. Extraktion kaum noch ab. Daher wird mit 3 Extraktionsschritten weitgehend optimale Reproduzierbarkeit erreicht. Der relativ geringe Variationskoffizient von ca. 12 % zeigt, dass die großen Streuungen, die in den Versuchen festgestellt wurden, nicht durch Analysenfehler verursacht wurden. Vielmehr ist die hohe Streuung der Ergebnisse durch die Methodik der Erhitzungsversuche bedingt.

Tabelle 11: Einfluss der Extraktionsschritte

Extraktion von Sesamol aus schwarzem Sesam, Extraktionserfolg in Abhängigkeit von den Extraktionsschritten						
Extraktions-schritte	festgestellte Sesamol-konzentration [mg/g]			Mittelwerte [mg/g]	STABW [mg/g]	Variationskoeffizient [%]
1	0,21	0,22	0,20	0,205	0,013	6,4
	0,24	0,16	0,16	0,243	0,050	20,7
	0,15	0,14	0,15	0,150	0,004	2,9
	0,16	0,16	0,16	0,160	0,001	0,6
Erster Extraktionsschritt				**0,175**	**0,033**	**18,8**
2	0,29	0,30	0,27	0,293	0,013	4,6
	0,32	0,23	0,23	0,324	0,052	16,2
	0,22	0,21	0,21	0,220	0,006	2,7
	0,22	0,22	0,22	0,224	0,004	1,9
Zweiter Extraktionsschritt				**0,246**	**0,039**	**15,8**
3	0,33	0,33	0,32	0,335	0,011	3,3
	0,35	0,27	0,28	0,352	0,045	12,8
	0,26	0,26	0,26	0,265	0,002	0,9
	0,27	0,26	0,26	0,271	0,007	2,7
Dritter Extraktionsschritt				**0,289**	**0,035**	**12,1**
4	0,36	0,37	0,34	0,364	0,012	3,3
	0,37	0,30	0,31	0,374	0,042	11,2
	0,29	0,29	0,30	0,293	0,003	1,0
	0,30	0,28	0,29	0,303	0,010	3,3
Vierter Extraktionschritt				**0,318**	**0,034**	**10,8**

6.1.3 Selektivität der Methode

Mit dem isokratischen Gradienten ließ sich keine zufriedenstellende Trennung von Sesamol und dem wie unter 4.2.1.3 beschriebenen zugesetzten Standards erreichen. Sesamol und alle Standardsubstanzen wiesen die gleiche Laufzeit auf. Dies wird in Tabelle 12 gezeigt.

Durch Anwendung des unter Pkt. 4.2.2.2 beschriebenen Gradienten wurden fast alle unter Pkt. 4.2.1.3 genannten Substanzen getrennt. Die Retentionszeiten der einzelnen phenolischen Substanzen sind in Tabelle 12 dargestellt.

Tabelle 12: Retentionszeiten der verwendeten phenolischen Substanzen

Retentionszeiten phenolischer Substanzen [min]		
	isokratisch	Gradient 40-100 %
Anthranilsäure	3,50	2,89
Phenol	3,50	4,83
Sesamol	3,50	4,83
Sulfanilsäure	3,50	2,90
Thiobendazol	3,73	13,00

Obwohl Phenol und Sesamol nicht getrennt werden konnten, war mit dem angewandten Gradienten für die zur Verfügung stehende Methode ein Optimum erreicht. Zudem waren keine negativen Auswirkungen auf die Interpretierbarkeit der Ergebnisse zu erwarten, da Phenol in Sesam nicht vorkommt.

6.2 Sesamolgehalt roher schwarzer Sesamextrakte

HPLC Chromatogramme aller Extrakte roher Sesamproben zeigten, dass bei allen Extrakten kein Sesamolgehalt nachzuweisen war. Wie in Abbildung 9 gut zu sehen ist, ist in dem Bereich, wo das Sesamol zu erwarten wäre- also nach einer Retentionszeit von 4,80- 5,10 Minuten, kein Peak zu sehen, der auf das Vorhandensein dieses Lignans schließen lassen würde. Ein Kontrollstandard – eine Mischung aus Sesamol und Thiabendazol – zeigte dagegen an den erwarteten Stellen Peaks, was das Funktionieren der Methode bestätigt.

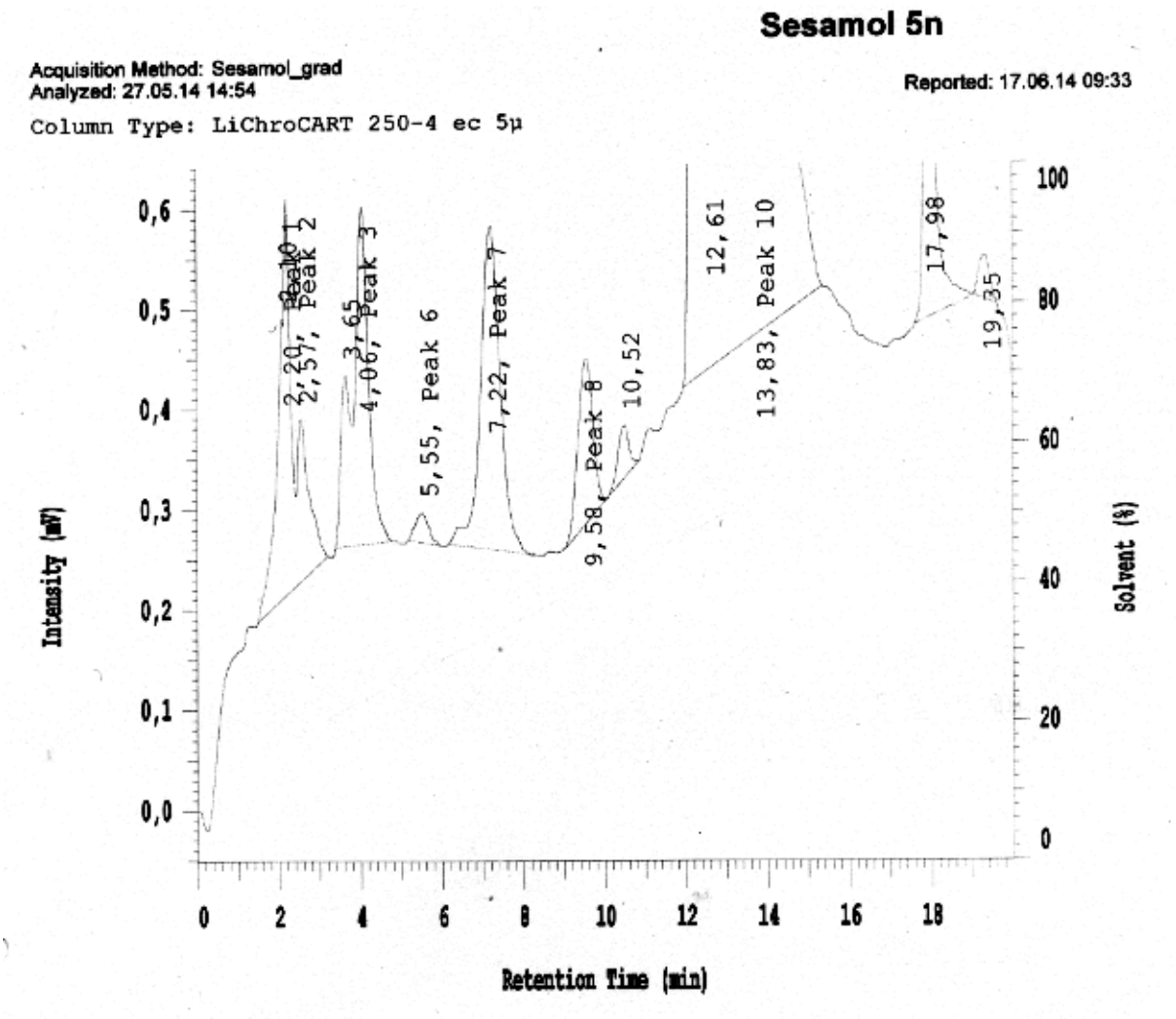

Abbildung 9: Chromatogramm einer rohen Sesamprobe schwarzen Sesams

6.3 Vorversuch- die erste Erhitzung schwarzer Sesamsamen

Abbildung 10 ist das Chromatogramm einer gem. Pkt. 5.3 zwei Stunden auf 200°C erhitzten Probe schwarzen Sesams. Im Gegensatz zur rohen Probe ist hier ein Peak bei einer Retentionszeit von 4,93 Minuten zu sehen, der das Vorhandensein von Sesamol in der Probe durch Vergleich mit einer Standardprobe, also einem Methanolextrakt mit der Reinsubstanz Sesamol bestätigt.

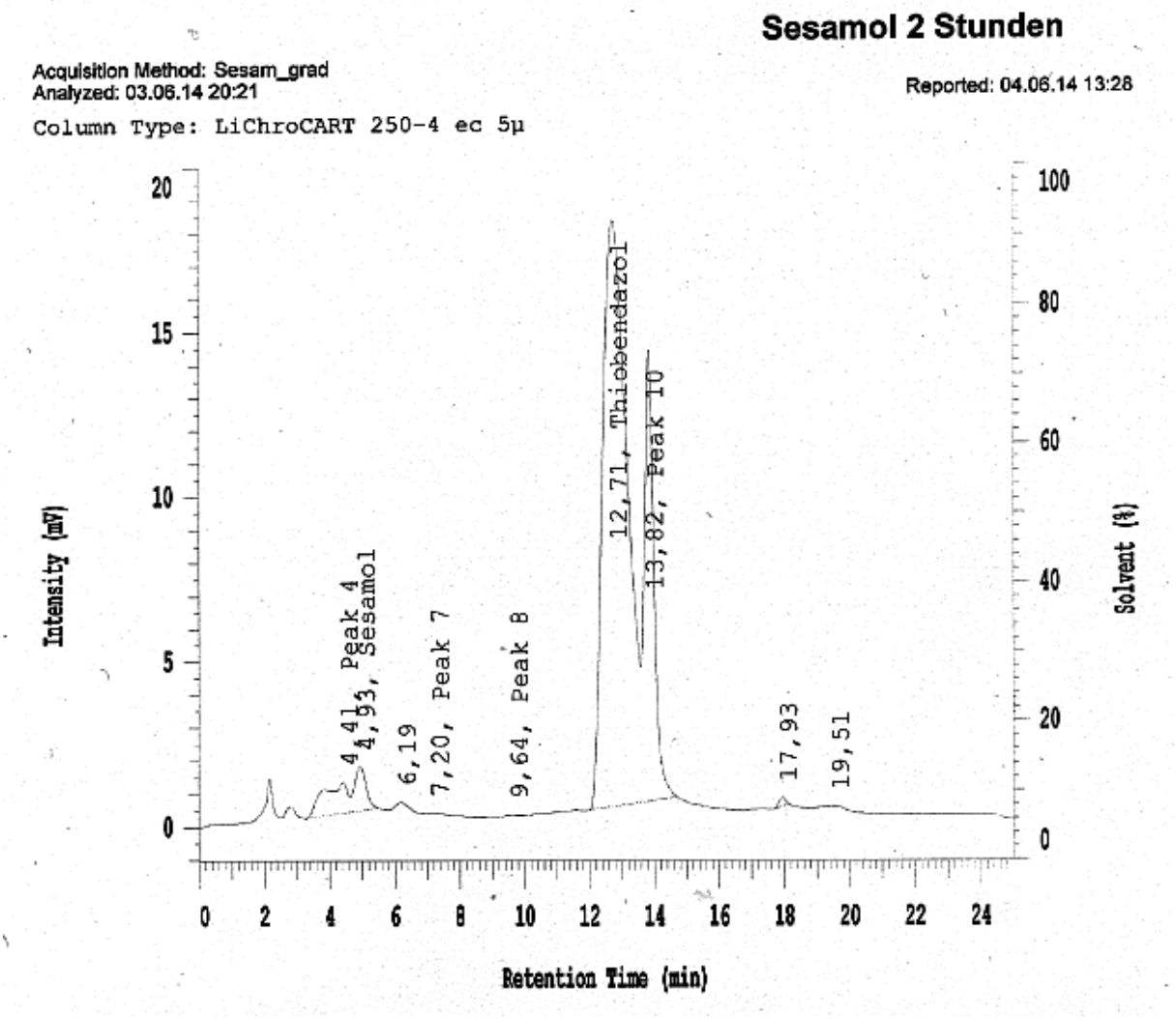

Abbildung 10: Chromatogramm einer Sesamprobe des Vorversuches

6.4 Erhitzungsversuche mit schwarzem Sesam

Als Einflussfaktoren auf die Bildung von Sesamol bei den Erhitzungsversuchen gelten zwei Parameter: die Erhitzungsdauer und die Temperatur, mit der erhitzt wird. Um nun feststellen zu können, welcher der beiden Faktoren einen signifikanten Einfluss auf die Sesamolbildung hat, wurde zunächst ein Test auf Normalverteilung nach Kolmogorov Smirnov durchgeführt, bei dem getestet wurde, ob die Werte der Sesamolkonzentrationen normalverteilt vorliegen. Bei diesem Test wurde ein p-Wert von p=0 errechnet. Es liegt also keine Normalverteilung der Sesamolkonzentrationen vor. Damit ist eine der Voraussetzungen für eine Varianzanalyse nicht gegeben und es wurde stattdessen der Test nach Kruskal Wallis gemacht. Dabei wurde einerseits die Bildung von Sesamol abhängig von der Erhitzungsdauer und andrerseits abhängig von der Temperatur untersucht.

6.4.1 Einfluss der Erhitzungstemperatur auf die Sesamolkonzentration

Hier wurde ein Test nach Kruskal Wallis durchgeführt bei dem die Erhitzungstemperatur als Faktor und die Sesamolkonzentration als abhängige Variable über alle Messergebnisse für die einzelnen Temperaturstufen über sämtliche Erhitzungsdauern betrachtet wurde. Die Tabelle 13 gibt einen Überblick. Der p-Wert nach dem Kruskal Wallis Test ergab p= 0. Der Einfluss von der Erhitzungstemperatur auf die Sesamolkonzentration ist somit hochsignifikant. Die Tabelle 13 zeigt, dass sich die Sesamolkonzentrationen bei den einzelnen Erhitzungstemperaturen voneinander signifikant unterscheiden. In dieser und den folgenden Tabellen bedeuten die unterschiedlichen Buchstaben bei den Standardabweichungen signifikante Unterschiede der einzelnen Gruppen voneinander. Einzige Ausnahme bildet hier die Erhitzung bei 240°C. Eine Erhitzung bei dieser Temperatur macht keinen signifikanten Unterschied zu einer Erhitzung bei 220°C aus.

Tabelle 13: Einfluss der Erhitzungstemperatur auf die Sesamolkonzentration

Erhitzungstemperatur [°C]	Probenanzahl n	Sesamolkonzentration ± STABW	p-Wert nach Kruskal- Wallis
160	72	0,04 ± 0,06[a]	0,000
180	72	0,20 ± 0,14[b]	
200	72	0,74 ±0,45[c]	
220	69	1,04 ± 0,41[d]	
240	72	0,99 ± 0,31[d]	

6.4.2 Einfluss von der Erhitzungsdauer auf die Sesamolkonzentration

Der hier angestellte Kruskal Wallis Test bei der die Erhitzungsdauer als Faktor und die Sesamolkonzentration als abhängige Variable über alle Messergebnisse für die einzelnen Erhitzungszeiten über sämtliche Erhitzungstemperaturen betrachtet wurde, ergab einen p-Wert kleiner als das Signifikanzniveau von α=0,05. Die Ergebnisse zeigt Tabelle 14. Da der Wert kleiner ist als 0,05, ist hier ein hochsignifikanter Einfluss in der Erhitzungsdauer auf die Sesamolkonzentration zu sehen. Nicht signifikant fällt der Unterschied zwischen den ersten drei Erhitzungszeiten – also 15, 30 und 60 Minuten aus. Erst der Unterschied zu Erhitzungszeiten ab 120 Minuten macht einen signifikanten Unterschied, wobei auch hier keine signifi-

kanten Unterschiede zwischen den Erhitzungszeiten 120, 180 und 240 Minuten untereinander zu beobachten sind.

Tabelle 14: Einfluss der Erhitzungsdauer auf die Sesamolkonzentration

Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Sesamolkonzentration ± STABW	P-Wert nach Kruskal-Wallis
15	58	0,45 ± 0,52[a]	0,000
30	60	0,47 ± 0,51[ab]	
60	59	0,45 ± 0,34[a]	
120	60	0,65 ± 0,51[bc]	
180	60	0,80 ± 0,54[c]	
240	60	0,76 ± 0,53[c]	

6.4.3 Erhitzungsversuch bei 160°C

Abbildung 11 und 12 sowie die Tabelle 15 zeigen die Entwicklung des Sesamolgehaltes bei einem Erhitzungsversuch mit 160°C. Die Sesamolbildung ist bei dieser niedrigen Temperatur erst ab einer Erhitzungsdauer von 180 Minuten zu beobachten. Auch nach einer Erhitzung bei dieser Temperatur bleibt der Sesamolgehalt mit weniger als 0,3 mg/g Sesamsamen sehr niedrig. Abbildung 12 verdeutlicht die starke Streuung der 240 Minuten lang erhitzten Proben. Zwischen den höchsten und den niedrigsten Werten liegt der Faktor zwei. Die Erhitzungen bei 15, 30, 60 und 120 bilden nach Auswertung eines Multiple Range Tests untereinander eine homogene Gruppe, sie unterscheiden sich also nicht signifikant. Erst eine 180 Minuten lange Erhitzung bringt einen signifikanten Anstieg in der Sesamolkonzentration. Die längste Erhitzungsdauer- 240 Minuten - führt nochmals zu einem signifikanten Anstieg in der Sesamolkonzentration.

Tabelle 15: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 160°C Erhitzung

Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Sesamolkonzentration [mg/g Ein-waage Sesamsaat]	p-Wert nach Kruskal-Wallis
15	12	0,00 ± 0,00[a]	0,000
30	12	0,00 ± 0,00[a]	
60	12	0,00 ± 0,00[a]	
120	12	0,00 ± 0,00[a]	
180	12	0,06 ± 0,03[b]	
240	12	0,16 ± 0,06[c]	

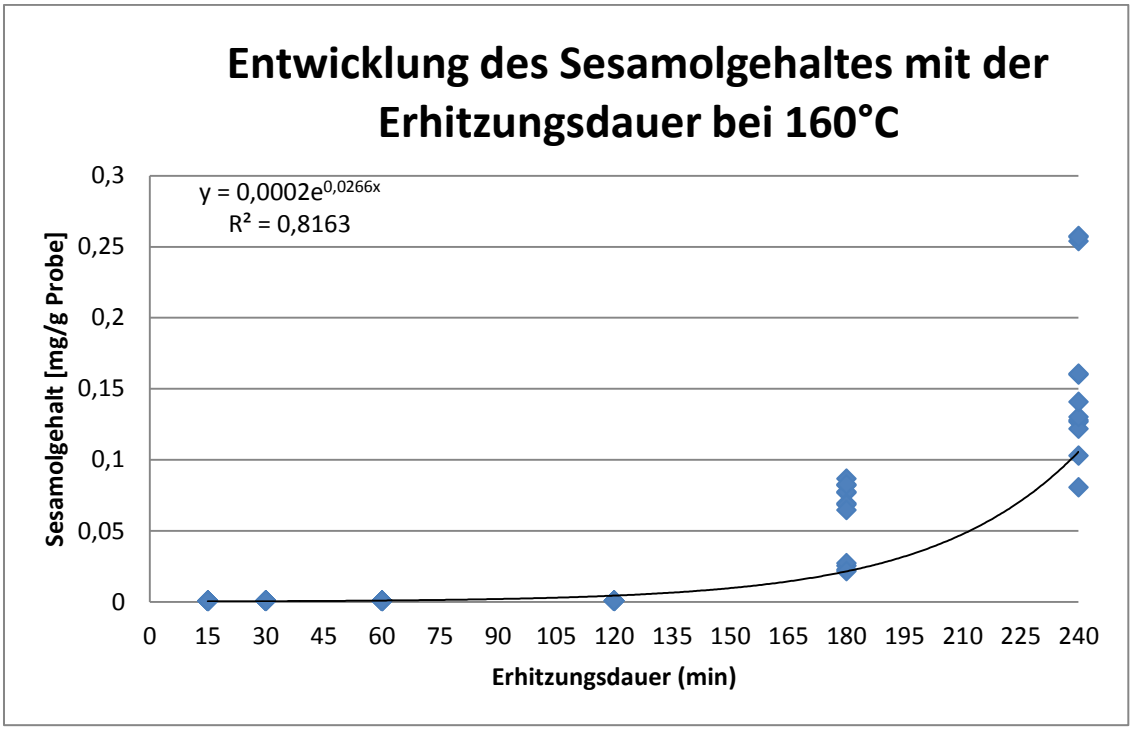

Abbildung 11: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 160°C

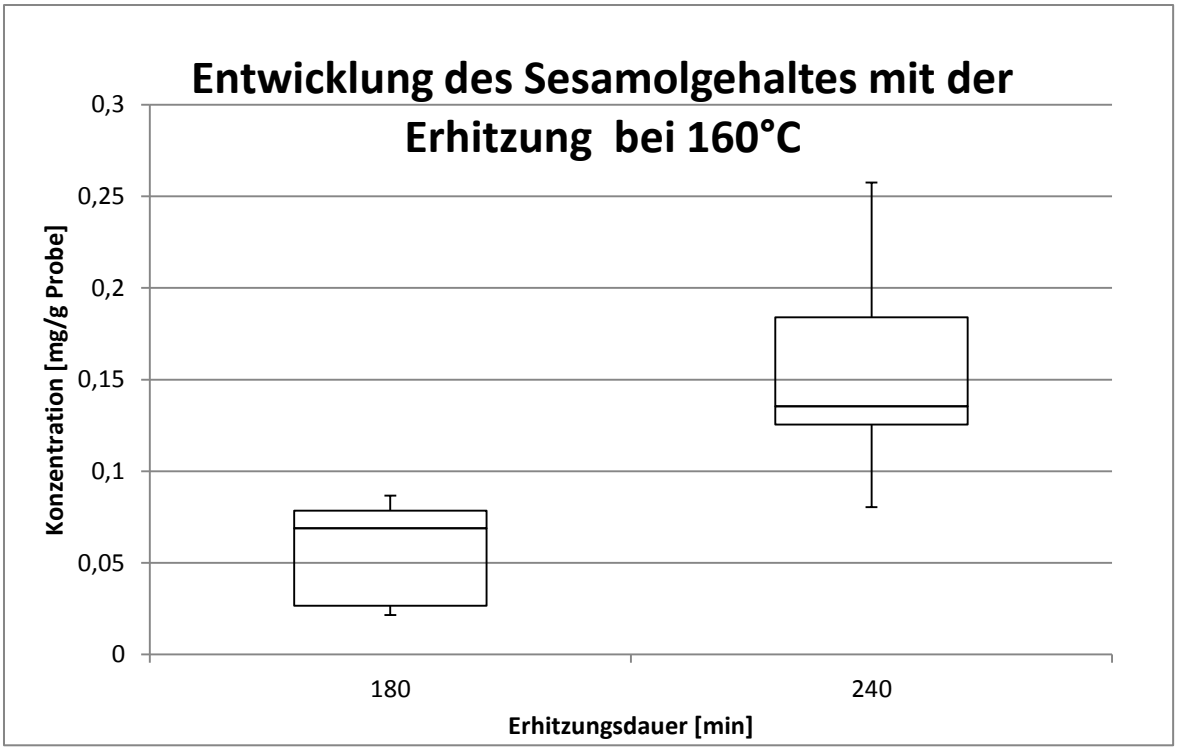

Abbildung 12: Boxplot für die 160°C Erhitzung

6.4.4 Erhitzungsversuch bei 180°C

Die 180°C Erhitzung- dargestellt in Abbildung 13- brachte einen stärkeren Anstieg der Sesamolkonzentration als bei 160°C. Hier wurden maximale Sesamolkonzentrationen von ca. 0,35 mg/g Probe gemessen. Tabelle 16 fasst die Ergebnisse für die Sesamolkonzentration bei einer Erhitzung bei 180°C zusammen. Es besteht kein signifikanter Unterschied zwischen einer 15 Minuten lang erhitzten Probe und einer 30 Minuten erhitzten Probe. Alle in diesem Erhitzungsversuch länger als 30 Minuten andauernden Erhitzungsversuche hatten signifikant höhere Konzentrationen als die 15 und 30 Minuten Erhitzungen. Die 60, 120, 180 und 240 Minuten Erhitzungen ließen sich nicht in homogene Gruppen einteilen- jede längere Erhitzung brachte einen weiteren signifikanten Anstieg in der Sesamolkonzentration.

Tabelle 16: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 180°C

Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Sesamolkonzentration [mg/g Einwaage Sesamsaat]	p-Wert nach Kruskal-Wallis
15	12	0,02 ± 0,00[a]	0,000
30	12	0,04 ± 0,00[a]	
60	12	0,17 ± 0,01[b]	
120	12	0,27 ± 0,02[c]	
180	12	0,34 ± 0,09[d]	
240	12	0,37 ± 0,01[e]	

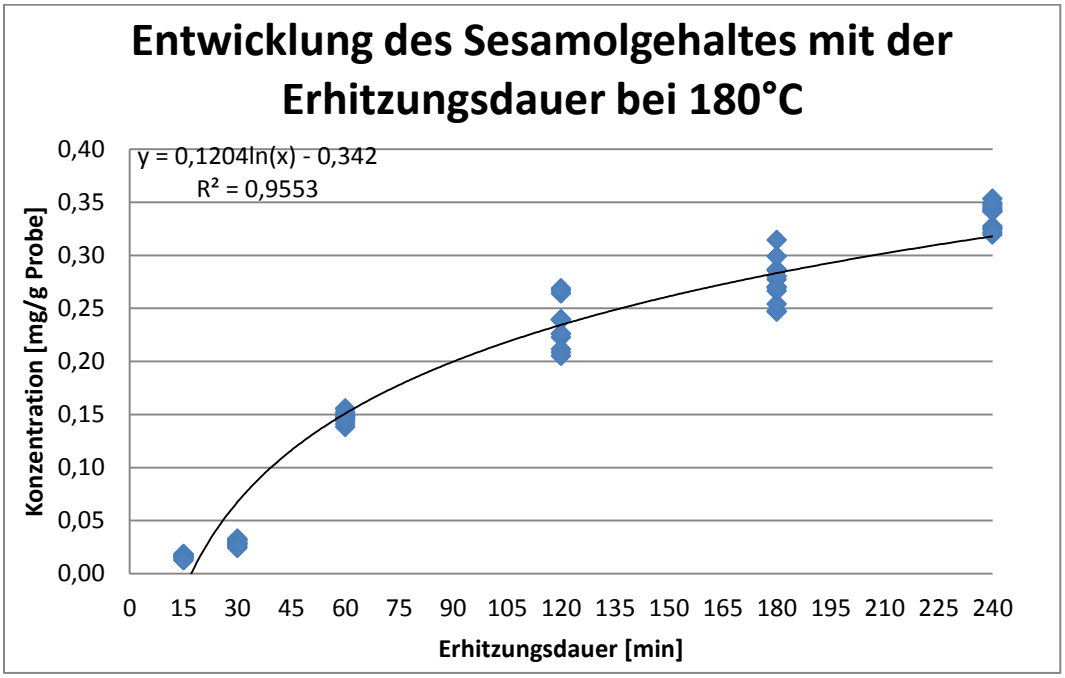

Abbildung 13: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 180°C

6.4.5 Erhitzungsversuch bei 200°C

Die Erhitzung der Sesamsamen auf 200°C- dargestellt in Abbildung 14 und Tabelle 17 - brachte bei nahezu allen Zeiten eine Verdopplung der Sesamolkonzentration gegenüber einer Erhitzung bei 180°C. Auch hier ergab der Multiple Range Test, dass sich keine homogenen Gruppen bilden lassen und jede länger dauernde Erhitzung einen signifikanten Anstieg in der

Sesamolkonzentration bewirkt hat. Einzig eine Verlängerung von 180 auf 240 Minuten machte keinen signifikanten Unterschied der Sesamolkonzentration aus.

Tabelle 17: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 200°C

Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Sesamolkonzentration [mg/g Einwaage Sesamsaat]	p-Wert nach Kruskal Wallis
15	12	0,20 ± 0,02[a]	0,000
30	12	0,33 ± 0,01[b]	
60	12	0,45 ± 0,03[c]	
120	12	0,93 ± 0,14[d]	
180	12	1,30 ± 0,09[e]	
240	12	1,25 ± 0,04[e]	

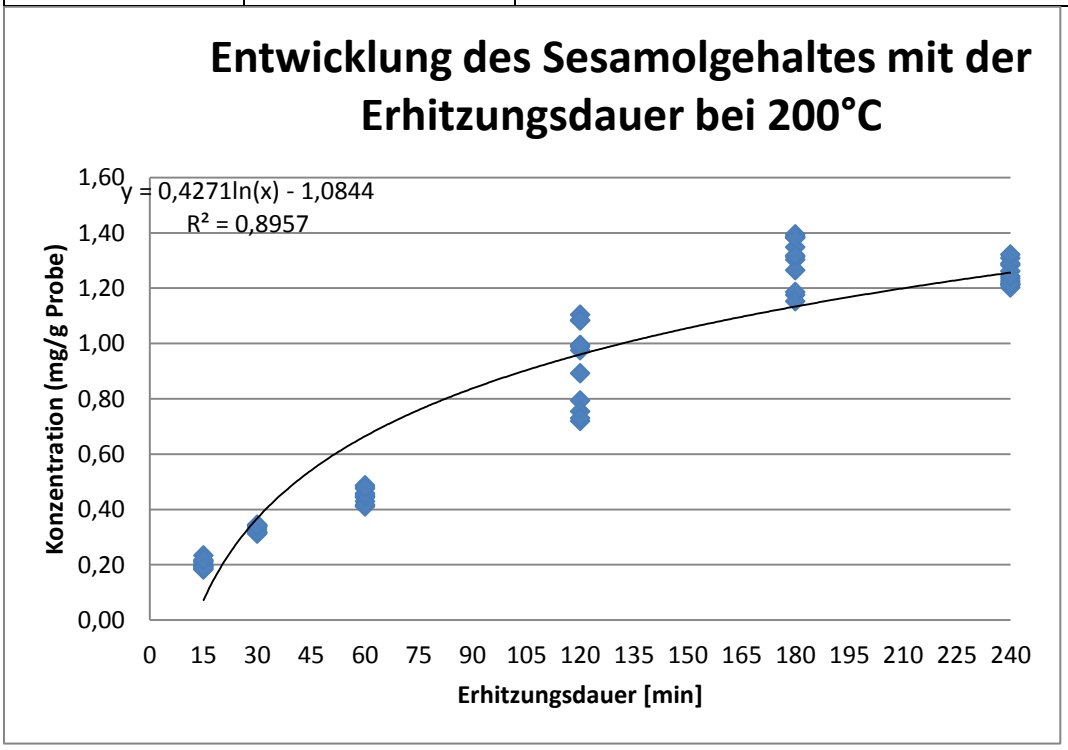

Abbildung 14: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 200°C

6.4.6 Erhitzungsversuch bei 220°C

Die Erhitzung der Sesamsamen bei 220°C entspricht der maximalen thermischen Belastung der Samen wie sie auch bei einem Brotbackprozess von mit Sesam bestreuter Kruste auftreten könnte. Der Kurvenverlauf der Sesamolbildung bei dieser Temperatur wird in Abbildung

15 gezeigt. Hohe Werte für die Sesamolkonzentration treten ab 120 Minuten Erhitzungsdauer ein. Ab dieser Erhitzungsdauer beginnen allerdings die Ergebnisse, die in Tabelle 18 dargestellt sind, stärker zu streuen. Keinen signifikanten Unterschied in der Sesamolkonzentration hat es ausgemacht, ob 15, 30 oder 60 Minuten erhitzt wurde. Erst die Erhitzung für 120 Minuten brachte einen signifikanten Konzentrationsanstieg, der sich aber wiederum von einer 180 Minuten erhitzten Probe nicht signifikant unterscheidet. Es konnte auch kein signifikanter Unterschied in der Sesamolkonzentration 120 Minuten und 240 Minuten erhitzten Proben festgestellt werden.

Tabelle 18: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 220°C

Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Sesamolkonzentration [mg/g Einwaage Sesamsaat]	p-Wert nach Kruskal Wallis
15	10	0,76 ±0,04a	0,000
30	12	0,63 ±0,02[a]	
60	11	0,72 ± 0,06[a]	
120	12	1,33 ± 0,41[cd]	
180	12	1,27 ± 0,32[c]	
240	12	1,47 ± 0,23[d]	

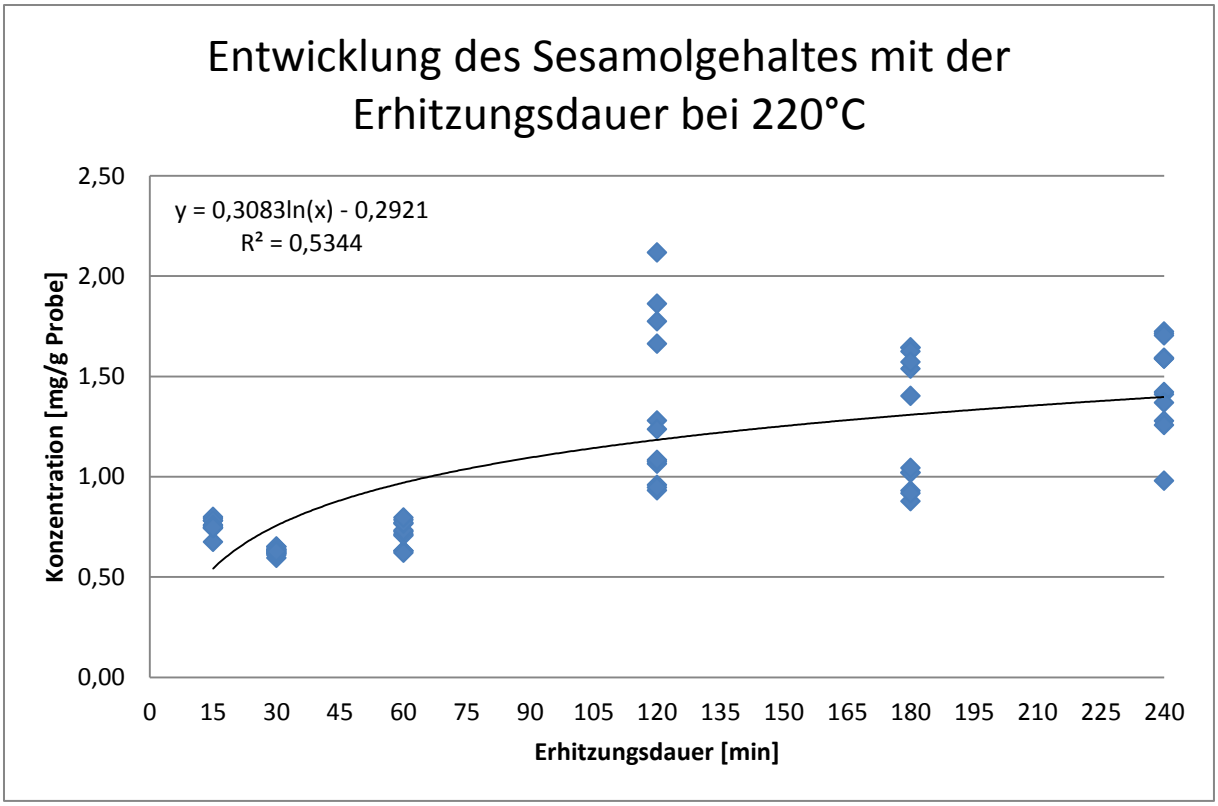

Abbildung 15: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 220°C

6.4.7 Erhitzungsversuch bei 240°C

Der Erhitzungsversuch bei 240°C- siehe Abbildung 16, 17 und Tabelle 19- zeigt, dass die Sesamolbildung bei dieser Temperatur bei nur kurzer Temperatureinwirkung am größten ist. Proben die länger als 30 Minuten erhitzt wurden, haben einen niedrigeren Sesamolgehalt als kürzer erhitzte Proben. Bei diesen Temperaturen entstehen auch sehr unangenehme Gerüche, die eine Erhitzung bei derart hohen Temperaturen nicht als vorteilhaft erscheinen lässt. Der Geruch wurde vor allem bei der Probenzerkleinerung am darauffolgenden Tag noch penetranter. Auch hier sind die Streuungen vor allem bei den länger erhitzten Proben hoch. Hier zeigte der Multiple Range Test, dass keine signifikanten Unterschiede zwischen einer 15 und einer 30 Minuten erhitzten Probe in der Sesamolkonzentration bestehen. Erst durch länger andauernde Erhitzungszeiten als 30 Minuten sank die Sesamolkonzentration signifikant. Die einzelnen Erhitzungszeiten 60, 120, 180 und 240 Minuten ließen sich nicht in homogene Gruppen einteilen. Jeder längerer Erhitzungsschritt führte also zu einem weiteren Absinken in der Sesamolkonzentration. Hier ist offenbar bereits eine Abbaureaktion zu beobachten.

Tabelle 19: Ergebnisse Sesamolkonzentration bei 240°C

Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Sesamolkonzentration [mg/g Einwaage Sesamsaat]	p-Wert nach Kruskal Wallis
15	12	1,32 ± 0,03[a]	0,000
30	12	1,37 ± 0,07[a]	
60	12	0,92 ± 0,08[b]	
120	12	0,72 ± 0,11[c]	
180	12	1,06 ± 0,09[d]	
240	12	0,54 ± 0,10[e]	

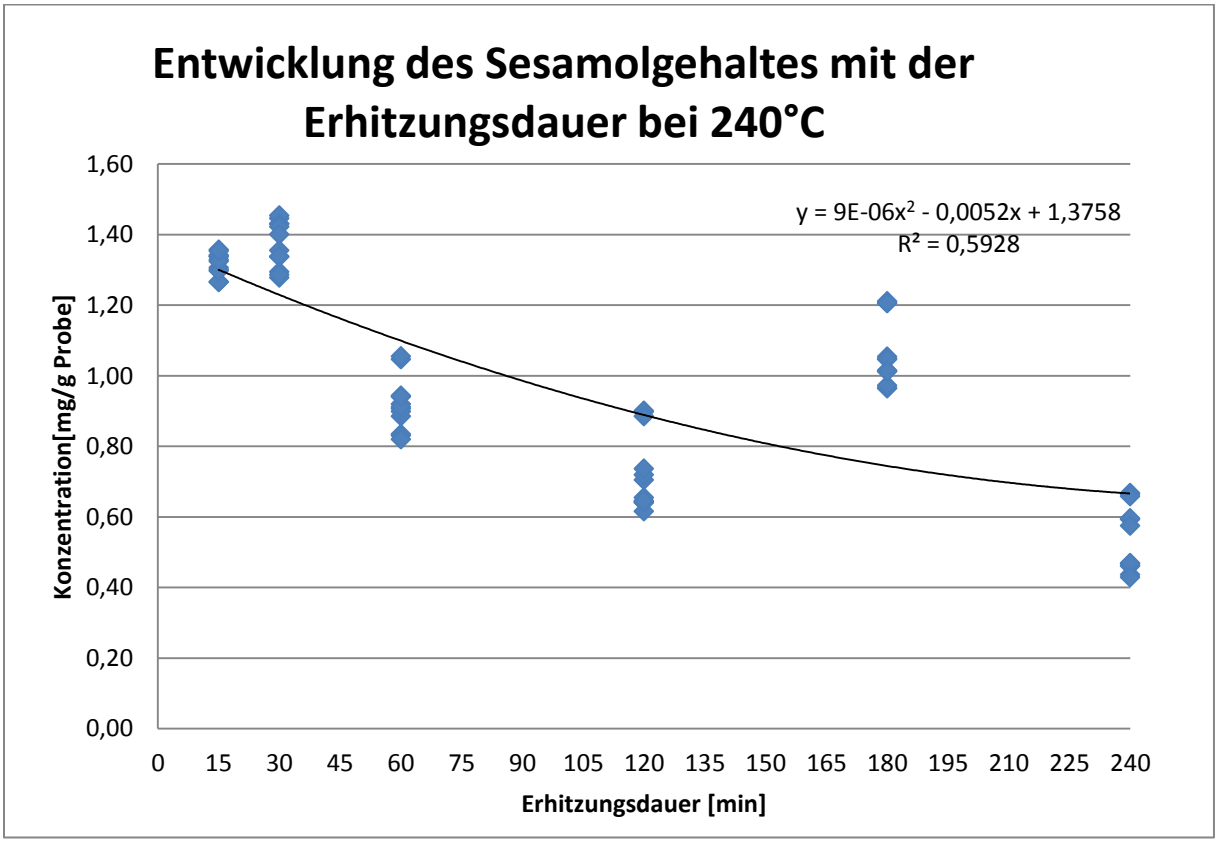

Abbildung 16: Diagramm über die Entwicklung des Sesamolgehaltes mit der Erhitzungsdauer bei einer Temperatur von 240°C

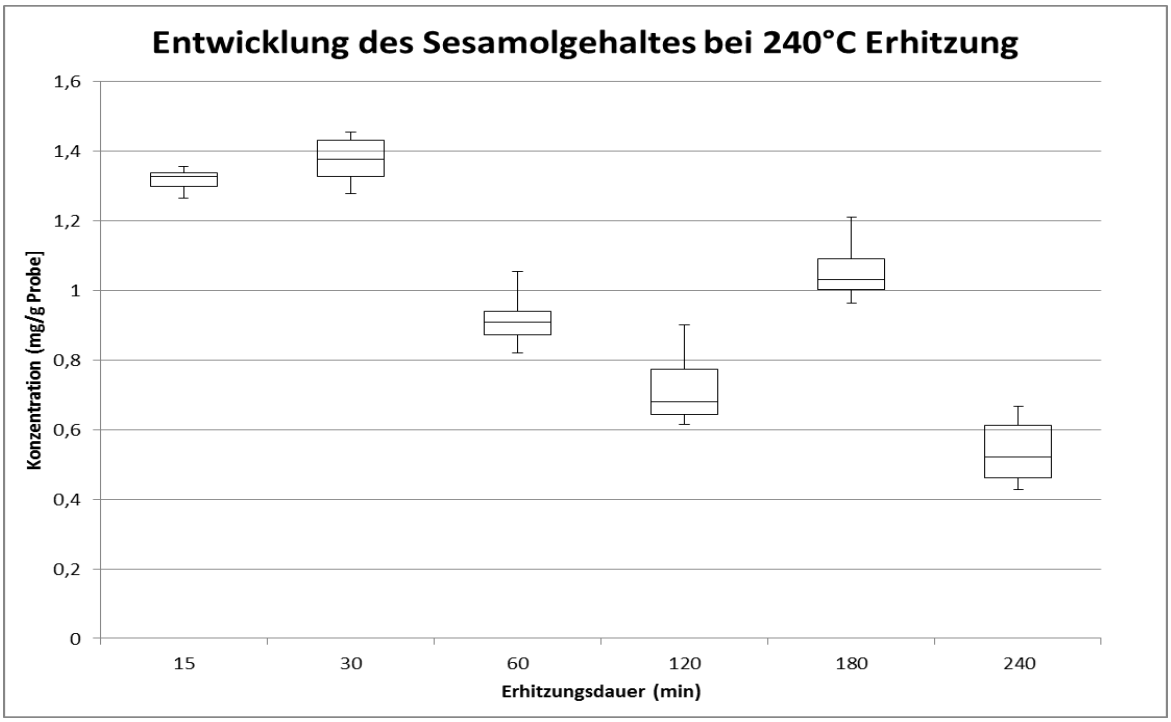

Abbildung 17: Boxplot einer 240°C erhitzten Probe

6.4.8 Erhitzungsversuche mit schwarzem und gekauftem weißem Sesam

Zur statistischen Auswertung der in Tabelle 20 zusammengefassten Ergebnisse für den Vergleich der beiden Sesamsorten, wurde ein t-Test für den Vergleich zweier Mittelwerte durchgeführt. Dies war möglich da die Messergebnisse normalverteilt waren und auch der p-Wert des F-Testes zum Vergleich der Standardabweichungen mit p=0,051 geringfügig größer als 0,05 war. Damit stand fest, dass keine statistisch signifikanten Unterschiede der Varianzen der Stichproben bestehen und von einer Varianzhomogenität ausgegangen werden kann. Da die beiden Voraussetzungen des t-Testes der Normalverteilung der Werte und der Varianzhomogenität gegeben war konnte der t-Test durchgeführt werden. Die Nullhypothese des t-Testes lautete: Mittlere Sesamolkonzentration schwarzer Sesamsamen = Mittlere Sesamolkonzentration weißer Sesamsamen. Ausgehend von dem berechneten p-Wert-p=0,311 - konnte die Nullhypothese nicht abgelehnt werden. Es besteht also mit 95 % Wahrscheinlichkeit keine statistisch gesicherte Differenz zwischen den Mittelwerten.

Tabelle 20: Ergebnisse des Vergleiches Sesamolkonzentration schwarze vs. weiße Sesamsamen

	Weiße Sesamsamen	Schwarze Sesamsamen	p-Wert des t-Testes
Probenanzahl n	12	12	0,311
Sesamolkonzentration ± STABW [mg/ g Sesamsaat]	0,55 ± 0,06	0,52 ± 0,10	

6.4.9 Erhitzungsversuche mit Chiasamen der Firma Ströck

Zum Abschluss wurden Chiasamen untersucht. Wie die Abbildung 18 zeigt, ist allerdings kein Sesamolpeak im Chromatogramm bei einer Retentionszeit von ca. 4,80 Minuten zu sehen. Das bedeutet, dass in dem Methanolextrakt der Probe kein Sesamol nachgewiesen werden konnte. Der Grund hierfür ist darin zu suchen, dass die Samen der Chiapflanze, (*Salvia Hispanica*) einem Lippenblütler, kein Sesamol enthalten.

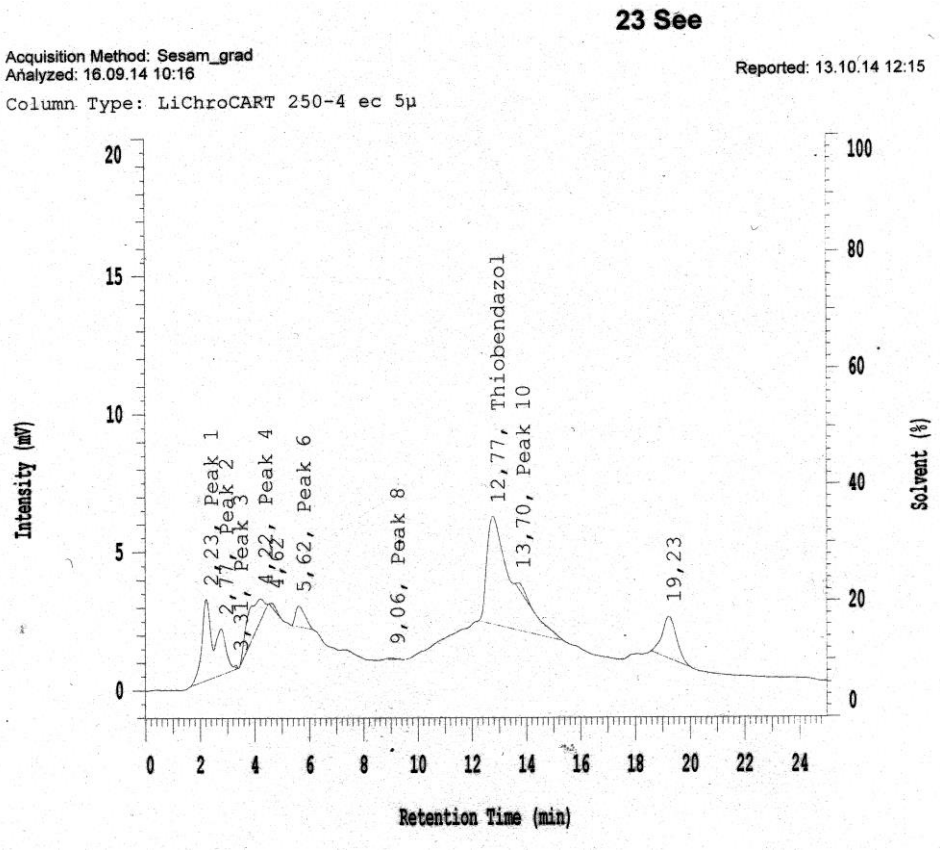

Abbildung 18: Chromatogramm einer HPLC Analyse von Chiasamen

6.5 Sensorische Beurteilung der schwarzen Sesamsamen

Während die rohen Proben von schwarzem Sesam nach der Zerkleinerung einen grauen Farbton hatten, ging die Farbe durch die Röstvorgänge immer mehr ins Braun-Schwarz. Das typische Sesamaroma und der typische Sesamgeschmack entstehen erst durch Erhitzen (KIM, 2001). Abhängig von Dauer und Erhitzungstemperatur begann sich auch Öl bei der Zerkleinerung abzuscheiden. Die rohen Sesamsamen waren quasi geruchsneutral, die erhitzten rochen ab 200°C leicht säuerlich. Eine vier Stunden bei 220°C erhitzte Probe hatte einen penetranten Geruch, der als unangenehm stinkend eingestuft wurde. Bei den 240°C Proben war die thermische Belastung am größten, was sich allein schon zeigte als die Deckel nach der Erhitzung kurz aufgemacht wurden und Rauch entwich. Diese Proben waren verbrannt. Die Abbildungen 19-21 zeigen die farblichen Veränderungen durch die Erhitzungsprozesse und dass das Abscheiden des Öls bei zunehmendem Temperatureinfluss erfolgt. Eine Erhitzung bei 200°C für zwei Stunden erschien noch als günstig, um nicht zu große negative Veränderungen des Geruches und der Appetitlichkeit durch den Erhitzungsvorgang zu bewirken.

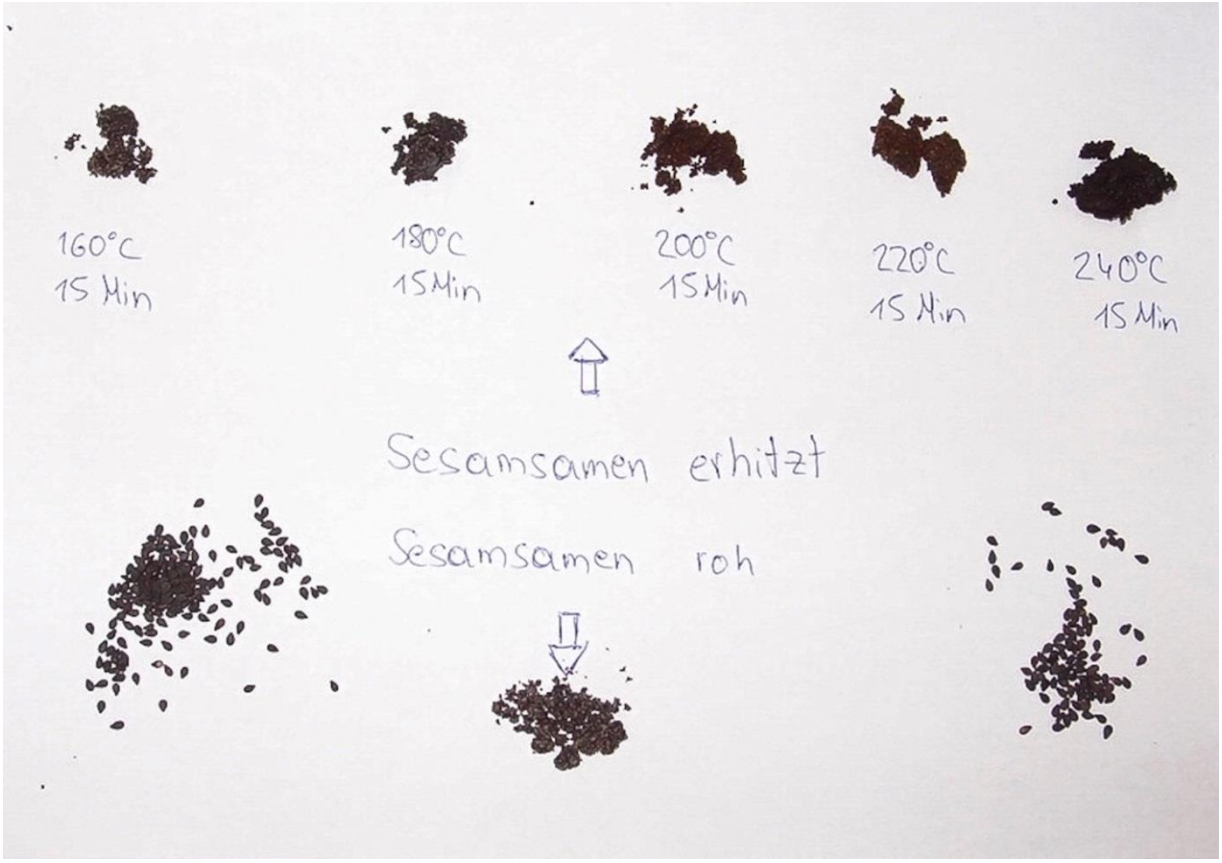

Abbildung 19: Sesamsamen roh und 15 Minuten erhitzt und mit der Kaffeemühle zerkleinert

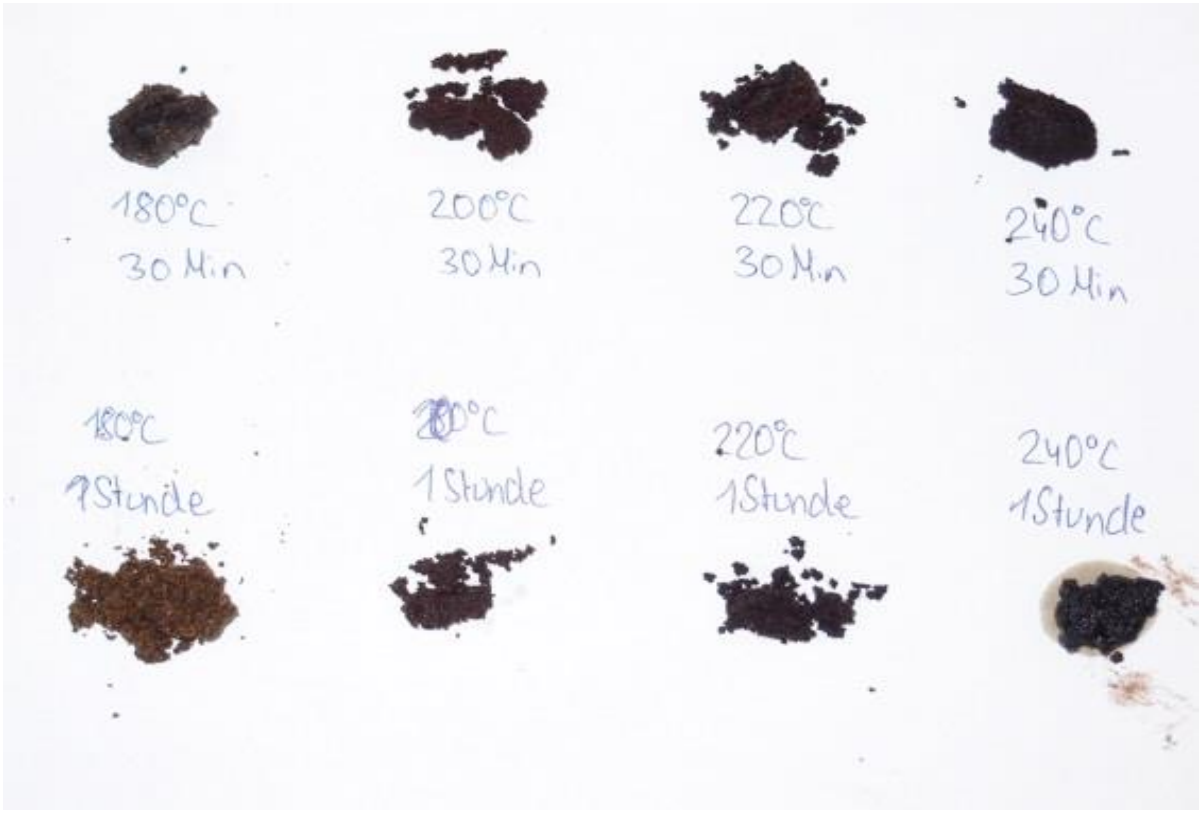

Abbildung 20: Sesamsamen 30 Minuten -1 Stunde erhitzt und mit der Kaffeemühle zerkleinert

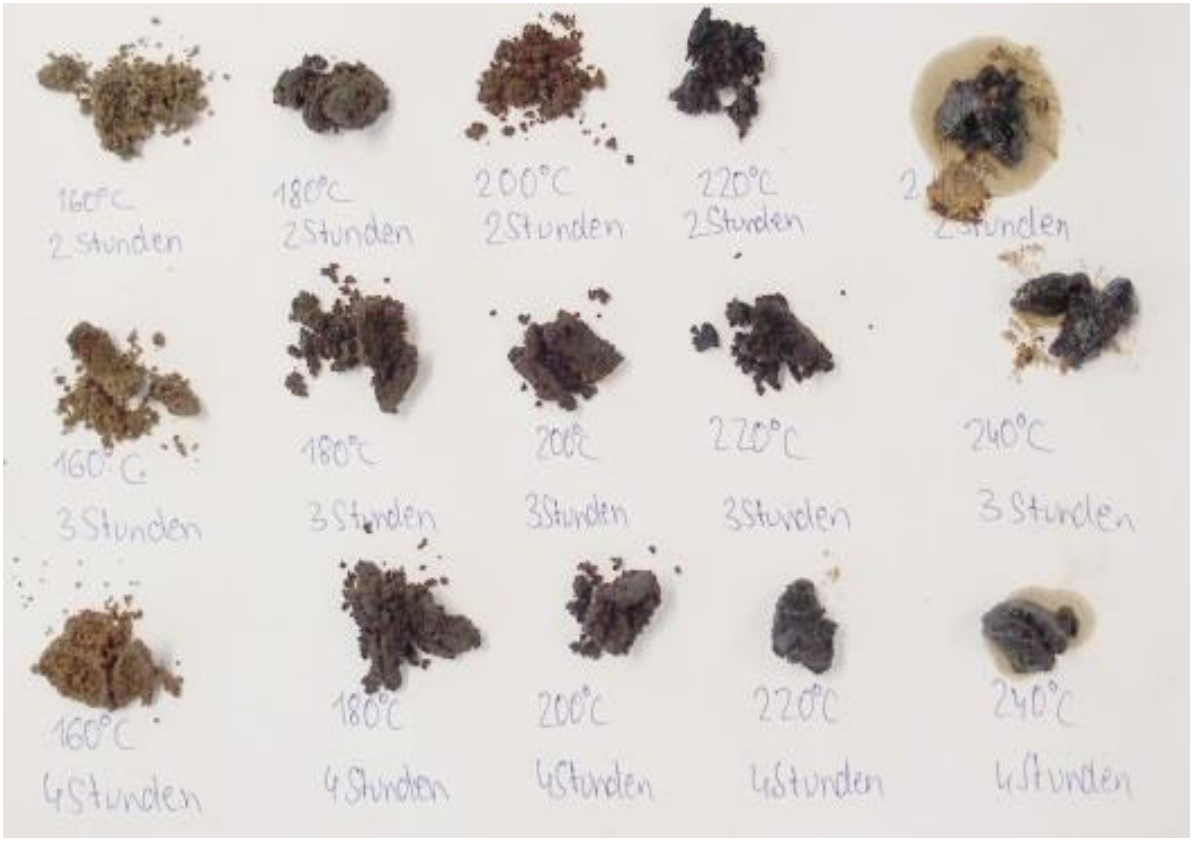

Abbildung 21: Sesamsamen 2-4 Stunden erhitzt und mit der Kaffeemühle zerkleinert

6.6 Bestimmung des antioxidativen Potentials

Um einen Zusammenhang feststellen zu können, ob auch das antioxidative Potential von den Faktoren Temperatur oder Erhitzungsdauer der Sesamsamen abhängig ist, sollte eine Varianzanalyse durchgeführt werden bei der einerseits die Erhitzungsdauer und andererseits die Erhitzungstemperatur als feststehender Faktor in Abhängigkeit von Troloxäqivalenten gemessen wurde. Als Messwerte wurden hier die Troloxäquivalente der Proben der Erhitzungsversuche aus 6.4.3-6.4.7 genommen. Zunächst wurde abermals mit dem Test nach Kolmogorov Smirnov geprüft, ob die Werte der Troloxäquivalente einer Normalverteilung folgen. Der Kolmogorov-Smirnov Test ergab einen p-Wert von p=0,003. Da dieser Wert das Signifikanzniveau α=0,05 nicht übersteigt, kann nicht von einer Normalverteilung der Werte ausgegangen werden. Eine Durchführung der einfaktoriellen Varianzanalyse ist unter diesen Umständen nicht möglich und daher konnten auch hier nur Kruskal Wallis Tests durchgeführt werden.

6.6.1 Einfluss der Erhitzungsdauer auf die Troloxäquivalentkonzentration

Zunächst wurde untersucht ob die Erhitzungsdauer einen Einfluss auf die Troloxäquivalente ausübt. Tabelle 21 zeigt die für die Auswertung herangezogenen Ergebnisse. Da der p-Wert von p= 0,990 größer ist als α=0,05, kann davon ausgegangen werden, dass kein statistisch signifikanter Unterschied auf einem Konfidenzniveau von 95 % zwischen einem Mittelwert der Trolox-äquivalenten Konzentration einer Zeit auf die nächste besteht. Die Erhitzungsdauer über alle Erhitzungstemperaturen betrachtet, hatte also keinen Einfluss auf das antioxidative Potential. Allerdings hatte bei einigen erhitzten Sesamproben die Erhitzungsdauer einen Einfluss wie zum Beispiel unter Pkt. 6.6.1 beschrieben.

Tabelle 21: Einfluss der Erhitzungsdauer auf die Troloxäquivalentkonzentration bei allen Erhitzungstemperaturen

Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal Wallis
15	19	3,86 ± 1,34	0,987
30	20	4,01 ± 1,71	
60	20	4,18 ± 1,83	
120	18	3,90 ± 1,62	
180	20	4,30 ± 2,02	
240	19	4,06 ± 1,95	

6.6.2 Einfluss der Erhitzungstemperatur auf die Troloxäquivalentkonzentration

Der Kruskal –Wallis Test, der durchgeführt wurde, um zu prüfen, ob die Erhitzungstemperatur einen Einfluss auf die Trolox-äquivalenten Konzentrationen ausübt, ergab einen p-Wert von p=0 –siehe Tabelle 22. Somit muss die Nullhypothese, dass die Erhitzungstemperatur keinen Einfluss auf die Troloxäquivalente ausübt verworfen werden. Der Multiple Range Test für diese Ergebnisse zeigt, dass sich die Messergebnisse in keine homogenen Gruppen zusammenfassen lassen und dass statistisch signifikante Unterschiede zwischen allen Temperaturen bestehen. Die Erhitzungstemperatur übt also einen großen Einfluss auf das antioxidative Potential aus.

Tabelle 22: Einfluss der Erhitzungstemperatur auf die Troloxäquivalentkonzentration bei allen Erhitzungszeiten

Erhitzungstemperatur [°C]	Probenanzahl n	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal-Wallis
160	24	2,70 ± 0,50[a]	0,000
180	24	2,02 ± 0,33[b]	
200	23	5,10 ± 1,17[c]	
220	22	4,36 ± 0,46[d]	
240	23	6,33 ± 0,89[e]	

6.6.3 Ergebnisse der Messungen des antioxidativen Potentials roher Sesamsamen

Tabelle 23 zeigt das grundsätzlich vorhandene antioxidative Potential von rohen schwarzen Sesamsamen.

Tabelle 23: Antioxidatives Potential von rohen Sesamsamen

Probe	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam]
1.Extrakt	1,94
2.Extrakt	2,04
3.Extrakt	2,89

6.6.4 Ergebnisse für das AOP bei auf 160°C erhitzten schwarzen Sesamproben

Die Tabelle 24 und Abbildung 22 geben einen Überblick über das antioxidative Potential bei auf 160°C erhitzten Proben. Die Erhitzungszeiten 15, 30 und 60 Minuten bildeten homogene

Gruppen bei denen signifikant höhere Troloxäquivalentkonnzentrationen nachgewiesen werden konnten als bei den ebenso in Gruppen zusammenfassbaren Erhitzungszeiten 120, 180 und 240 Minuten. Der p-Wert für diese Erhitzungstemperatur besagt, dass entgegen der Betrachtung über alle Messwerte in Pkt. 6.6.1 die Erhitzungsdauer bei 160°C einen Einfluss auf das Ergebnis der Trolox- äquivalenten Konzentration ausgeübt hat. Die Werte für die Trolox-Äquivalentkonzentrationen liegen geringfügig über denen der nicht erhitzten Samen.

Tabelle 24: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 160°C

Temperatur [°C]	Probenanzahl n	Erhitzungsdauer [min]	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal Wallis
160°C	4	15	3,09± 0,42 ^{ab}	0,004
160°C	4	30	3,34 ± 0,07^{b}	
160°C	4	60	2,75± 0,24^{bc}	
160°C	4	120	2,42 ± 0,32^{cd}	
160°C	4	180	2,47 ± 0,25^{cd}	
160°C	4	240	2,16± 0,42^{d}	

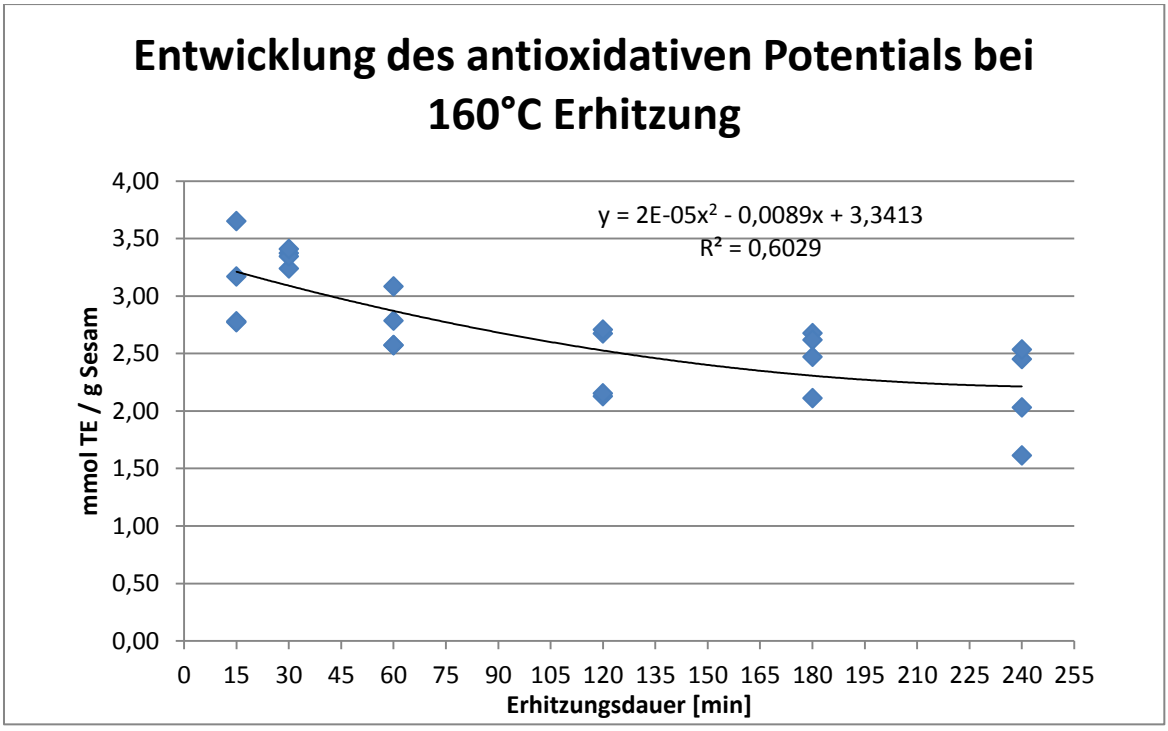

Abbildung 22: Antioxidatives Potential bei 160°C erhitztem Sesam

6.6.5 Ergebnisse für das AOP bei auf 180°C erhitzten schwarzen Sesamproben

Die Abbildung 23 und Tabelle 25 zeigen den Verlauf für das antioxidative Potential einer bei 180°C erhitzten Probe. Der Kruskal Wallis Test mit dem p-Wert von p= 0,861 sagt aus, dass bei dieser Temperatur keine signifikanten Unterschiede bei den Trolox- Äquivalenten Konzentrationen zwischen den unterschiedlichen Erhitzungszeiten bestehen. Eine Erhöhung des antioxidativen Potentials gegenüber den auf 160°C erhitzten Samen und auch gegenüber den nicht erhitzten Samen ist nicht feststellbar.

Tabelle 25: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 180°C

Temperatur [°C]	Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal Wallis
180°C	15	4	2,00 ± 0,39	0,934
180°C	30	4	1,96 ± 0,26	
180°C	60	4	2,18 ± 0,42	
180°C	120	4	1,97 ± 0,36	
180°C	180	4	2,02 ± 0,38	
180°C	240	4	2,01 ± 0,36	

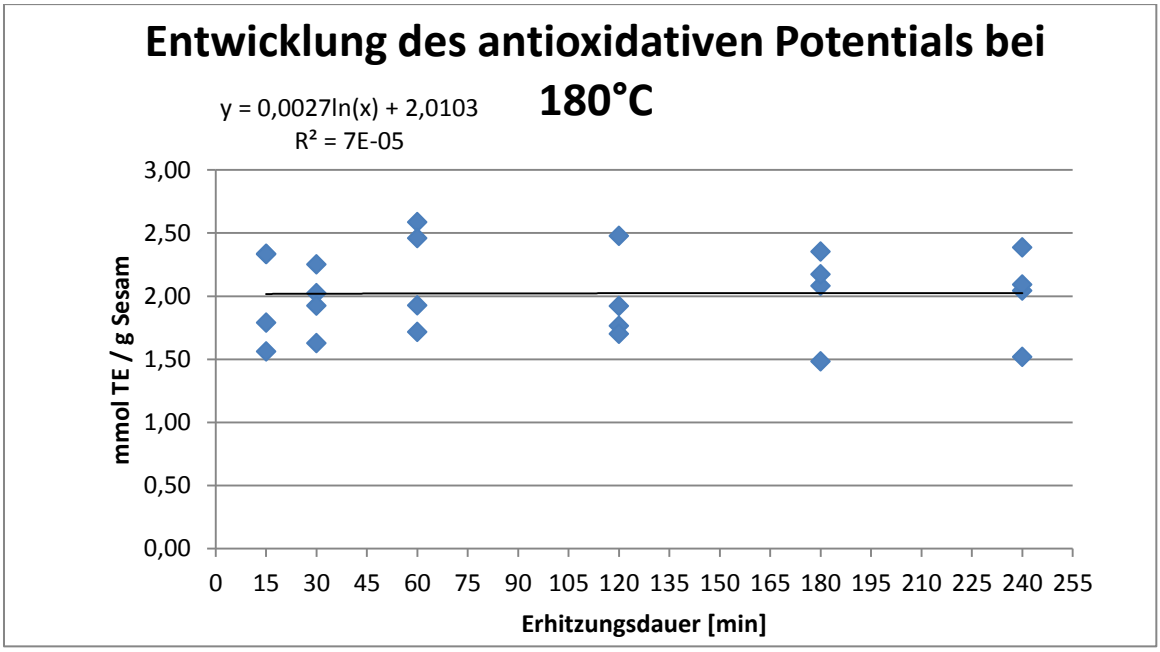

Abbildung 23: Antioxidatives Potential von 180°C erhitztem Sesam

6.6.6 Ergebnisse für das AOP bei auf 200°C erhitzten schwarzen Sesamproben

Die Ergebnisse für das antioxidative Potential – dargestellt in Abbildung 24 und Tabelle 26- belegen auch bei einer Erhitzungstemperatur von 200°C, dass sich die Trolox-Äquivalente bis zu einer Erhitzungsdauer von 120 Minuten untereinander in eine homogene Reihe ordnen lassen. Es besteht lediglich ein Unterschied zu der homogenen Gruppe durch Proben, die für 180 oder 240 Minuten erhitzt wurden. Diese besitzen signifikant höhere Trolox-äquivalent Konzentrationen. Die Troloxäquivalentkonzentrationen in Tabelle 27 stellen Mittelwerte über alle nach Pkt. 5.4.1 gemessenen Erhitzungszeiten bei 180°C und 200°C dar. Anhand der Tabelle 27 wird gezeigt, dass die Erhitzung auf 200°C eine signifikante Steigerung des antioxidativen Potentials um das zweieinhalbfache gegenüber der Temperaturstufe 180°C gemessen über alle Erhitzungszeiten bringt.

Tabelle 26: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 200°C

Temperatur [°C]	Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal Wallis
200°C	15	3	4,10± 0,18[a]	0,002
200°C	30	4	3,97 ± 0,37[a]	
200°C	60	4	4,70 ± 0,43[a]	
200°C	120	4	4,65 ± 0,47[a]	
200°C	180	4	6,37 ± 1,01[b]	
200°C	240	4	5,10 ± 1,17[b]	

Tabelle 27: Vergleich des AOP zwischen 180°C und 200°C

Erhitzungstemperatur [°C]	Probenanzahl n	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal- Wallis
180	24	2,02 ± 0,33	0,000
200	23	5,10 ± 1,17	

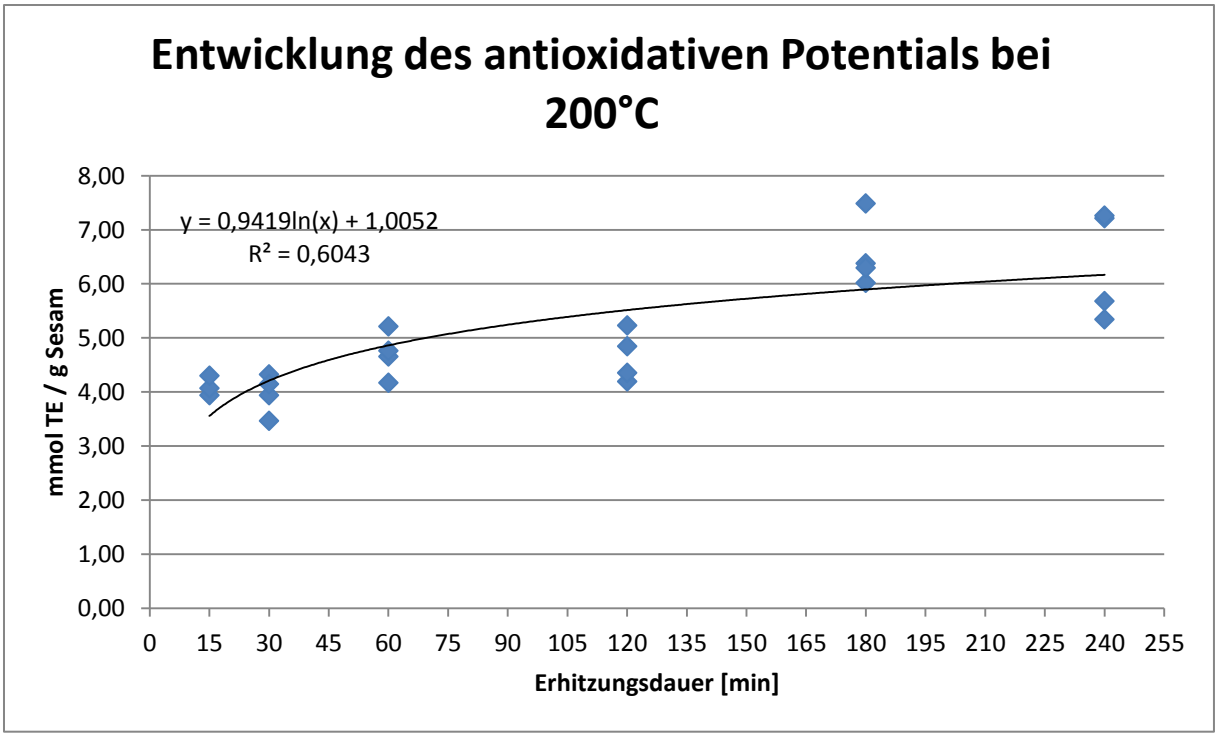

Abbildung 24: Antioxidatives Potential von 200°C erhitztem Sesam

6.6.7 Ergebnisse für das AOP bei auf 220°C erhitzten schwarzen Sesamproben

Die Ergebnisse der Trolox-Äquivalentkonzentrationen sind für das antioxidative Potential von Sesamsamen, die bei 220°C erhitzt wurden – siehe Tabelle 28- sind nach dem p-Wert nach Kruskal Wallis nicht signifikant unterschiedlich. Durch die gemessenen hohen Streuungen fallen die Unterschiede im AOP nur gering aus, was in der Abbildung 25 gut zu sehen ist. Die Tabelle 29 gibt Mittelwerte für die Troloxäquivalentkonzentration gemessen über alle Erhitzungszeiten gemäß Pkt. 5.4.1 bei den Temperaturen 200°C und 220°C an. Sie zeigt, dass trotz einer höheren Temperatur von 220°C im Vergleich zu einer Erhitzung bei 200°C keine Steigerung des antioxidativen Potentials erreicht werden konnte.

Tabelle 28: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 220°C

Temperatur [°C]	Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal Wallis
220°C	15	4	4,58 ± 0,44^{ab}	0,150
220°C	30	4	4,29 ± 0,35^{ab}	
220°C	60	4	4,16 ± 0,39^{a}	
220°C	120	4	4,87 ± 0,56^{b}	
220°C	180	3	4,17 ± 0,20^{a}	
220°C	240	4	4,05 ± 0,46^{a}	

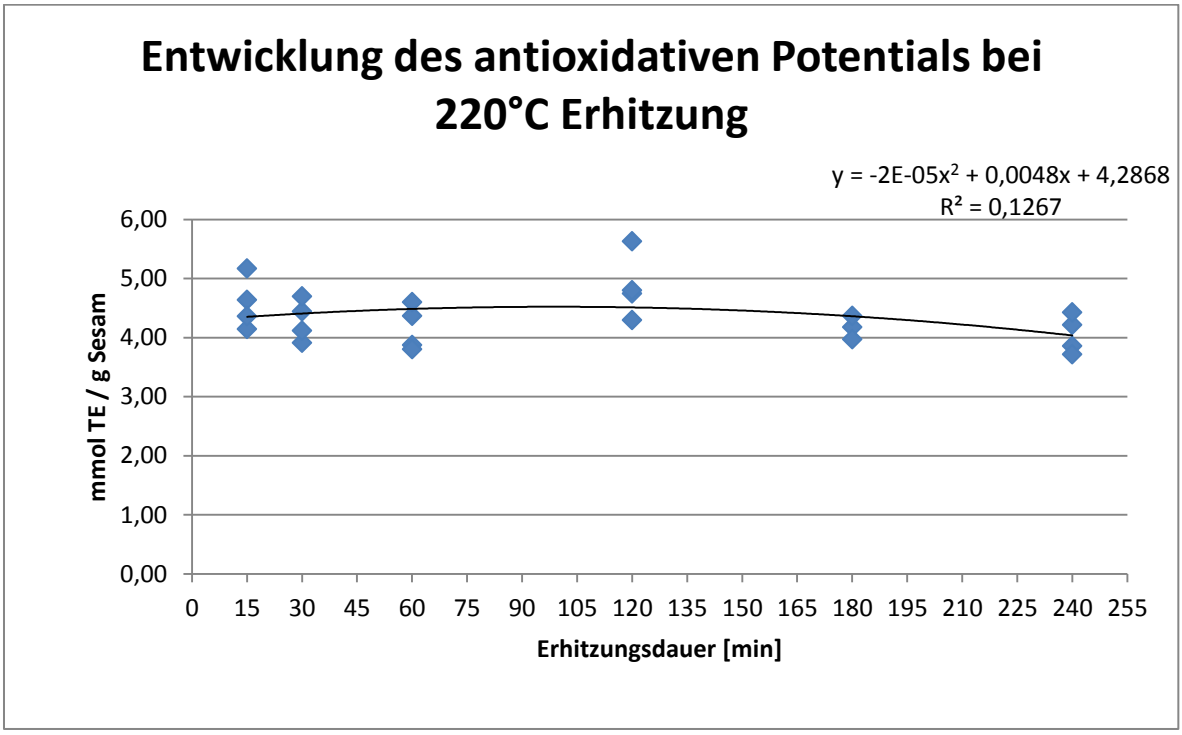

Abbildung 25: Antioxidatives Potential von 220°C erhitztem Sesam

Tabelle 29: Vergleich des AOP zwischen 200°C und 220°C erhitztem Sesam

Erhitzungstemperatur [°C]	Probenanzahl n	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal-Wallis
200	23	5,10 ± 1,17	0,037
220	22	4,36 ± 0,46	

6.6.8 Ergebnisse für das AOP bei auf 240°C erhitzten schwarzen Sesamproben

Die Werte für die Trolox-äquivalente von Sesamsamen, die bei 240°C erhitzt wurden, sind nach dem Ergebnis des Kruskal Wallis Tests nicht für alle Erhitzungszeiten gleich. Dies zeigt sich in der Abbildung 26 und der Tabelle 30. Signifikante Unterschiede bestehen zwischen Erhitzungen 15 und 30, 15 und 60, 30 und 240 sowie 60 und 240 Minuten. Die Kurve der Trolox-Äquivalent-Konzentrationen über der Zeit weist nach Durchschreiten eines Maximums von bis zu 7,3 TE zwischen 30 und 60 Minuten eine sinkende Tendenz auf, woraus auf eintretende Abbaureaktionen geschlossen werden kann. Tabelle 31 zeigt die Troloxäquivalentkonzentrationen von rohen und nach Pkt. 5.4.1 erhitzten Sesamsamen als Mittelwerte über alle gemessenen Erhitzungszeiten. Dabei ist deutlich zu sehen, dass die bei 240°C erhitzten Sesamsamen ein signifikant höheres antioxidatives Potential haben als die alle anderen Erhitzungstemperaturen und ein Anstieg im antioxidativen Potential um Faktor 2,5 gegenüber den rohen Samen erfolgt.

Tabelle 30: Ergebnisse Antioxidatives Potential bei 240°C

Temperatur [°C]	Erhitzungsdauer [min]	Probenanzahl n	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal Wallis
240°C	15	4	5,61 ± 0,16[a]	0,033
240°C	30	3	7,30 ± 0,24[b]	
240°C	60	4	7,13 ± 0,75[b]	
240°C	120	3	6,14 ± 0,34[ab]	
240°C	180	4	6,29 ± 0, 0,69[ab]	
240°C	240	4	5,73 ± 1,18[a]	

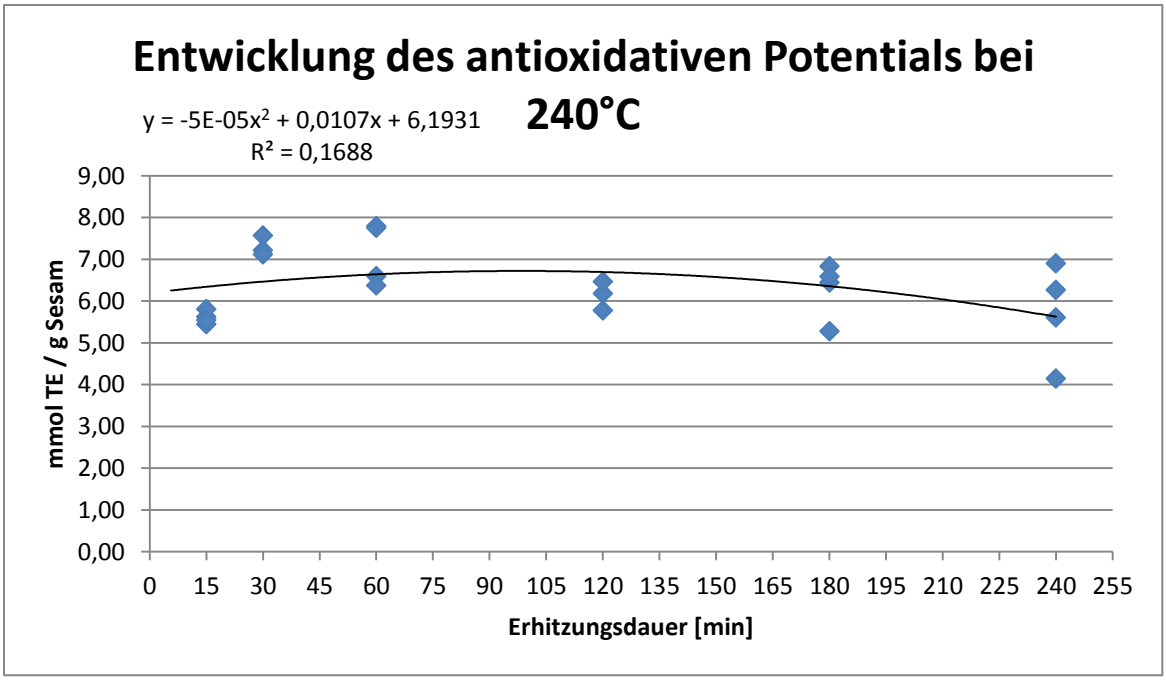

Abbildung 26: Antioxidatives Potential bei 240°C erhitztem Sesam

Tabelle 31: Überblick über das antioxidative Potential bei den verschiedenen Sesamproben

Erhitzungstemperatur [°C]	Probenanzahl n	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal Wallis
Rohe Samen	3	2,51 ± 0,61^{ab}	0,000
160	24	2,70 ± 0,50^{b}	
180	24	2,02 ± 0,33^{a}	
200	23	5,10 ± 1,17^{d}	
220	22	4,36 ± 0,46^{c}	
240	23	6,33 ± 0,89^{e}	

6.7 Lagerungsversuch

6.7.1 Entwicklung des Sesamolgehaltes über die Lagerungsdauer von zwei Wochen

Die Tabelle 32 zeigt die Ergebnisse für die Entwicklung des Sesamolgehaltes als Mittelwerte über alle im Zuge des Lagerungversuches gemessenen Erhitzungszeiten, die auch in Tabelle 33 angeführt werden. Die Ergebnisse dieses Versuches waren nicht normalverteilt. Mit dem p-Wert aus Tabelle 32 wird ersichtlich, dass die Konzentrationen der zwei Wochen gelagerten Proben signifikant kleiner ausfallen als die einer unmittelbar nach der Erhitzung analysierten Probe. Die einzelnen Proben wurden in Tabelle 33 paarweise bei jeder einzelnen Er-

hitzungsdauer verglichen. Es wurden also jeweils bei einer Erhitzungsdauer die Werte der unmittelbar nach der Erhitzung analysierten Probe mit denen der gelagerten Probe verglichen. Bis auf die 120 und 240 Minuten erhitzte Probe haben die Sesamolkonzentrationen bei jeder Probe stark abgenommen. Nur bei den 120 und 240 Minuten erhitzten Proben bestehen keine signifikanten Unterschiede zwischen der unmittelbar nach der Erhitzung analysierten und der gelagerten Probe. Der Grund für die Abnahme des Sesamolgehaltes ist darin zu suchen, dass die Proben bei durch das Probenzerkleinern vergrößerter Oberfläche in einem Plastikbecher gelegen sind, bei dem es durch Luftzutritt zu Oxidationsprozessen gekommen sein kann.

Tabelle 32: Ergebnisse des Lagerungsversuches

Probe	Probenanzahl	Sesamolkonzentration [mg/g Sesam] ± STABW	p-Wert nach Kruskal Wallis
Unmittelbar nach Erhitzung	71	1,08 ± 0,57	0,000
2 Wochen gelagert	71	0,67 ± 0,31	

Tabelle 33: Ergebnisse des Lagerversuches (n= Probenanzahl)

Erhitzungsdauer [min]	Unmittelbar nach Erhitzung Sesamolkonzentration [mg/g Einwaage Sesamsaat] ± STABW	n	Zwei Wochen gelagerte Probe Sesamolkonzentration [mg/g Einwaage Sesamsaat] ± STABW	n	p-Wert nach Kruskal Wallis
15	0,36 ± 0,08	11	0,29 ± 0,02	12	0,001
30	0,79 ± 0,13	12	0,62 ± 0,02	12	0,000
60	1,92 ± 0,16	12	1,10 ± 0,02	12	0,000
120	0,71 ± 0,05	12	0,74 ± 0,22	12	0,488
180	1,69 ± 0,15	12	0,46 ± 0,02	11	0,000
240	0,96 ± 0,22	12	0,77 ± 0,38	12	0,083

6.7.2 Ergebnisse des antioxidativen Potentials über die Lagerungsdauer

Die Mittelwerte der Trolox äquivalenten Konzentrationen über alle Erhitzungszeiten des Lagerungsversuches nach Tabelle 34 wurden einem Kruskal Wallis Test unterzogen. Dabei hat sich gezeigt, dass eine zwei Wochen gelagerte Probe eine signifikant größere Troloxäquivalentkonzentration aufweist als eine unmittelbar nach der Erhitzung analysierte Probe. Entgegen dem Trend bei der Sesamolkonzentration über den Lagerungsverlauf abzunehmen, ist es also beim antioxidativem Potential zu einem Anstieg gekommen. Somit ist fragwürdig, ob über die Lagerungsdauer zwar der Sesamolgehalt abgenommen hat, aber andere antioxidativ wirksame Substanzen freigesetzt wurden. Die Zunahme konnte hier nicht erklärt werden. Es wurde durch paarweisen Vergleich ein Vergleich der Messwerte der einzelnen Proben beider Sorten durchgeführt. Die Ergebnisse für die Messungen der Troloxäquivalentkonzentrationen sind in der Tabelle 35 und Abbildungen 27, 28 zu sehen. Die Unterschiede der einzelnen Erhitzungszeiten sind für alle Wertepaare signifikant bis auf den 120 Minuten Messwert. Hier ist davon auszugehen, dass der Unterschied nicht signifikant ausfällt, da die Streuung bei der gelagerten Probe geringer ist als bei der unmittelbar nach der Erhitzung analysierten Probe.

Tabelle 34: Ergebnisse des Lagerungsversuches

Sorte	Probenanzahl n	Troloxäquivalentkonzentration mmol TE / g Sesam ± STABW	p-Wert nach Kruskal Wallis
Unmittelbar nach Erhitzung	24	4,67 ±2,06	0,000
Zwei Wochen gelagerter Sesam	24	6,65 ± 1,73	

Tabelle 35: Ergebnisse Antioxidatives Potential für den Lagerungsversuch (n= Probenanzahl; TE=Troloxäquivalentkonzentration)

Erhitzungsdauer [min]	Unmittelbar erhitzte Probe TE [mmol TE / g Sesam] ± STABW	n	2 Wochen gelagerte Probe TE [mmol TE / g Sesam] ± STABW	n	p-Wert nach Kruskal Wallis
15	2,94 ± 0,19	4	4,91 ± 0,31	4	0,021
30	3,15± 0,420	4	5,11 ± 0,30	4	0,021
60	4,66 ± 0,09	4	7,05 ± 0,76	4	0,021
120	8,23 ± 1,59	4	7,10 ± 0,45	4	0,386
180	5,73 ± 0,34	4	8,80 ± 1,49	4	0,021
240	3,32 ± 1,38	4	6,92 ± 2,39	4	0,021

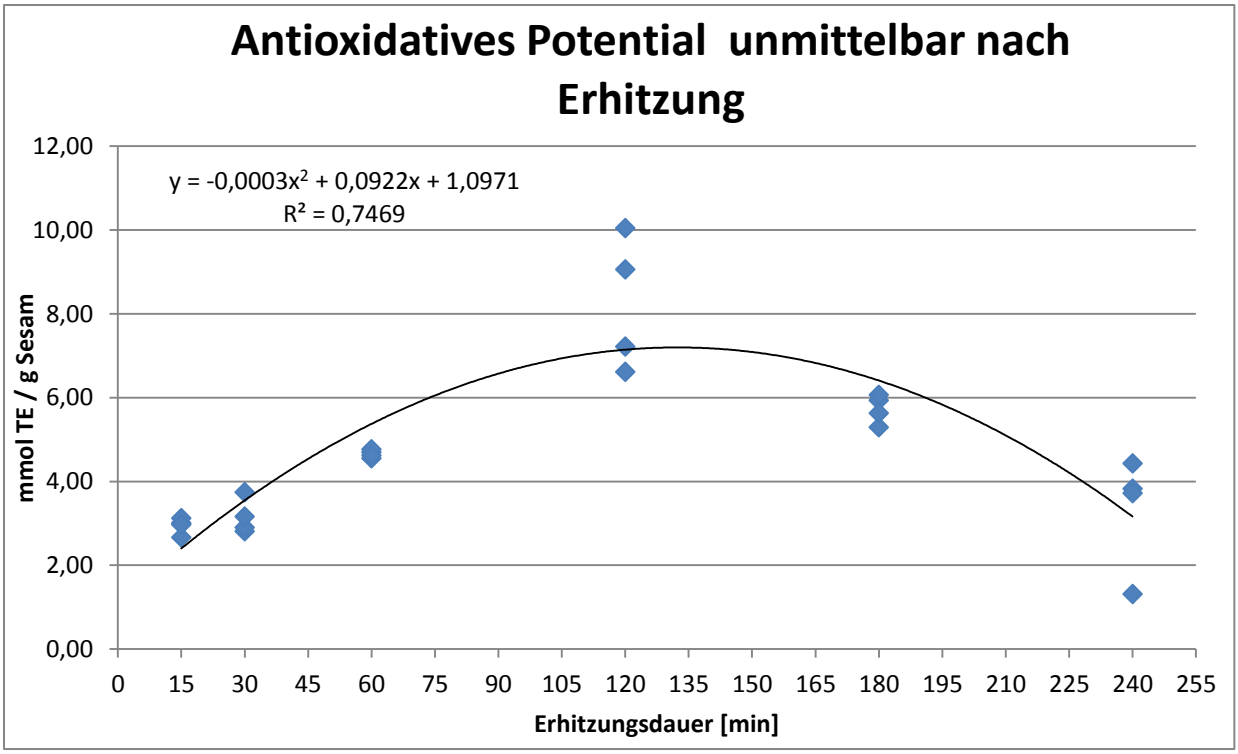

Abbildung 27: Antioxidatives Potential bei 220°C erhitztem Sesam am ersten Tag des Lagerversuches

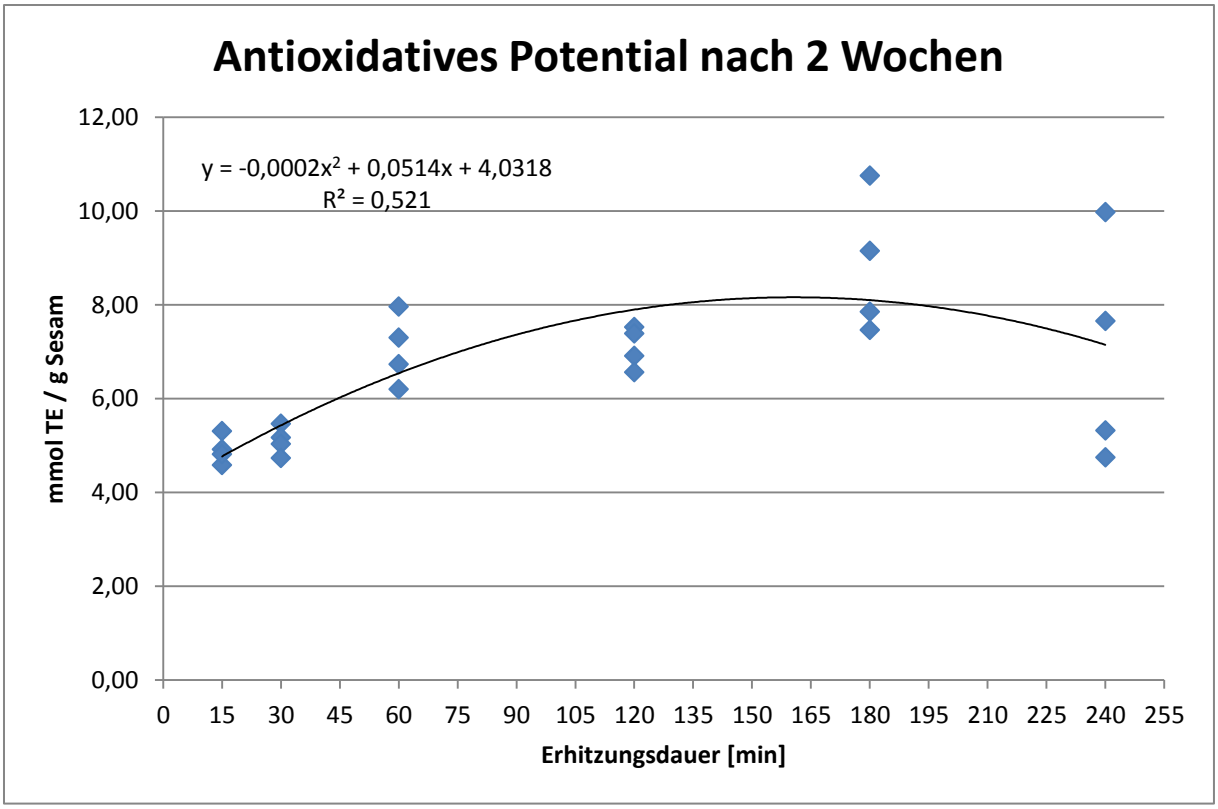

Abbildung 28: Antioxidatives Potential bei 220°C erhitztem Sesam nach 2 Wochen Lagerung

6.8 Test auf einen Zusammenhang zwischen Sesamolkonzentration und antioxidativem Potential

Um Herauszufinden ob es einen Zusammenhang zwischen der Sesamolkonzentration schwarzer Sesamsamen und dem antioxidativen Potential gibt, wurde eine Korrelationsanalyse nach Spearman durchgeführt. Hierfür wurden die Werte der Erhitzungsversuche bei 160, 180, 200, 220 und 240°C verwendet. Die Werte sind in Tabelle 36 zusammengefasst. Die Spearman Analyse wurde gewählt, da bei diesem Testverfahren die Werte nicht normalverteilt sein müssen und im vorliegenden Fall nur von einer Normalverteilung der Troloxäquivalentkonzentrationen, nicht aber der Sesamolkonzentrationen ausgegangen werden kann.

Tabelle 36: Überblick über die für die Korrelationsanalyse verwendeten Werte

	Troloxäquivalentkonzentration [mmol TE / g Sesam]	Sesamolkonzentration [mg/g Sesamsaat]
Probenanzahl n	116	116
Mittelwert ± STABW	4,05 ± 1,73	0,59 ± 0,51

Für die Messwerte wurde ein Korrelationskoeffizient von r=0,736 errechnet. Dies entspricht einem Bestimmtheitsmaß von 0,542. Daraus kann nicht auf einen generellen Zusammenhang zwischen Sesamolkonzentration und antioxidativem Potential geschlossen werden. Dies wird auch bei der Betrachtung der Verläufe der beiden Parameter bei unterschiedlichen Temperaturen und Erhitzungszeiten klar.

7. Diskussion

Sesamol entsteht aus dem Glycosid Sesamolin durch thermischen bzw. oxidativen Abbau und ist somit in unbehandelter Sesamsaat praktisch nicht vorhanden (KUO et al., 2011; MAHENDRA KUMAR und SINGH, 2015). Es zeigt aber wesentlich höhere Radikalfängereigenschaften als seine glycosidischen Vorgängersubstanzen (MAHENDRA KUMAR und SINGH, 2015). In guter Übereinstimmung mit diesen Arbeiten konnte auch in der vorliegenden Studie kein Sesamol in nicht erhitzten Sesamsamen gefunden werden. Dies steht allerdings in Widerspruch zu anderen Ergebnissen, die von Sesamolgehalten von 4,67 ± 0,92 mg/g berichten (SADEGHI et al., 2009). Diese unterschiedlichen Ergebnisse gaben Anlass, die Methode von Sadeghi et al. (2009) näher zu hinterfragen. Versuche mit phenolischen Substanzen ähnlichen Molekulargewichtes ergaben, dass durch das zitierte Verfahren keine chromatographische Trennung möglich war. Erst durch Einführung eines Methanol/ Wasser-Gradienten konnte eine Trennung – mit Ausnahme von Sesamol und Phenol – erreicht werden und der Sesamolgehalt der erhitzten Saaten analysiert werden.

Wie in der Literatur mehrfach berichtet (KUO et al. 2011; GERSTENMAYER et al. 2013 usw.) entsteht der Sesamolgehalt des Sesamsamens unter Einwirkung von Hitze. In der Arbeit konnte sehr deutlich gezeigt werden, dass bei 160°C erst eine schwache Sesamolbildung einsetzte, die erst nach einer Expositionsdauer von 120 Minuten zu messbaren Konzentrationen führte. Bei 180°C waren bereits nach 15 Minuten Spuren von Sesamol vorhanden, die nach 240 Minuten auf fast 0,35 mg/g Sesamsaat anwuchsen. Bei 200°C wurden in der gleichen Zeit etwa 1,30 mg Sesamol/g Sesamsaat erreicht. In beiden Fällen folgte der Anstieg einer logarithmischen Funktion. Dies ist ein Hinweis darauf, dass eine Reaktion 1. Ordnung – wie dies ja bei Zerfallsreaktionen der Fall ist – vorliegt, d.h. die Geschwindigkeit der Reaktion bei einer bestimmten Temperatur hängt nur von einem Ausgangsstoff ab, der naturgemäß durch den Abbau immer weniger wird. Bei 220°C werden zwar bis über 1,5 mg Sesamol/g Probe frei gesetzt. Die logarithmische Funktion ist aber nur mehr schwer zu erkennen, da die

Streuung der Analysenwerte sehr stark zunimmt. Dadurch wird auch die fehlende Signifikanz der Differenzen zwischen den Sesamolgehalten nach unterschiedlichen Erhitzungszeiten erklärbar. Bei 240°C wird offenbar bereits nach 30 Minuten ein Maximum von 1,4 mg Sesamol/g Sesamsaat erreicht, danach kommt es zu einem deutlichen Abbau. Auch hier ist hohe Streuung und das Auftreten eines Ausreißerwertes bei 120 Minuten zu beobachten. Der starke Anstieg der Streuung und das Auftreten von Ausreißern kann als Folge der hohen Temperaturen, bei welchen durch eine Vielzahl von Nebenreaktionen, wie etwa Oxidation, zunehmend unreproduzierbare Bedingungen auftreten, verstanden werden.

Die rudimentär angedeutete Korrelation zwischen Sesamolgehalt und antioxidativem Potential kann durch die Tatsache erklärt werden, dass sowohl die Menge an Sesamol als auch die von Stoffen mit antioxidativem Potential tendenziell mit steigender Temperatureinwirkung zunehmen, so lange es nicht zu den oben erwähnten Abbaureaktionen oder Verlusten durch Verdampfen usw. kommt. Ein direkter Zusammenhang zwischen Sesamolgehalt und antioxidativem Potential kann aber keinesfalls hergestellt werden, da das Bestimmtheitsmaß der festgestellten Korrelation mit r^2=0,52 viel zu gering ist. Die Feststellung von KIM et al. (2014), dass das antioxidative Potential von Sesamsamen nicht mit dem Lignangehalt korrelliert werden darf, wurde somit bestätigt. Die Einzelheiten der Sesamolfreisetzung werden durch das antioxidative Potential vor allem bei den Versuchen bei 160°C und 180°C nicht nach gebildet. Aber auch beim Lagerversuch, wo Sesamol und antioxidatives Potential einen gegensätzlichen Zeitverlauf zeigten, wird deutlich, dass das antioxidative Potential eine vom Sesamolgehalt weitgehend unabhängige Größe ist. Dies dürfte zumindest bei den bei Temperaturen unter 200°C durchgeführten Versuchen der Fall sein. Ab 200°C scheinen die freigesetzten Sesamolmengen einen messbaren Beitrag zum antioxidativen Potential zu leisten. Insbesondere beim Erhitzungsversuch auf 200°C konnte eine gewisse Parallelität zwischen Sesamolbildung und antioxidativem Potential festgestellt werden. Das gegenüber seinen Vorläufersubstanzen erhöhte antioxidative Potential von Sesamol konnte somit bestätigt werden. Bei den höheren Temperaturen wird diese Parallelität durch die höhere Streuung der Versuchsergebnisse beeinträchtigt, dennoch fällt der Anstieg von Sesamol und antioxidativem Potential bis zur 30. Minute und der darauf folgende Abfall beider Parameter beim 240°C-Versuch auf.

KIM et al. (2014) stellten in schwarzem Sesam einen mittleren Lignangehalt von 3,10 mg/g Sesam und in weissem Sesam von 7,36 mg/g Sesam fest. In Anbetracht der Tatsache, dass Sesamol nur einen Teil der Lignane des Sesams darstellt, scheint kein grundsätzlicher Widerspruch zwischen den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit und denen von KIM et al. (2014) zu bestehen. Der Unterschied zwischen schwarzem und weißem Sesam kam bei den durchgeführten auf Erhitzungsversuchen beruhenden Ergebnissen nicht zu Tage. Dies besagt jedoch nichts über die Gesamtmenge an Lignanen, die gemäß der vorliegenden Literatur in weißem Sesam höher zu sein scheint.

8. Schlussfolgerungen

Ergebnisse der durchgeführten Messungen belegen, dass in rohen schwarzen Sesamsamen kein Sesamol nachgewiesen werden konnte. Erst durch Hitzeeinwirkung bildete sich dieses Lignan aus Sesamolin. Ein deutlicher Anstieg der Sesamolkonzentration ist vor allem ab einer Erhitzungstemperatur von 200°C zu beobachten. Mit dieser Temperatur liegt auch ein verglichen mit den anderen Erhitzungen großes antioxidatives Potential vor. Eine Erhitzungstemperatur von mehr als 220°C ist nicht nur wegen sensorischer Veränderungen nicht zu empfehlen, sondern auch weil das Maximum der Sesamolbildung bei 220°C erreicht wird. Bei einem Brot oder Gebäckstück das Sesamsamen enthält, ist somit der größte Sesamolgehalt in der Kruste zu erwarten, weil hier die Backtemperatur bis zu 220°C einwirkt, während es im Inneren maximal knapp unter 100°C sind. Die Einwirkung von 220°C und zwei Stunden Erhitzungsdauer hat mit 1,33 mg/ g Sesamsaat nicht nur einen hohen Sesamolgehalt zur Folge gehabt, sondern auch fast die höchste Troloxäquivalentkonzentration mit einem Wert von 8,23 mmol TE /g Sesam.Die Gestaltung des Backprozesses kann unter Bedachtnahme der optimalen Entstehung von Sesamol erfolgen, d.h. unter großer Hitzeeinwirkung an der Gebäckoberfläche. Vor allem wird aber dennoch die sensorische Qualität der der Gebäckstücke im Vordergrund zu stehen haben. Die Sesamolbildung während des Backprozesses sollte vor allem nicht überbewertet werden, da diese Substanz auch unter Säureeinwirkung, d.h. während der Verdauung, frei gesetzt wird. Da in diesem Falle nicht, wie bei der Freisetzung durch Hitze, mit einem Abbauprozess zu rechnen ist, kann davon ausgegangen werden, dass durch Magensäureeinwirkung höhere Sesamolmengen entstehen als dies durch Hitzeeinwirkung der Fall ist.

In der Chiasamenprobe war Sesamol nicht nachweisbar. Dieser Umstand ist damit zu begründen, dass diese Samen einer Salbeipflanze entstammen und Sesamsamen einem Sesamgewächs. Das Fehlen von Sesamol in Chia-samen ist somit durch die Natur der Pflanze zu erklären.

9. Zusammenfassung

Mit Hilfe einer HPLC-Methode wurden verschiedene Sesamsamenproben auf den Gehalt des Lignans, Sesamol untersucht. Die Messungen haben ergeben, dass dieses in rohen schwarzen und weißen Sesamsamen nicht nachweisbar ist. Durch Erhitzen schwarzer Sesamsamen bildete sich Sesamol, wobei sowohl die Erhitzungsdauer als auch die Erhitzungstemperatur als Einflussfaktoren nachgewiesen werden konnten. Durch die Erhitzung konnten maximal 1,92 mg/g Sesamsaat bei einer 220°C Erhitzung nachgewiesen werden. Der Gehalt an Sesamol stieg mit zunehmender Erhitzungstemperatur, dieser Verlauf erreichte aber bei 220°C sein Maximum, eine höhere Erhitzung bei 240°C brachte den Abbau dieses Lignans. Ein stichprobenartiger Vergleich bei dem weißer und schwarzer Sesam auf den Sesamolgehalt hin verglichen wurden, hat ergeben, dass zwischen den beiden Sorten kein signifikanter Unterschied besteht. Die Untersuchung von Chiasamen zeigte, dass in diesen Proben kein Sesamol nachweisbar war. Der Grund dafür ist wohl darin zu suchen, dass Sesamol ein sesamtypisches Lignan ist, das nicht in den Samen der Chiapflanze enthalten ist. Bei den Messungen des antioxidativen Potentials für die Extrakte der Proben schwarzen Sesams hat sich ergeben, dass erst ab einer Erhitzungstemperatur von 200°C eine Erhöhung des antioxidativen Potentials stattfindet. So besteht zwischen dem antioxidativen Potential roher Sesamsamen und den 160 oder 180°C erhitzten Samen fast kein Unterschied. Erst durch Erhitzung der Samen auf 200°C konnte das antioxidative Potential fast verdoppelt werden. Die höchste Steigerung war bei 220°C zu sehen, darüber hinaus, bei 240°C, gab es ein Abfallen im Kurvenverlauf, der mit einem Abfall der Sesamolkonzentration einherging, aber die Korrelationsberechnung zeigte eine geringen Zusammenhang auf.

10. Summary

The content of the natural lignan sesamol was analysed with different sesame seed samples by a HPLC-method. The results showed that in unheated seeds no sesamol was detectable. By influence of heat on black sesame sesamol was set free, in the course of which the influence of temperature and time could be established as important factors for the formation of sesamol. Both the heating temperature and the durance of heating had a significant influence on the development of sesamol. The maximum sesamol content of 1,92 mg/ g sample could be detected for black sesame seeds heated at a temperature of 220°C. Generally the sesamol content increased with increasing the temperature, but this could just be seen up to 220°C. Higher temperature of 240°C showed a depletion of the lignan. Comparing the sesamol content of black and white sesame seeds showed no significant difference between these two sorts. In chia seeds sesamol could not be detected. The most plausible reason for this is that sesamol is a lignan from sesam-plants, whereas chiaseeds are seeds form a sage-plant. The analysis of antioxidative power of black sesame extracts showed that the antioxidative capacity increased at temperatures of 200°C and more. There was no big difference in the antioxidative potential (AOP) between raw sesame seeds and 160°C or 180°C heated ones. Heating the seeds at a temperature of 200°C resulted in an increase of the AOP by nearly the double. The highest AOP values were reached at heatings at 220°C, at 240°C the concentrations of sesamol decreased.

11. Literaturverzeichnis

ACHOURI, A.; BOYE, J. I: Thermal processing, salt and high pressure treatment effects on molecular structure and antigenicity of sesame protein isolate. Food Research International, Volume 53, Issue 1, (2013), 240-251

ANILAKUMAR, K.R.; PAL, A.; BAWA, A.S.: Nutritional, Medicinal and Industrial Uses of Sesame (Sesamum indicum L.) Seeds- An Overview. Agriculturae Conspectus Scientificus, Volume 75, Issue 4, (2010), 159-168

BAMBERG, G.; BAUR, F.; KRAPP, M.: Statistik Taschenbuch 14.Auflage, Oldenburg Verlag 2007

BECKER, E.M.; NISSEN, L.R.; SKIBSTED, L.H.; Antioxidant evaluation protocols: Food quality or health effects. European Food Research and Technology, Volume 219, Issue 6, (2004), 561-571

BEDIGAN, D.: History and Lore of Sesame in Southwest Asia. Economic Botany, Volume 58, Issue 3, (2004), 329-353

BUDOWSKI, P.: Recent research on sesamin,sesamolin, and related compounds. The Journal of the American Oil Chemist´s Society, Volume 41, Issue 4, (1964), 280-285

CHANG, L.-W., YEN, W.-J., HUANG, S.C., DUH, P.-D.: Antioxidant activity of sesame coat. Food Chemistry, Volume 78, Issue 3, (2002) 347-354

DAR, A. A.; ARUMUGAM, N.: Lignans of sesame: Purification methods, biological activities and biosynthesis-A review. Bioorganic Chemistry, Volume 50, (2013), 1-10

ESPÍN, J.C.; SOLER-RIVAS, C.; WICHERS, H. J.; GARCÍA- VIGUERA, C.: Anthocyanin- based antural colorants: A new source of antiradical activity for foodstuffs. Journal of Agricultural Food Chemistry, Volume 48, Issue 5, (2000), 1588-1592: zitiert aus SUJA et al., 2004

GERSTENMEYER, E.; REIMER, S., BERGHOFER, E.; SCHWARTZ, H.; SONTAG, G.: Effect of thermal heating on some lignans in flax seeds, sesame seeds and rye. Food Chemistry, Volume 138, Issue 2-3, (2013), 1847-1855

HARTUNG, J.; ELPELT, B.; KLÖSENER, K-H.: Statistik: Lehr- und Handbuch der angewandten Statistik, Oldenburg Verlag, München (2005)

HIROSE, M.; TAKESADA, Y.; TANAKA, H. ; TAMANO, S.; KATO, T.; SHIRAI, T.: Carcinogenicity of antioxidants BHA, caffeic acid, sesamol, 4-methoxyphenol and catechol at low doses, either alone or in combination, and modulation of their effects in a rat medium-term multi-organ carcinogenesis model. Carcinogenesis, Volume 19, Issue 1, (1998), 207-212

IRANI, C.; MAALOULY, G.; Germanos, M., Kazma, H.: Food Allergy in Lebanon: Is Sesame Seed the "Middle Eastern" Peanut. World Allery Organization Journal, Volume 4, Issue 1, (2011), 1-3

JANNAT, B.; REZA OVEISI, M.; SADEGHI, N. ; HAJIMAHMOODI M.; BEHZAD, M.; NAHAVANDI, B.; TEHRANI, S.; SADEGHI, F.; OVEISI, M.: Effect of Roasting Process on Total Phenolic Compounds and y-tocopherol Contents of Iranian Sesame Seeds (Sesamum indicum). Iranian Journal of Pharmaceutical Research, Volume 12, Issue 4, (2013), 751-758

JEONG, S.-M.; KIM, S.-Y.; KIM D.-R.; NAM, K. C.; AHN, D. U.; LEE, S.-C.: Effect of Seed Roasting Conditions on the Antioxidant Activity of Defatted Sesame Meal Extracts. Journal of Food Science, Volume 69, Issue 5, (2004), C377-C381

KANU P. J.: Biochemical Analysis of Black and White Sesame Seeds from China. American Journal of Biochemistry and Molecular Biology, Volume 1, Issue 2, (2011), 145-157

KIM, J. H.; SEO, W. D.; LEE, S.K.; LEE, Y.B.; PARK, C.H.; RYU, H.W.; LEE, J.H.: Comparative assessment of compositional components, antioxidant effects, and lignan extractions from Korean white and black sesame (Sesamum indicum L.) seeds for different crop years. Journal of Functional Foods, Volume 7, Issue 1, (2014), 495-505

KIM, J. S.: Einfluss der Temperatur beim Rösten von Sesam auf Aroma und antioxidative Eigenschaften des Öls, Doktorratsarbeit an der Technischen Universität Berlin, Berlin (2001)

KUMAR, C.M.; RAO, A. G. A.; SINGH, S.A.: Effect of infrared heating on the formation of sesamol and quality of defatted flours from sesamum indicum L. . Journal of Food Science, Volume 74, Issue 4, (2009), H105-H111

KUO, P.-C.; LIN,M-C.; CHEN,G.-F.; YIU, T.-J., TZEN, J.T.C.: Identification of methanol-soluble compounds in sesame and evaluation of antioxidant potential of its lignans. Journal of Agricultural and Food Chemistry, Volume 59, Issue 7, (2011), 3214-3219

KWAN, S. K.; SI, H. P.; MYOUNG, G. C.: Nondestructive Determination of Lignans and Lignan Glycosides in Sesame Seeds by Near Infrared Reflectance Spectroscopy. Journal of Agricultural and Food Chemistry, Volume 54, Issue 13, (2006), 4544-4550

MAHENDRA KUMAR, C., SINGH, S.A.: Bioactive lignans from sesame (Sesamum indicum L.): evaluation of their antioxidant and antibacterial effects for food applications. Journal Food Science and Technology, 2015 May: 52(5):2934-41

MIRGHANI, M.E.S; CHE MAN, Y.B; JINAP, S.; BAHARIN, B.S., BAKAR, J.: Application of FTIR Spectroscopy in Determining Sesamol in Sesame Seed Oil, Journal of the American Oil Chemists´Society, Volume 80, Issue 1, (2003), 1-4

MORENO, F. J., MALDONADO, B.M., WELLNER, N., MILLS, E. N .C.: Thermostability and in vitro digestibility of a purified major allergen 2S albumin (Ses I 1) from white sesame seeds (Sesamum indicum L.).Biochimica et Biophysica Acta-Proteins and Proteomics, Volume 1752, Issue 2, (2005), 142-153: zitiert aus ACHOURI und BOYLE (2013)

MORRIS, J. B.: Food, industrial nutraceutical uses of sesame genetic resources. In: Janick and Whipkey (eds.): Trends in new crops and new uses. Proceedings of the ASHS 5th National Symposium, Atlanta, GA, (2002), 153-156: zitiert aus ANILAKUMAR 2010

MOZZAMI, A. A.; ANDERSSON, R. E.; KAMAL-ELDIN, A.: HPLC analysis of sesaminol glucosides in sesame seeds. Journal of Agricultural and Food Chemistry, Volume 54, Issue 3, (2006a), 633-638

MOZZAMI, A. A.; KAMAL-ELDIN, A: Sesame Seed is rich soure of dietary lignans. Journal of the American Oil Chemists´ Society, Volume 83, Issue 8 (2006b), 719-723

PASCHKE,M.: Vergleich von Labormethoden zur Messung des antioxidativen Potentials von Pflanzenteilen, Masterarbeit an der Hochschule Neubrandenburg, Neubrandenburg (2012)

SADEGHI, N.; OVEISI, M. R.; HAJIMAHMOODI M.; JANNAT, B.; MAZAHERI, M.; MANSOURI, S.: The Contents of Sesamol in Iranian Sesame Seeds. Iranian Journal of Pharmaceutical Research, Volume 8, Issue 2, (2009), 101-105

SHARMA, A., KHARB, S., CHUGH, S. N., KAKKAR, R., SINGH, G. P.: Evaluation of oxidative stress before and after control of glycemia and after vitamin E supplementation in diabetic patients. Metabolism: Clinical and Experimental, Volume 49, Issue 2 (2000), 160-162: zitiert aus KANU, 2011

SHYU, Y.-S.; HWANG, L.S.: Antioxidative activity of the crude extract of lignan glycosides from unroasted Burma black sesame meal. Food Research International, Volume 35, Issue 4, (2002), 357-365: zitiert aus Chang et al., 2002

SLANIA, J., GLATZ, Z.: Separation procedures applicable to lignan analysis. Journal of Chromatography, Volume 812, Issue 1-2 (2004), Pages 215-229

SMEDS, A.I.; EKLUND, P.C.; SJÖHOLM, R.E; WILLFÖR, S.M.; NISHIBE, S.; DEYAMA, T., HOLMBOM, B.R.: Quantification of a broad spectrum of lignans in cereals, oilseeds, and nuts. Journal of Agricultural and Food Chemistry, Volume 55, Issue 4, (2007), 1337-1346

STRELEC, H.: Vorlesungsunterlagen- Einführung in die Statistik, Studienjahr 2006/07

SUJA, K.P., JAYALEKSHMY, A., ARUMUGHAN, C.: Free Radical Scavenging Behavior of Antioxidant Compounds of Sesame (Sesamum indicum L.) in DPPH$^{\bullet}$ System, Volume 52, Issue 4, (2004), 912-915

THAIPONG, K., BOONPRAKOB, U.; CROSBY, K.; CISNEROS-ZEVALLOS, L.; BYRNE, D. H.: Comparison of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts. Journal of Food Composition and Analysis Volume 19, Issue 6-7 (2006) 660-675

TOKUSOGLU, O.; KOÇAK, S.; AYCAN, S.: The contents of Sesamol and related lignans in sesame, tahini and halva as determined by a newly developed polarographic and striping voltametric analysis. Grasas y Aceites, Volume 60, Issue 2, (2009), 119-124

VATS, M. S.: Excavations at Harappa. Manager of Publications, Dehli (1940)

XU, J.; CHEN, S.; HU, Q.: Antioxidant activity of brown pigment and extracts from black sesame seed (Sesamum indicum L.). Food Chemistry, Volume 91, Issue 1, (2005), 79-83

YEO, J.; PARK, J.; LEE J.: Evaluation of antioxidant capacity of sesamol and free radical scavengers at different heating temperatures. European Journal of Lipid Science Technology, Volume 113, Issue 7, (2011), 910-915

YOSHIDA, H., TAKAGI, S.: Antioxidative effects of sesamol and tocopherols at various concentrations in oils during microwave heating. Journal of the Science of Food and Agriculture, Volume 79, Issue 2, (1999), 220-226: zitiert aus YEO et al., 2011

ZÖFEL, P; BUEHL, A.: Statistik verstehen: Ein Begleitbuch zur computerunterstützten Anwendung, Addison-Wesley, München (2001)

Internet

http://data.fao.org/dimension-member?entryId=75f0ea84-2297-45d1-b5c6-27ef66d982ec

http://www.naturland.de/fileadmin/MDB/documents/Publication/English/sesame.pdf

http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3651063/

http://www.fao.org/docrep/003/aa040e/AA040E05.htm

12.Lebenslauf

Persönliche Daten

Name	Patrick Kaltseis
E-Mail	patrickkaltseis@gmx.at
Staatsangehörigkeit	Österreich
Geburtsdatum	07.09.1986

Ausbildung

10/2005-11/2011	Bachelorstudium Lebensmittel- und Biotechnologie, Universität für Bodenkultur, Wien
12/2011- ca. 6/2015	Masterstudium Lebensmittelwissenschaft und –technologie, Universität für Bodenkultur, Wien

Berufserfahrung

08/2009-09/2009	Praktikum im Institut für Lebensmitteluntersuchung Wien in den Abteilungen „Lebensmittelanalytik“ und „Pflanzliche Lebensmittel, Nahrungsergänzungsmittel und Novel Food“ in der Österreichischen Agentur für Gesundheit und Ernährungssicherheit (AGES)
07/2013	Praktikum Ludwig Polsterer Vereinigte Walzmühlen GmbH
5/2014-10/2014	Freier Mitarbeiter der Österreichischen Agentur für Gesundheit und Ernährungssicherheit (AGES) im Rahmen der Masterarbeit
11/2014	Praktikum in der Abteilung für Futtermittelanalyse und Technologische Wertprüfung des Institutes für Tierernährung und Futtermittel der Österreichischen Agentur für Gesundheit und Ernährungssicherheit (AGES)

Kompetenzen

Fremdsprachen	Englisch	fließend in Wort und Schrift
	Französisch	Maturaniveau 2005, jetzt Grundkenntnisse
	Spanisch	A1 und A1+

EDV	gute Computerkenntnisse: Microsoft Office, Bildbearbeitung mit Adobe Programmen
Führerschein	B