Fraktionierte Wasserdampfdestillation ätherischer Öle von Zitrusfrüchten

Autor(en): **Pilnik, W.**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **46 (1955)**

Heft 3

PDF erstellt am: **31.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-983089

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

MITTEILUNGEN
AUS DEM GEBIETE DER
LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE
VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN
Offizielles Organ der Schweizerischen Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE
ET D'HYGIÈNE
PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE À BERNE
Organe officiel de la Société suisse de chimie analytique et appliquée

ABONNEMENT:
Schweiz Fr. 17.— per Jahrgang (Ausland Fr. 22.—) Preis einzelner Hefte Fr. 3.— (Ausland Fr. 4.—)
Suisse fr. 17.— par année (étranger fr. 22.—) Prix des fascicules fr. 3.— (étranger fr. 4.—)

BAND - VOL. 46 1955 HEFT - FASC. 3

Fraktionierte Wasserdampfdestillation ätherischer Öle von Zitrusfrüchten

Von *W. Pilnik*
(Aus Central Citrus Products Research Laboratory, Rehovot/Israel)

Bei der Untersuchung der ätherischen Öle verschiedener Roh- und Fertigprodukte (eingelegte und kandierte Zitrusschalen, Fruchtsäfte, Sirupe usw.) wird oft die Wasserdampfdestillation verwendet, um das Öl zu gewinnen. Besonders eingeführt ist diese Methode wohl für die Analyse der in Zitrusprodukten enthaltenen ätherischen Öle [1][2]). In unserem Laboratorium wird sie seit Jahren verwendet, z.B. zum Varietätenstudium an Zitrusfrüchten (Abhängigkeit der Ölkonstanten von botanischer Varietät) und zur Kontrolle der Art des zugesetzten Öles bei sogenannten Basiskonzentraten für die Fruchtsaftindustrie. Dabei hat es sich gezeigt, dass reproduzierbare Resultate nur erhalten werden, wenn das Öl quantitativ überdestilliert wird. Es genügt keinesfalls, nur die zur Analyse nötige Menge zu gewinnen, da die einzelnen Fraktionen der Wasserdampfdestillation nicht gleichwertig sind. Diese Erfahrung wird belegt durch Destillationsversuche mit kaltgepresstem Öl:

150 cm³ Öl wurden mit 850 cm³ Wasser aus einem 2-Liter-Rundkolben bei schwachem Sieden destilliert. Die Destillation wurde erst unterbrochen, wenn keinerlei Öl mehr überging, was leicht am Aussehen des Kondensates erkennbar ist. Im allgemeinen war die Destillation nach 2 Stunden beendet mit dem Übergehen von etwa der Hälfte

der gesamten Flüssigkeitsmenge. Von 150 cm³ Öl konnten 140 cm³ auf diese Weise wiedergewonnen werden. In Paralleldestillationen wurde die Vorlage immer nach dem Auffangen von 20 cm³ Öl gewechselt. Das Öl trennt sich ohne Schwierigkeit von der Wasserphase.

In der Tabelle sind einige Analysenwerte untersuchter Öle angegeben. Als für unsere Zwecke am wichtigsten wurden hauptsächlich % Aldehyd und die optische Rotation untersucht. Die untersuchten Öle sind maschinen-kaltgepresste Öle verschiedener israelischer Fabriken.

Orangen = Shamouti (Jaffa)
Grapefruit = Marsh-Seedless
Zitronen = Gemisch verschiedener Varietäten

Zur Aldehydbestimmung wurde die Hydroxylamin-Chlorhydrat-Methode verwendet [1]). Für Orangen und Grapefruit wird der Aldehydgehalt als % Decylaldehyd und für Zitronen als % Citral berechnet.

Die optische Rotation ist ausgedrückt als der Drehwinkel bei Na-Licht bei 20° C und bei 100 mm Schichtdicke (α_D^{20}).

Aus den Tabellen ist ersichtlich, dass die optische Rotation mit den verschiedenen Fraktionen ansteigt und erst die letzte Fraktion durch einen viel niedrigeren Wert den Durchschnittswert wieder herstellt. Auch der Aldehydgehalt steigt an mit der fortschreitenden Destillation. Bei der letzten Fraktion ist ein sprunghafter Anstieg zu verzeichnen, der wiederum den Durchschnittswert herstellt.

Es muss daher bei allen Untersuchungen an dampfdestillierten Ölen darauf geachtet werden, dass auch der letzte Rest des Öles übergegangen ist.

Orangen

	Optische Rotation			% Decylaldehyd		
	Muster A	Muster B	Muster C	Muster A	Muster B	Muster C
Fraktion 1	99° 18'	97° 6'	100° 5'	0,99	0,86	0,79
Fraktion 2	99° 48'	97° 12'	100° 17'	0,98	0,86	0,78
Fraktion 3	99° 48'	97° 24'	100° 17'	0,98	0,91	0,79
Fraktion 4	100° 0'	97° 36'	100° 29'	1,03	0,91	0,81
Fraktion 5	100° 12'	97° 42'	100° 29'	1,03	0,93	0,81
Fraktion 6	100° 18'	98° 18'	100° 41'	1,03	1,02	0,85
Fraktion 7	98° 48'	96° 54'	98° 59'	2,19	1,93	1,84
Berechneter *) Durchschnitt	99° 48'	97° 30'	100° 5'	1,18	1,13	0,99
Gesamtdestillation	99° 48'	97° 30'	100° 5'	1,14	1,20	1,08

*) Bei der Berechnung wurden Unterschiede im Volumen der einzelnen Fraktionen berücksichtigt.

Grapefruit

	Optische Rotation			% Decylaldehyd		
	Muster A	Muster B	Muster C	Muster A	Muster B	Muster C
Fraktion 1	99° 42'	99° 59'	99° 22'	0,66	0,72	0,63
Fraktion 2	100° 6'	100° 5'	99° 46'	0,64	0,78	0,65
Fraktion 3	100° 12'	100° 11'	99° 46'	0,72	0,76	0,69
Fraktion 4	100° 18'	100° 29'	99° 52'	0,72	0,76	0,72
Fraktion 5	100° 24'	100° 35'	99° 58'	0.79	0,76	0,76
Fraktion 6	100° 24'	100° 23'	99° 58'	0,87	1,01	0,85
Fraktion 7	96° 18'	95° 17'	95° 10'	1,95	2,03	1,98
Berechneter *) Durchschnitt	99° 36'	99° 35'	99° 10'	0,91	0,92	0,86
Gesamt-destillation	99° 42'	99° 35'	99° 10'	0,92	0,95	0,91

*) Bei der Berechnung wurden Unterschiede im Volumen der einzelnen Fraktionen berücksichtigt.

Zitronen

	Optische Rotation			% Citral		
	Muster A	Muster B	Muster C	Muster A	Muster B	Muster C
Fraktion 1	66° 48'	67° 2'	68° 56'	1,14	0,83	1,05
Fraktion 2	67° 48'	68° 8'	70° 20'	1,37	0,85	1,12
Fraktion 3	68° 48'	69° 44'	71° 32'	1,41	1,03	1,12
Fraktion 4	70° 6'	70° 56'	72° 32'	1,69	1,21	1,40
Fraktion 5	71° 12'	72° 20'	73° 32'	1,95	1,34	1,74
Fraktion 6	72° 30'	73° 56'	74° 32'	2,31	1,70	2,04
Fraktion 7	64° 24'	62° 26'	67° 26'	6,65	6,15	5,50
Berechneter *) Durchschnitt	68° 48'	69° 8'	71° 14'	2,36	1,88	2,16
Gesamt-destillation	68° 36'	69° 2'	71° 20'	2.44	1,90	2,06

*) Bei der Berechnung wurden Unterschiede im Volumen der einzelnen Fraktionen berücksichtigt.

Zusammenfassung

Die Analyse von ätherischem Öl aus Zitrusfrüchten, welches durch Dampfdestillation gewonnen wurde, ist nur dann zuverlässig, wenn das Öl vollständig überdestilliert wurde. Die einzelnen Fraktionen der Wasserdampfdestillation enthalten Öle mit unterschiedlichen Konstanten.

Résumé

L'analyse des huiles d'agrumes récupérées par la distillation à vapeur d'eau n'est reproduisible qu'au cas où l'on a distillé l'huile entièrement. Les diverses fractions de la distillation à vapeur contiennent des huiles ayant des constantes différentes.

Summary

The analysis of essential citrus oils obtained through steam distillation gives reproducible results only when the oil has been distilled over completely. Different fractions of the steam distillation contain oils with different constants.

Literatur

[1]) *E. Günther,* The Essential Oils, D. Van Nostrand Comp., In., New-York, N.Y. 1948.

[2]) *J. B. S. Braverman,* Citrus Products, Interscience Publishers, Inc., New-York, N.Y. 1949.

Bearbeiter: Shoshanna Haber-Scheim, R. Knobil, W. Pilnik
Central Citrus Products Research Laboratory, Rehovot (Israel) Juli 1954.