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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 47 (1956)

Heft: 2

Artikel: Präparative Darstellung reinster Erucasäure aus Rapsöl

Autor: Hadorn, H. / Biefer, K.W.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983956

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 16.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Präparative Darstellung reinster Erucasäure aus Rapsöl

Von *H. Hadorn* und *K. W. Biefer*
(Laboratorium VSK, Basel)

Für papierchromatographische Untersuchungen an Speiseölen benötigten wir reine Erucasäure. Da diese Säure im Handel nicht erhältlich ist, mussten wir das Präparat selber darstellen. Erucasäure, die Δ 13:14 Dokosensäure, von der Formel $CH_3(CH_2)_7CH = CH\text{-}(CH_2)_{11}\text{-}COOH$ findet sich in den Cruciferenölen, so in Rapsöl zu etwa 40—50 %.

Rapsöl wird allgemein als Ausgangsmaterial für die Isolierung der Erucasäure verwendet. Die in der Literatur beschriebenen Verfahren sind jedoch alle mangelhaft und geben schlechte Ausbeuten und meistens nur unreine Präparate.

Zur Abtrennung der Erucasäure wird von den meisten Autoren [1][2][3]) die Schwerlöslichkeit der Bleisalze herangezogen. Diese sind aber erheblich leichter löslich als die Bleisalze der höheren gesättigten Fettsäuren. Die Erucasäure befindet sich daher in einer schwer trennbaren Mittelfraktion, welche entweder mit gesättigten Fettsäuren oder aber mit Ölsäure verunreinigt ist. Nach der von uns modifizierten Bleisalzmethode, wie wir sie zur Bestimmung der Erucasäurezahl [4]) benutzten, erhielten wir sehr schlechte Ausbeuten, so dass das Verfahren für präparative Zwecke nicht befriedigt.

Holde und *Marcusson* [5]) arbeiten durch fraktionierte Kristallisation der freien Fettsäuren. Das Säuregemisch wird zunächst in 96 %igem Alkohol gelöst und auf —20° abgekühlt, wobei zuerst vorwiegend die gesättigten Fettsäuren auskristallisieren. Diese werden abgenutscht, das Filtrat eingedampft und der Rückstand in 75 Vol.%igem Alkohol gelöst und wiederum auf —20° abgekühlt. Diese Kristallisation besteht zum grössten Teil aus Erucasäure. Das Abnutschen des Kristallbreies muss im Kältetrichter bei —20° erfolgen, was erhebliche Schwierigkeiten bereitet, wenn kein labormässig ausgerüsteter Kühlraum zur Verfügung steht.

Wir haben nun die interessante Beobachtung gemacht, dass beim Stehenlassen der aus Rapsöl gewonnenen, vom Lösungsmittel befreiten Fettsäuren schon bei Zimmertemperatur die Erucasäure in grossen Mengen auskristallisiert. Die Ölsäure, welche nach *Hilditch* [6]) ca. 30 % des Rapsöles ausmacht, übernimmt dabei die Aufgabe des Lösungsmittels. Wichtig bei diesem Vorgehen ist nur, dass aus dem Fettsäurengemisch das Unverseifbare sorgfältig entfernt wird, da merkwürdigerweise sonst die Kristallisation der Erucasäure ausbleibt.

Im Folgenden geben wir die Vorschrift, nach welcher wir die Erucasäure in befriedigender Ausbeute rein erhalten haben.

Arbeitsvorschrift zur Darstellung reiner Erucasäure

100 g Rapsöl werden mit 30 g Kaliumhydroxydplätzchen und 300 ml 90%igem Alkohol am Rückflusskühler 1 Stunde gekocht. Die noch nicht vollständig er-

kaltete Seifenlösung wird in einen $1^1/_2$ -Liter-Scheidetrichter übergeführt und mit 600 ml dest. Wasser versetzt. Der Scheidetrichterinhalt wird nun gekühlt und dann zur Entfernung der unverseifbaren Stoffe zweimal mit je 300 ml Äther ausgeschüttelt. Die wässerig-alkoholische Phase wird anschliessend auf dem Wasserbad zur Entfernung des Alkohols eingeengt. Die alkoholfreie Seifenlösung kommt nun wieder in einen Scheidetrichter, wird mit Salzsäure angesäuert und die abgeschiedenen Fettsäuren werden zweimal mit je 200 ml Äther ausgeschüttelt. Nach dem Abdestillieren des Äthers auf dem Wasserbad lässt man die restlos von Äther befreiten Fettsäuren bei 18—20° an der Luft oder besser in einem Wasserbad von 18—20° stehen. Nach einiger Zeit scheiden sich massenhaft Kristalle von Erucasäure aus, die abgenutscht werden. Da in den Kristallen noch viel flüssige Fettsäuren (Ölsäure) eingeschlossen sind, werden die erhaltenen Kristalle auf einem unglasierten Tonteller abgepresst. Dabei muss verhütet werden, dass die Masse erwärmt wird, weil Erucasäure schon bei Handwärme schmilzt. Die abgepresste Fettsäure wird nun zweimal aus 80 %igem Äthanol umkristallisiert, worauf die anfallenden Kristalle rein sind.

Ausbeute aus 100 g Rapsöl =	ca. 5—7 g reine Erucasäure
Prüfungen:	
Schmelzpunkt unkorrigiert	32,5—33° (Literaturangabe 33,5°)
Neutralisationszahl	165,4 (theoretisch 165,8)
Molekulargewicht (titrimetrisch)	339,2 (theoretisch 338,6)

Bei der papierchromatographischen Untersuchung nach der Methode *Kaufmann* und *Nitsch* [7]) mit Mengen von 50—200 γ Erucasäure erwies sich das Präparat als vollständig rein.

Zusammenfassung

Es wird eine einfache Methode zur Gewinnung reinster Erucasäure beschrieben. Die aus Rapsöl gewonnenen, vom Unverseifbaren und von Lösungsmittel befreiten Fettsäuren werden bei 18—20° stehen gelassen, worauf Erucasäure auskristallisiert. Nach zweimaligem Umkristallisieren aus Alkohol ist das Präparat rein.

Résumé

Une méthode simple pour l'obtention d'acide érucique pur est décrite. Les acides gras de l'huile de colza, débarrassés de l'insaponifable et du dissolvant sont abandonnés à 18—20°, ce qui a pour effect de causer la cristallisation de l'acide érucique. Après deux recristallisations dans l'alcool cet acide est pur.

Summary

Pure erucic acid can easily be obtained from rape-seed oil. The fatty acids of this oil are freed from the unsaponifiable matter and from the solvent and kept at 18—20°. The erucic acid crystallizes out and is obtained pure after two recrystallizations from ethanol.

Literatur

[1]) *M. Tortelli* und *U. Fortini*, Ann. Falsif. **4**, 139 (1911); Z.U.L. **22**, 139 (1911).
[2]) *H. Kreis* und *E. Roth*, Z.U.L. **26**, 38 (1913).
[3]) *J. Grosfeld*, Z.U.L. **73**, 409 (1937).
[4]) *H. Hadorn* und *R. Jungkunz*, diese Mitt. **44**, 453 (1953).
[5]) *D. Holde* und *J. Marcusson*, Ztschr. angew. Chem. **23**, 1260 (1910).
[6]) *T. P. Hilditch, Hefter-Schönfeld*, Chemie und Technologie der Fette und Fettprodukte I. Bd., S. 80, J. Springer, Wien (1936).
[7]) *H. P. Kaufmann* und *W. H. Nitsch*, Fette und Seifen **56**, 154 (1954); **57**, 473 (1955).

Oxydationen in Obst und Obstsäften

Von *W. Biedermann*, Basel
(Arbeit ausgeführt an der Eidg. Versuchsanstalt, Wädenswil)

Bei der Herstellung von Fruchtsäften besteht heute das Bestreben, möglichst natürliche Produkte zu erzeugen. Jedoch fliesst bekanntlich Apfelsaft bereits ab Presse völlig braun. Auch bei andern Früchten (Birnen, Trauben, Kirschen usw.) treten Bräunungserscheinungen auf, welche sowohl beim Lagerobst wie auch in der Fruchtsaft- und Konservenindustrie sehr unerwünscht sind. Dies gab den Anstoss für die folgenden Untersuchungen, welche in den Jahren 1951/52 an der Eidg. Versuchsanstalt für Obst-, Wein- und Gartenbau, Wädenswil, ausgeführt wurden.

I. Übersicht über die Oxydationen in Fruchtsäften

Trotz vielen Publikationen herrscht noch wenig Klarheit auf dem Gebiet der Oxydationen in Fruchtsäften [1])[2]). Zahlreiche Arbeiten beschränken sich darauf, die Reaktionsmöglichkeiten aufzuzählen. So besteht heute die Auffassung, dass sich die Oxydationen in Fruchtsäften auf 3 verschiedene Arten abspielen können, nämlich

a) nicht katalysierte Oxydationen
b) durch Metallsalze katalysierte Oxydationen
c) durch Enzyme katalysierte Oxydationen.

Aber schon diese Einteilung steht auf schwankenden Füssen: Man kennt zwar aus Modellversuchen die beträchtliche katalytische Wirkung der Metalle; wie stark sich jedoch Spurenmetalle in der Praxis tatsächlich auswirken, ist noch wenig untersucht. Ähnlich steht es mit den Punkten a und c.

Es scheint uns nun, dass man bisher die *Geschwindigkeit* der Oxydationsvorgänge zu wenig beachtet hat. Nach unseren Erfahrungen verlaufen in der Praxis die nichtenzymatischen Reaktionen a und b im allgemeinen langsam; zu ihrer Beobachtung benötigt man mehrere Stunden, Tage oder Wochen. Die enzy-