

Präparative Darstellung reiner Erucasäure aus Rapsöl

Autor(en): **Hadorn, H. / Biefer, K.W.**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **47 (1956)**

Heft 2

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983956>

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.

Präparative Darstellung reinsten 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 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH} = \text{CH}-(\text{CH}_2)_{11}-\text{COOH}$ 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 Autoren¹⁾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 Erucasäurezahl⁴⁾ 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 Fettsäuregemisch 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 Kaliumhydroxydplättchen und 300 ml 90 %igem Alkohol am Rückflusskühler 1 Stunde gekocht. Die noch nicht vollständig er-

kaltete Seifenlösung wird in einen 1½-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 wässrig-alkoholische Phase wird anschliessend auf dem Wasserbad zur Entfernung des Alkohols eingengt. 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 reiner Erucasäure beschrieben. Die aus Rapsöl gewonnenen, vom Unverseifbaren und vom 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'insaponifiable et du dissolvant sont abandonnés à 18—20°, ce qui a pour effet 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, Hefster-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 Obstsaften

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-