

Apparatur zur Isolierung des ätherischen Oeles aus Gewürzen mit einer Vorrichtung zur Entnahme für GC-Untersuchungen

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

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **65 (1974)**

Heft 4

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983701>

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.

Kurze Mitteilungen — Communications brèves

**Apparatur zur Isolierung des ätherischen Oeles
aus Gewürzen mit einer Vorrichtung zur Entnahme
für GC-Untersuchungen**

K. Zürcher und H. Hadorn

Zentrallaboratorium Coop Schweiz, Basel

Zur Isolierung und quantitativen Bestimmung der ätherischen Oele werden diese in der Regel mit Wasserdampf aus den Gewürzen oder Drogen abdestilliert (1, 2). Sie schwimmen als ölige Flüssigkeit auf dem Destillat. Für diesen Zweck sind verschiedene Apparaturen vorgeschlagen worden. Wir benutzten während Jahren die Wasserbestimmungsapparatur nach *Pritzker* und *Jungkunz* (3, 4), die auch im Lebensmittelbuch (5) beschrieben ist. Die Gewürzprobe wurde während 1—2 Stunden mit Wasser destilliert, im kalibrierten Teil läßt sich das Volumen des ätherischen Oeles ablesen. Spezielle Apparaturen für die Bestimmung des ätherischen Oeles wurden von *Clevenger* (6, 7) sowie von *Flück* und Mitarbeitern (8) entwickelt. Diese Apparaturen erwiesen sich für unsere Zwecke als unbefriedigend, da wir das isolierte ätherische Oel anschließend gaschromatographisch untersuchen wollten. Das Kühlersystem ist mangelhaft, leicht flüchtige Anteile des ätherischen Oeles gehen verloren, was meistens an einem intensiven Geruch während der Destillation zu erkennen ist. Am Kühler bleiben oft Tröpfchen von ätherischem Oel hängen, die nur mühsam und unvollständig ins kalibrierte Meßrohr befördert werden können. Die Probeentnahme für die GC-Untersuchung ist bei diesen Apparaturen umständlich.

Aus diesen Gründen haben wir eine einfache Destillationsapparatur gebaut, die ein wirksames, geschlossenes Kühlersystem besitzt. Für die Gaschromatographie werden die Proben mittels einer Injektionsspritze entnommen, welche durch ein Gummiseptum in die Apparatur eingeführt wird. In Abbildung 1 ist die Apparatur wiedergegeben.

Beschreibung der Arbeitsweise

Im Birnenkolben (a) werden 5—10 g des zu untersuchenden Gewürzes mit ca. 250 ml Wasser, einigen Siedesteinchen und etwas Silikon-Antischaum-Emulsion versetzt. Der obere Teil der Apparatur wird mit Wasser gefüllt. Der Hahn (h) wird geschlossen, das Schraubventil (g) bleibt offen. In vielen Fällen empfiehlt es sich, in das kalibrierte Rohr des Aufsatzes 0,2 ml Cyclohexan oder eine Mi-

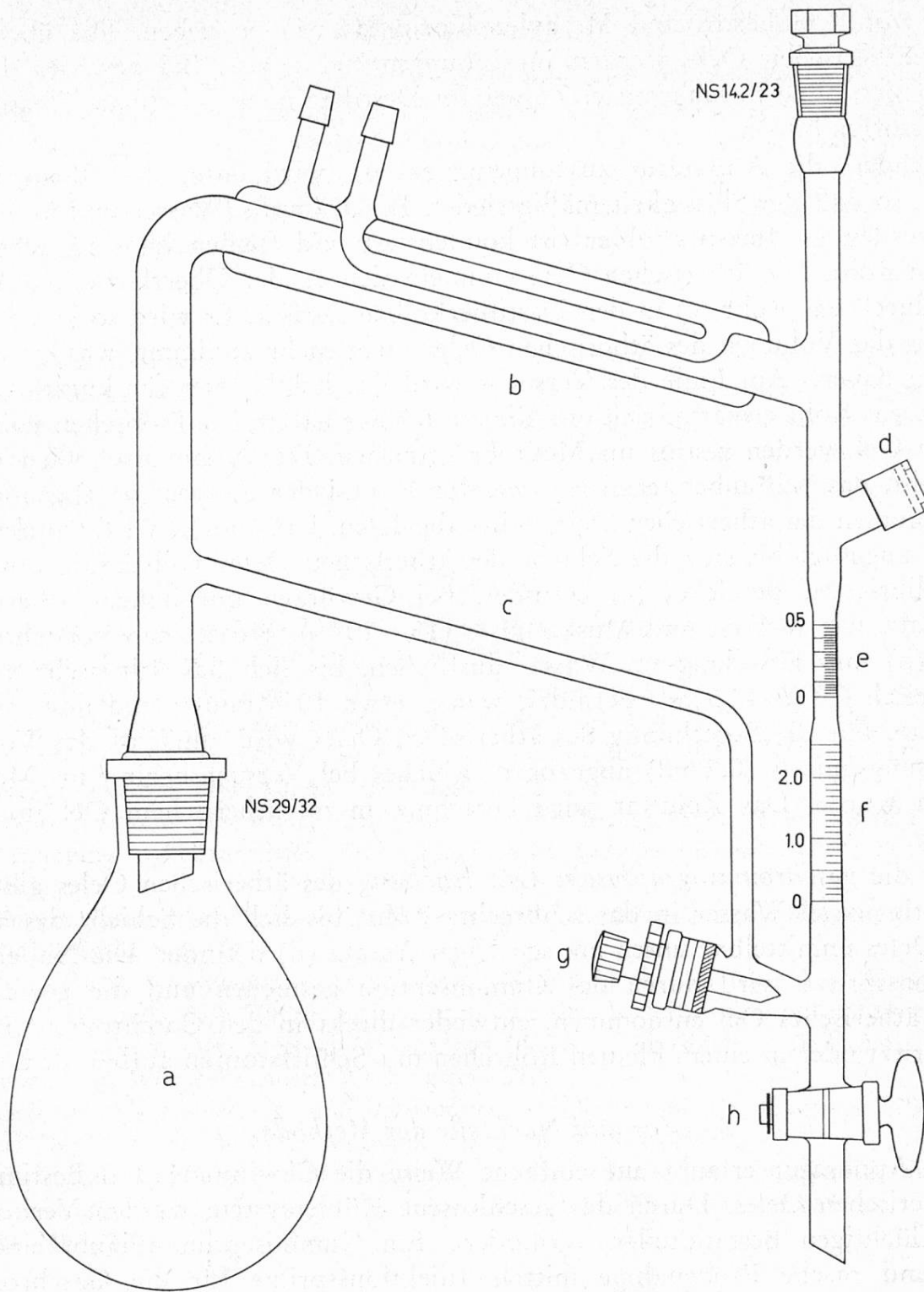


Abb. 1. Apparatur zur Isolierung und Bestimmung des ätherischen Oeles.

- a) Birnenkolben 750 ml
- b) Intensivkühler
- c) Rohr für Wasserrückfluß
- d) Ansatz mit Gummi-Septum für die Probenahme
- e) kalibriertes Meßrohr mit Teilung in 0,02 ml
- f) kalibriertes Meßrohr mit Teilung in 0,05 ml
- g) Schraubventil aus Kunststoff
- h) Glashahn.

schung von Cylohexan und Methylenchlorid (10 : 1) zu geben. Die überdestillierten ätherischen Oele werden im Lösungsmittel gelöst. Bei gewissen Drogen können sich ohne Lösungsmittel-Zusatz im Destillat nicht mischbare Phasen von Aromastoffen bilden.

Nachdem die Apparatur zusammengesetzt ist, wird unter dem Birnenkolben geheizt, so daß die Flüssigkeit mäßig siedet. Die Dämpfe (Wasser und ätherisches Oel) werden im Intensivkühler (b) kondensiert und fließen ins senkrechte, kalibrierte Rohr. Die ätherischen Oele sammeln sich an der Oberfläche, das Wasser fließt durch das Rohr (c) in den Destillierkolben zurück. Es wird so lange destilliert, bis das Volumen des ätherischen Oeles nicht mehr zunimmt, was etwa 2—3 Stunden dauert. Am Ende des Versuchs wird das Kühlwasser für kurze Zeit abgestellt, das Rohr erwärmt sich und die am Kühler haftenden Tröpfchen von ätherischem Oel werden restlos ins Meßrohr getrieben. Das Kühlwasser wird wieder angestellt, das Schraubenventil (g) geschlossen und der Kolben (a) abgenommen. Das Volumen des ätherischen Oeles wird abgelesen. Falls nötig, wird tropfenweise Wasser zugefügt bis sich die Schicht des ätherischen Oeles vollständig innerhalb des kalibrierten Bereiches (e) befindet. Bei Gewürzen mit hohem ätherischem Oelgehalt, wie Nelken und Muskatnüsse (15—20 %), öffnet man vorsichtig den Hahn (h) und läßt langsam Wasser ausfließen, bis sich das ätherische Oel im Meßbereich (f) (0—2,5 ml) befindet, wartet etwa 10 Minuten und liest das Volumen ab. Für die Berechnung des ätherischen Oeles wird zunächst das Volumen des Lösungsmittels (0,2 ml) abgezogen, welches bei Versuchsbeginn ins Meßrohr gegeben wurde. Das Resultat wird berechnet in ml ätherischem Oel in 100 g Gewürz.

Für die *gaschromatographische Untersuchung* des ätherischen Oeles gibt man vorsichtig soviel Wasser in das senkrechte Rohr, bis sich die Schicht des ätherischen Oeles unmittelbar unten am seitlichen Ansatz (d) befindet. Die Nadel einer Injektionsspritze wird durch das Gummiseptum gestochen und die gewünschte Menge ätherisches Oel entnommen, entweder direkt in den Gaschromatographen eingespritzt oder in einem kleinen Röhrchen mit Schliffstopfen aufbewahrt.

Vor und Nachteile der Methode

Die Apparatur erlaubt auf einfache Weise die Gewinnung und Bestimmung des ätherischen Oeles. Durch das geschlossene Kühlersystem werden Verluste an leicht flüchtigen Bestandteilen verhindert. Ein Gummiseptum erlaubt eine einfache und rasche Probenahme mittels Injektionsspritze für die Gaschromatographie. Als Nachteil muß erwähnt werden, daß wasserlösliche Bestandteile des ätherischen Oeles während der Wasserdampfdestillation ausgewaschen werden. Wie an Modellversuchen (9) gezeigt wurde, werden Phenol, o-Kresol, Furfurol und Cumarin vollständig ausgewaschen. Nur zum Teil sind Benzaldehyd, Hydrozimtaldehyd, Phenyläthanol und Methoxybenzaldehyd im Destillat vorhanden.

Zusammenfassung

Es wird eine einfache Apparatur zur Gewinnung des ätherischen Oeles aus Gewürzen mittels Wasserdampfdestillation beschrieben. Ein geschlossenes Kühlersystem verhindert Verluste an leicht flüchtigen Anteilen durch Verdunstung. In einem kalibrierten Rohr kann das Volumen des ätherischen Oeles abgelesen werden. Zur Probenentnahme für die GC-Untersuchung befindet sich seitlich ein Stutzen mit Gummiseptum. Mittels einer Injektionsspritze können die Proben direkt entnommen werden.

Résumé

Un appareil simple pour isoler les huiles essentielles d'épices par distillation à la vapeur d'eau est décrit. Un système fermé de réfrigération exclut les pertes par évaporation des composés volatils. Le volume de l'huile essentielle est lu sur un tube gradué. La prise d'échantillons pour chromatographie en phase gazeuse s'effectue, directement à l'aide de la seringue d'injection, à travers une membrane de caoutchouc, fixée à une ouverture latérale.

Literatur

1. *Staesche, K.*: «Gewürze». In Handbuch der Lebensmittelchemie, Bd. VI, S. 432. Springer, Berlin, Heidelberg, New York 1970.
2. *Herrmann, K.*: «Aetherische Oele». In Handbuch der Lebensmittelchemie, Bd. I, S. 362—389. Springer, Berlin, Heidelberg, New York 1965.
3. *Pritzker, J.* und *Jungkunz, R.*: Bestimmung des Wassergehaltes in Kochsalz. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **20**, 65—69 (1929).
4. *Pritzker, J.* und *Jungkunz, R.*: Ueber eine Halbmikro-Schnellmethode zur Wasserbestimmung in Lebensmitteln und Drogen. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **43**, 499—501 (1952).
5. Schweiz. Lebensmittelbuch, 5. Auflage, 1. Band, S. 499. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1964.
6. *Clevenger, J. F.*: Apparatur for the determination of the volatile oil. J. Am. pharmac. Assoc. **17**, 345—349 (1928), zitiert nach Handbuch der Lebensmittelchemie (1).
7. Volatile Oil. In Off. Methods of analysis (AOAC), 11. Edit., S. 513. Association of Official Analytical Chemists, Washington 1970.
8. *Flück, H.*, *Hegnauer, R.* und *Hoffmann, F.*: Festschrift P. Casparis (1949); vgl. auch Methode der Ph. Helv. V. Suppl. III, 1. Serie 1—2 (1958).
9. *Zürcher, K.* und *Hadorn, H.*: Versuche zur Beurteilung der Zimtqualität durch gaschromatographische Trennung des ätherischen Oeles. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **65**, 440—452 (1974).

K. Zürcher
Dr. H. Hadorn
Zentrallaboratorium der Coop Schweiz
Thiersteinerallee 14
CH-4002 Basel