Präsentation zur Seminararbeit mit dem Thema:

„Gewinnung von ätherischen Ölen durch Wasserdampfdestillation – Ausbeutevergleich verschiedener Pflanzen und Pflanzenteile“

Von Raphaela Kaiser

Am 17.11.2014

Begriffsbestimmung ätherischer Öle

- Stark riechende, leicht flüchtige, ölartige Stoffe
- Duft dient der Pflanze zur Anlockung von Bestäubern, zum Fernhalten von Schädlingen und Schutz gegen Krankheiten; außerdem „Verdunstungsschutz“ für Pflanzen, die einen sonnigen Standort bevorzugen
- Ätherische Öle werden in besonderen Öldrüsen der Pflanze gebildet und im Pflanzengewebe gespeichert
- Echte ätherische Öle besitzen Duft- und Heilwirkung; künstliche Öle dagegen haben nur Duft-, aber keine Heilwirkung
- Ätherisches Öl ist im Gegensatz zu Speiseöl kein fettes Öl

Anwendung ätherischer Öle

Allgemein:

- Ätherische Öle finden wir in:



Parfümerie



Gewürze



Arzneimittel & Medikamente

- sowohl innerliche, als auch äußerliche Anwendung sowie in der Aromatherapie

- Auch ätherische Öle müssen innerlich sorgfältig dosiert werden; ansonsten Nebenwirkungen, wie Übelkeit und Erbrechen bzw. schwere Vergiftungen

- ätherische Öle sind hochkonzentriert sollten äußerlich nur in geringer Dosierung verwendet und nie direkt auf Haut aufgetragen werden; ansonsten kann Haut zu stark gereizt werden und allergische Reaktionen können auftreten

Durchführung einer Wasserdampfdestillation

- Wasserdampfdestillation ist einfachste und schonendste Gewinnungsmethode

- Dampf durchdringt die Pflanzen und zieht die ätherischen Öle besonders schonend aus dem Pflanzenmaterial → empfindlichen Öle somit nicht beschädigt

- Leicht flüchtige Substanzen durch Wasserdampf mitgerissen, strömen mit ihm bis zur Kühlung, wo das Gemisch kondensiert → Destillat ist nach Kühlvorgang flüssig

- Destillat besteht überwiegend aus Hydrolat (duftendes Wasser) und oben aufschwimmender, dünner Schicht aus ätherischem Öl

- Ätherisches Öl muss nun mit einer Messpipette, einem Scheidetrichter oder automatischem Ölabscheider von Hydrolat abgetrennt, in kleine Gläschen gegeben und an einem kühlen, dunklen Ort verwahrt werden

→ **Fazit:** Im Hydrolat befinden sich überwiegend die wasserlöslichen Wirkstoffe der Pflanzen, im Öl befinden sich die fettlöslichen Inhaltsstoffe



Ausbeuteberechnung

- Durch Ausbeuteberechnung kann man ätherischen Ölgehalt verschiedener Pflanzen miteinander vergleichen

- Hydrolat wurde dazu in mehreren 5ml-Gläschen aufgefangen, um den richtigen Zeitpunkt für Beenden der Destillation abzupassen → Größter Teil gewonnenen Öls in ersten 3 Fläschchen

- Gläschen mit Hydrolat wurden 2-3 Wochen im Kühlschrank (da kalt und dunkel) gelagert → Öl wurde dann mit 1ml-Einmalinsulinspritze abgezogen, die so fein ist, dass man Werte bis 0,01ml ablesen kann.



Ausbeuteberechnung



1ml-Einmalinsulinspritze; auf 0,01ml genau ablesbar

Ausbeuteberechnung

- Mit folgender Gleichung kann die Ausbeute des gewonnenen ätherischen Öls berechnet werden:

$$\frac{\text{Ölmenge (ml) x 100}}{\text{Pflanzenmenge (g)}} = \text{Ausbeute in \%}$$

- Dichte des Öls wird bei dieser vereinfachten Berechnung nicht berücksichtigt

Verwendung verschiedener Pflanzen

Anisfrüchte:

- 70g getrocknete Anisfrüchte wurden destilliert.

  Ausbeute: **1,4%**

- **Besonderheit bei Anis:**

  - Anisöl bei Zimmertemperatur flüssig; im Kühlschrank erstarrt, ähnelt gefrorenen Eisflocken

  - beim Erwärmen schmelzen diese ganz schnell und sehen wieder wie Öltropfen aus

Öl aus Anisfrüchten



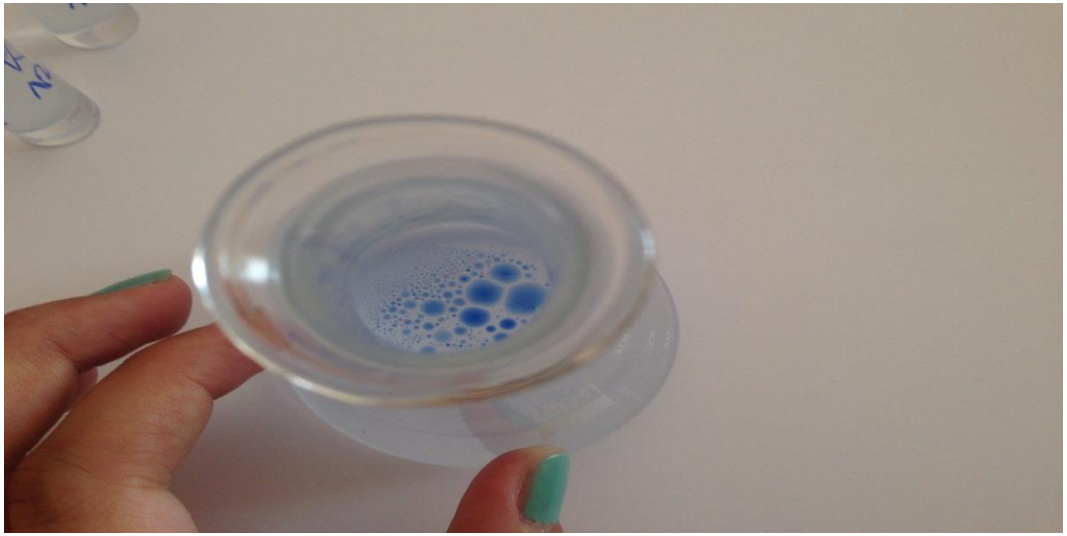
Verwendung verschiedener Pflanzen

Kamillenblüten:

- Weder bei getrockneten, noch frischen Kamillenblüten konnten quantitative Mengen an ätherischem Öl erhalten werden

- Bei qualitativ hochwertigen Kamillenblüten aus der Apotheke → dickflüssige, dunkelblaue „Flocken“ im Destillat

- Hierbei handelt es sich um **Azulen,** den „Hauptwirkstoff“ von Kamille; haftet so fest an Oberflächen, dass er nicht quantitativ gemessen werden konnte



Nelken



Verwendung verschiedener Pflanzen

Thymiankraut:

- Hydrolat ist nach der Destillation leicht hellbraun; nach ca. 2 Wochen Aufbewahrung in dunklen Glasflaschen im Kühlschrank orange-braune Färbung, in der Mitte des Glasfläschchens ein dunkelbrauner Fleck

- Bei 40g getrocknetem Thymiankraut: *Ausbeute:* **1,1%**



Verwendung unterschiedlicher Pflanzenteile

- Ätherische Öle vor allem in Blättern, Blüten, Früchten, Wurzeln, Rhizomen und Hölzern

Pfefferminze:

- drei Destillationen von je 30g frischen, kleingeschnittenen Pfefferminzblättern → Ausbeute insgesamt 0,72ml → *Ausbeute:* **0,8%**

- 30g frische, kleingeschnittene Pfefferminzstängel: nur aromatisches Hydrolat, d.h. ätherisches Öl vorhanden, aufgrund zu geringer Menge aber nicht abzutrennen

- 30g frische, kleingeschnittene Pfefferminzwurzel: kein aromatisches Hydrolat, also kein ätherisches Öl nachgewiesen

Verwendung unterschiedlicher Pflanzenteile

Rosenblüten:

- 3 x 30g frische, kleingeschnittene Rosenblüten: nur angenehm riechendes Hydrolat
- gleiche Menge kleingeschnittener Stängel und Blätter: kein aromatisches Hydrolat.



→ **Ergebnis: In manchen Pflanzen sind ätherische Öle streng auf bestimmte Pflanzenteile beschränkt, in anderen Pflanzen kommen sie in allen Gewebeteilen vor.**

Vergleich getrockneter und frischer Pflanzenteile

Salbei:



- 50g frische, kleingeschnittene Salbeiblätter: *Ausbeute:* **0,8%**

- Nun 50g frische Salbeiblätter gepflückt und bei 35°C im Heißluftherd getrocknet→ nach Trocknen wogen Blätter nur noch 10g, d.h. frische Blätter enthalten 5 x so viel Wasser

- 10g getrocknete Salbeiblätter: nur Hydrolat → deshalb wurden 50g getrocknete Blätter destilliert, was somit eigentlich 250g frischen Blättern entsprach:

  Ausbeute: **0,5%**



Vergleich getrockneter und frischer Pflanzenteile

Ergebnis:

- Durch Trocknen von Heilpflanzen will man ihnen Wasser entziehen und sie somit haltbar machen → Damit soll verhindert werden, dass pflanzeneigene Enzyme Wirkstoffe umwandeln oder abbauen

- Deshalb Pflanzen nach Ernte schnell und zügig trocknen, entweder an luftigem, schattigem Platz oder bei künstlicher Wärme (z.B. Backofen).

- Trocknen in praller Sonne oder über 35°C im Backofen vermeiden, da sich ätherische Öle verflüchtigen können

- Wichtig beim Trocknen auch gute Luftzirkulation, um Gärung oder Fermentierung zu verhindern

- Trocknungsprozess reicht allerdings nicht immer aus, um Enzymtätigkeit zu stoppen

→ **Fazit: Aus frischen Pflanzen gewinnt man mehr ätherisches Öl als aus getrockneten Pflanzen.**

Einfluss des Zerkleinerungsgrades der Pflanze auf die Ausbeute

Getrockneter Fenchelsamen:

- 50g Fenchel im Mörser leicht angestoßen → *Ausbeute:* **1,8%**
- 50g Fenchel in Mühle zerkleinert: → *Ausbeute:* **3,0%**

→ ***Ergebnis*:** höhere Ausbeute beim Zerkleinern des Fenchelsamens in der Mühle



Einfluss des Zerkleinerungsgrades der Pflanze auf die Ausbeute

Pfefferminze:

- 30g klein geschnittene, frische Pfefferminzblätter: → *Ausbeute:* **0,8%**
- 30g frische, in der Mühle zerhackte Pfefferminzblätter → *Ausbeute:* **0,6%**

→ **Ergebnis:** geringere Ausbeute durch Zermahlen der frischen Blätter in der Mühle

Einfluss des Zerkleinerungsgrades der Pflanze auf die Ausbeute

Erklärung:

- Pflanzengewebe wird durch Zerkleinern teilweise zerschnitten oder zerrissen → Dampf kann schneller und besser in eingelagerten Wirkstoffe gelangen

- Je feiner Droge zerschnitten, desto mehr Zellen werden zertrümmert → mehr Zellinhalt kann ausgewaschen werden

- Früchte und Samen, meist reich an ätherischen Ölen, sollten angestoßen bzw. zermahlt werden, da so schwer zugängliche Ölgänge geöffnet werden

- Zerquetschen bei „empfindlichen“ Pflanzenteilen führt dagegen zu geringerer Ausbeute, da ätherisches Öl aufgrund der großen Oberfläche aus zerschnittenen/ zerquetschten Pflanzenteilen zu schnell verdunstet

→ **Fazit: Je geringer der Anteil an ätherischem Öl in einer Pflanze ist, desto mehr beeinflusst der Zerkleinerungsgrad die Ausbeute.**

Einfluss des Erntezeitpunktes auf die Ausbeute

Pfefferminze:

- Mehrere Pflanzen der gleichen Sorte für Versuch verwendet

- Pfefferminzpflanzen standen 3 Wochen in der Sonne → 50g frische, kleingeschnittene Pfefferminzblätter zur Mittagszeit geerntet und destilliert → *Ausbeute:* **0,8%**

- Nach ein paar Tagen Regenwetter → 50g frische, kleingeschnittene Pfefferminzblätter destilliert → *Ausbeute:* **0,3%**

Ergebnis:

→ Durch Einfluss von Sonnenlicht deutlich höhere Ausbeute an ätherischem Öl, da Sonne maßgeblich an Bildung wichtiger Inhaltsstoffe beteiligt ist

→ Drogenqualität maßgeblich vom Erntezeitpunkt bestimmt

Übersicht über die Ausbeute der untersuchten Pflanzen und Vergleich mit Literaturwerten

Versuchsmaterial	Eigene Werte in %	Literaturwerte in %
Anisfrüchte getrocknet	1,4	2,0-6,0
Fenchelfrüchte getrocknet und gemahlen	3,0	5,0-7,0
Kümmelfrüchte getrocknet	1,8	2,5-7,0
Nelkenblüten getrocknet	8,4	14,0-20,0
Pfefferminzblätter frisch	0,8	1,3-2,1
Salbeiblätter frisch	0,8	1,3-2,6
Thymiankraut getrocknet	1,1	0,75-6,3

Berücksichtigung der Dichte bei der Ausbeuteberechnung

- Bei vereinfachter Ausbeuteberechnung wird Masse mit Volumen gleichgesetzt:

$$\frac{\text{Ölmenge } (\mathbf{ml}) \text{ x } 100}{\text{Pflanzenmenge } (\mathbf{g})} = \text{Ausbeute in \%}$$

- Durch Berücksichtigung der Dichte kann man die Masse an gewonnenem ätherischen Öl berechnen und somit quasi Masse mit Masse prozentual vergleichen

- Bei den meisten ätherischen Ölen liegt die Dichte nahe bei der von Wasser, nämlich 1,0

- Anders sieht es zum Beispiel bei Nelkenöl (D = ~ 1,04$\frac{g}{ml}$) und Thymianöl (D = ~ 0,895$\frac{g}{ml}$) aus

- $\mathbf{D} = \frac{\text{Masse } \mathbf{m}}{\text{Volumen } \mathbf{V}} \rightarrow \boldsymbol{m} = D \; x \; V$

- Bei 100g verwendeter Nelke: m = 1,04$\frac{g}{ml}$ x 8,4ml = 8,736g → Ausbeute entspricht also 8,74% (vorher 8,4%)

- Bei 100g verwendetem Thymian: m = 0,895$\frac{g}{ml}$ x 1,1ml = 0,984g → Ausbeute entspricht also 0,98% (vorher 1,1%)

Dünnschichtchromatographie

Definition:

- Dünnschichtchromatographie (DC) Trennverfahren von Stoffen

- Mithilfe einer DC kann man eine Identifizierung von Drogen vornehmen:

  - am unteren Rand einer mit Kieselgel oder Aluminiumoxid beschichteten Platte wird Lösung der zu untersuchenden Substanz punktförmig aufgetragen
  - Trägerplatte wird in dicht schließende Kammer, deren Boden mit Laufmittel bedeckt ist, gestellt
  - Durch Laufmittel werden verschiedene Bestandteile unterschiedlich weit transportiert
  - Nach Beenden der Trennung können getrennte Substanzen durch Ansprühen mit speziellen Reagenzien oder durch UV-Bestrahlung als Flecken sichtbar gemacht werden

  Mit Hilfe der DC sollte nun die Identität des im Versuch verwendeten, selbst gepflückten Kümmels geklärt werden.

Vergleich eines selbst gewonnenen ätherischen Öls mit einem Handelsöl mittels Dünnschichtchromatographie

Vorgaben für die Durchführung der Dünnschichtchromatographie stammen aus J. Wolfs Buch „Mikro-Dünnschicht-Chromatographie:

DC:	Micro-DC, Laufstrecke ca. 6cm, Laufzeit etwa 12 Minuten
Schicht:	DC-Platten Polygram Polyamid-6
Fließmittel:	9,7 ml Toluol und 0,3 ml Ethylacetat
Untersuchungslösung U:	3 Tropfen des zu untersuchenden Öls werden in 3ml Toluol gelöst, davon werden 1µl punktförmig aufgetragen

R = Referenzlösung aus Oleum Carvi Ph.Eur.7.0

K1 = Kümmelöl (Gartenkümmel)

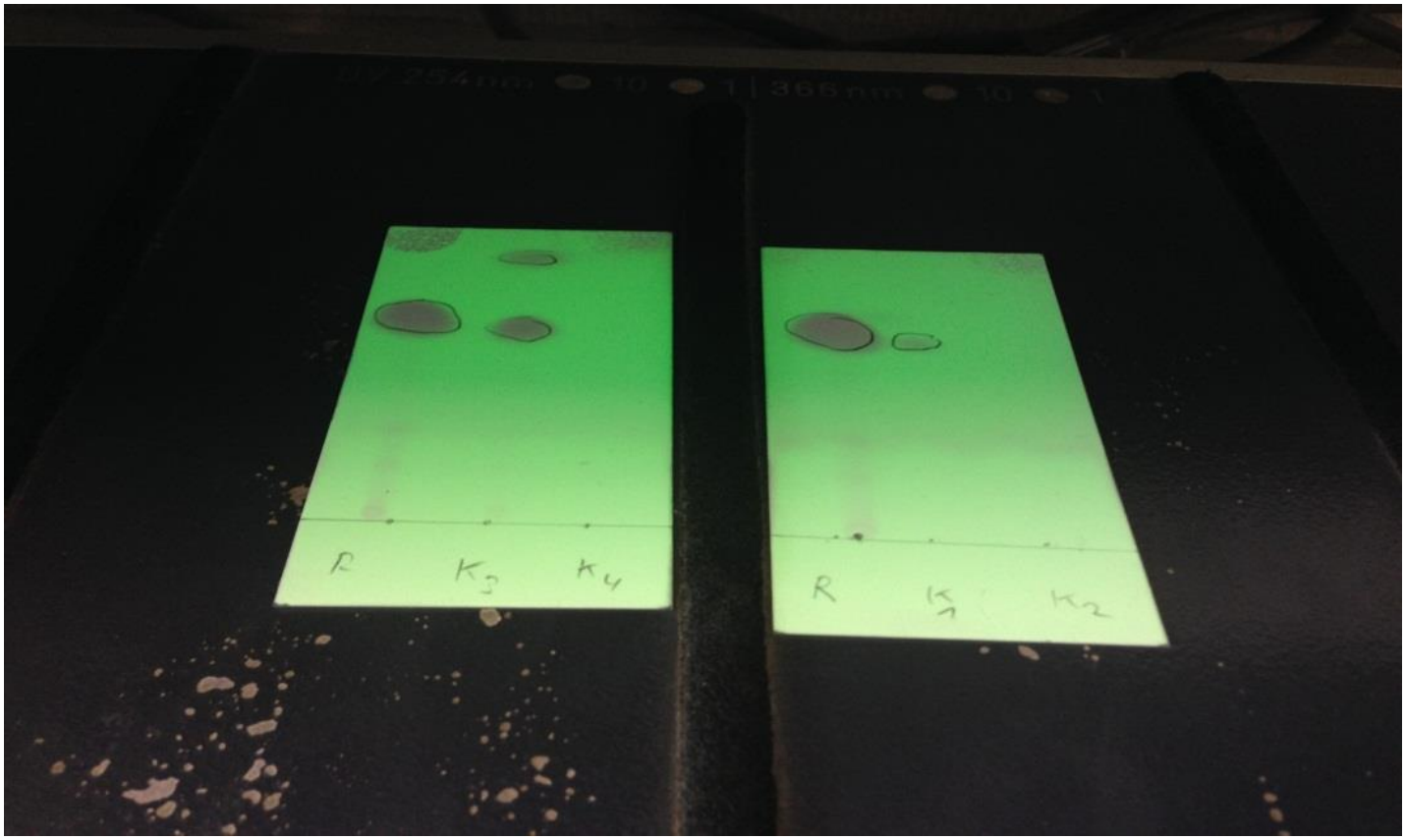
K2 = Kümmelöl (Wiesenkümmel?)

K3 = Kümmelöl (Apothekenkümmel)

K4 = Kümmelöl (Kümmelpulver aus dem Supermarkt)

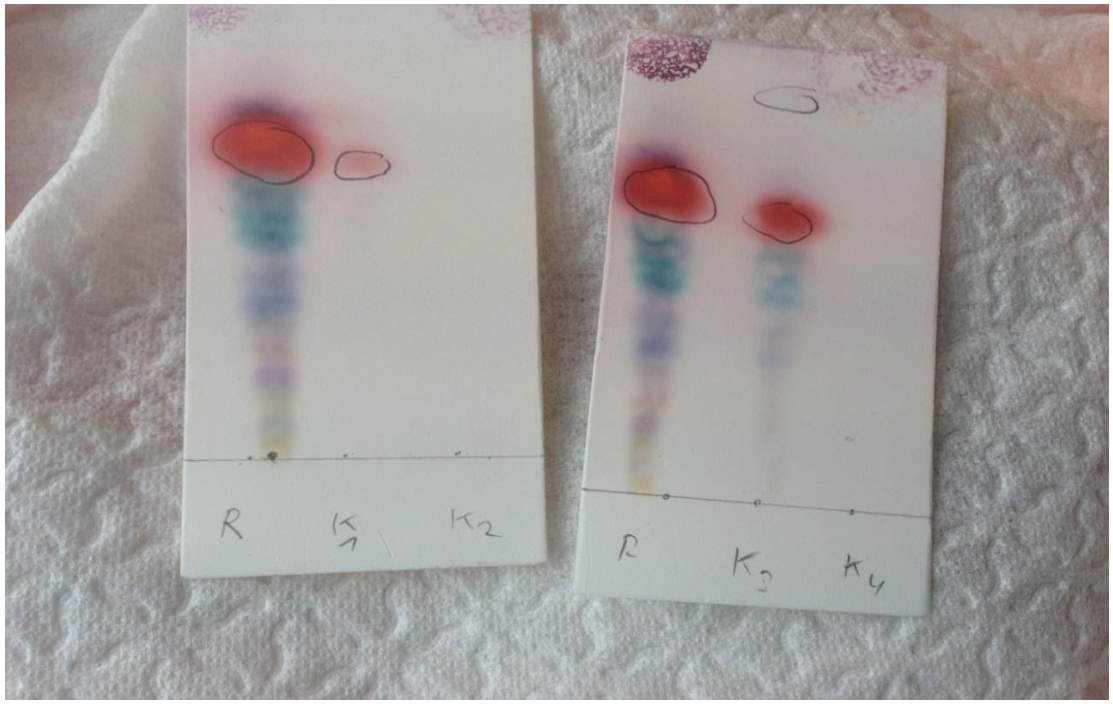
Vergleich eines selbst gewonnenen ätherischen Öls mit einem Handelsöl mittels Dünnschichtchromatographie

Nachweis: die DC-Platte wird unter dem Abzug getrocknet (bzw. mit einem Fön), danach wird sie im UV-Licht bei 254nm ausgewertet



Die DC-Platte wird anschließend mit *Anisaldehydreagenz R* besprüht, erneut getrocknet und auf einer Heizplatte bei ca. 100°C erhitzt, bis alle Zonen farblich gut entwickelt sind.

Auswertung der DC



Referenzlösung R:

- Im UV-Licht Zone des Carvons erkennbar.
- Nach Besprühen mit Anisaldehydreagenz und Erhitzen färbt diese sich rotbraun
- Darunter kleinere rosa, blau oder violett gefärbte Zonen

Untersuchungslösung K1:
Carvon- Zone im UV-Licht und nach Detektion deutlich sichtbar; eindeutig identifiziert als Gartenkümmel

Untersuchungslösung K2: Fleck; handelt sich bei diesen Früchten nicht um Kümmel, sondern wahrscheinlich eher um Wilde Möhre

Untersuchungslösung K3: Öl aus Apothekenkümmel zeigt im Chromatogramm fast identische Zonen wie die Referenzlösung, d.h. Kümmelfrüchte haben sehr gute Qualität

Untersuchungslösung K4: Chromatogramm zeigt weder Zone des Carvons, noch andere → aus Kümmelpulver aus dem Supermarkt kein ätherisches Öl gewonnen; offensichtlich Pulver von minderer Qualität

Quellen

- Al-Ambik: Ratgeber zum Destillieren. Verlag Editorial UNICO, Eiterfeld, 2004-2011
- Bauer, Kurt H. / Frömming, Karl-Heinz / Führer, Claus: Pharmazeutische Technologie. Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft Stuttgart, Stuttgart, 9. Auflage, 2012
- Bergland Pharma GmbH: Paradies der Düfte. Folgen Sie Ihrer Nase. Heimertingen / Allgäu, o. J.
- Bocksch, Manfred: Das praktische Buch der Heilpflanzen. BLV Verlagsgesellschaft, München, 4. Auflage, 2003
- Friedland, Jürgen: Arzneiformenlehre für pharmazeutisch-technische Assistenten. Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 2. Auflage, 1987
- Malle, Bettina / Schmickl, Helge: Ätherische Öle selbst herstellen. VERLAG DIE WERKSTATT, Göttingen, 4. Auflage, 2005
- Möller, Kai: Destillatio. Destillen & Destillieren. Verlag Editorial UNICO, Norderstedt, 2005
- Apotheker Pahlow, Manfred: Das grosse Buch der Heilpflanzen. Verlag Gräfe und Unzer, München, Neuauflage 1993
- Redaktion Schule und Lernen: Schülerduden Chemie. Dudenverlag, Mannheim, 6. Auflage, 2007
- Dr. Stumpf, Ursula: Unsere Heilkräuter. Bestimmen und anwenden. Verlag KOSMOS, Stuttgart, 2012
- Wagner, Hildebert / Bladt, Sabine / Zgainski, Eva Maria: Drogenanalyse. Springer-Verlag, Berlin / Heidelberg / New York, 1983
- Wagner, Hildebert: Pharmazeutische Biologie. Gustav Fischer Verlag, Stuttgart / New York, 4. Auflage, 1988
- Wolf, Jürgen: Mikro-Dünnschicht-Chromatographie. Govi-Verlag, Eschborn, 3. Auflage, 2012
- http://m.spiegel.de/wirtschaft/service/bild-848300-53790.html
- http://www.wijd-en-zijd.nl/112-nieuws/1843/parfum-in-beslag-genomen/
- http://www.naturheilkunde-kompakt.de/index.php?id=310&tx_ttnews%5Btt_news%5D=7491&cHash=01503ef635ac53d5ec44389592f5e2cb