

Forum Essenzia – Dialog mit Düften

**3. Symposium zur Aromatherapie, Aromapflege und
Aromakultur am 08./09.06.2002 in München**

**Optimierung der Wasserdampf-Destillation
ätherischer Öle und Untersuchungen zur
Zusammensetzung von Pfefferminzölen
verschiedener Herkünfte**



**Prof. Dr. Ulrich Bomme
und Rudolf Rinder
Freising - Weihenstephan**

Vortragsgliederung

- **Warum beschäftigt sich die LBP mit dieser Thematik?**
- **Technologische Ausgangssituation zu Beginn des Forschungsvorhabens „Destillation ätherischer Öle“.**
- **Aufgabenstellung des Forschungsprojekts.**
- **Anlagen- und Verfahrensoptimierung.**
- **Ausgewählte Ergebnisse zu Baldrian und Zitronenmelisse.**

- **Zusammenfassung „Optimierung der Wasserdampf-Destillation ätherischer Öle“.**
- **Kurze Darstellung des Evaluierungsprogramms eines großen Minzensortimentes.**
- **Ausgewählte Ergebnisse zur Zusammensetzung des ätherischen Öls spezieller Pfefferminzherkünfte.**
- **Fazit aus den Pfefferminz-Öluntersuchungen.**

Warum Beschäftigung mit dieser Thematik?

- Sachgebiet „Heil- und Gewürzpflanzen“ der LBP eine von nur sehr wenigen Institutionen in ganz Deutschland, die sich seit mehr als 25 Jahren mit kontinuierlicher und neutraler Forschungs- und Beratungstätigkeit zum Feldanbau von Heil- und Gewürzpflanzen beschäftigt.



- Aufgrund mehrjähriger **Exaktversuche** in Labor, Glashaus und auf dem Feld Entwicklung **moderner** und **umwelterträglicher** Anbauverfahren für eine Vielzahl von Arten sowie züchterische Arbeiten an ausgewählten Arzneipflanzenarten.



- **Unterstützung der heimischen Landwirtschaft beim Feldanbau dieser schwierigen und anspruchsvollen Pflanzen im Hinblick auf Qualitätsverbesserung der Ernteprodukte und Produktionsalternativen.**
- **Gewinnung ätherischer Öle aus frischen Pflanzen durch Wasserdampf-Destillation denkbare derartige Alternative.**



FORSCHUNGSPROJEKT

Wasserdampf- Destillation ätherischer Öle aus frischen Pflanzen in Bayern

FÖRDERUNG

Bayerisches Staatsministerium
für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten

ZUSAMMENARBEIT

Staatliches Versuchsgut Baumannshof,
Staatliche Versuchsgüterverwaltung Freising in München,
Bayerische Landesanstalt für Bodenkultur und Pflanzenbau

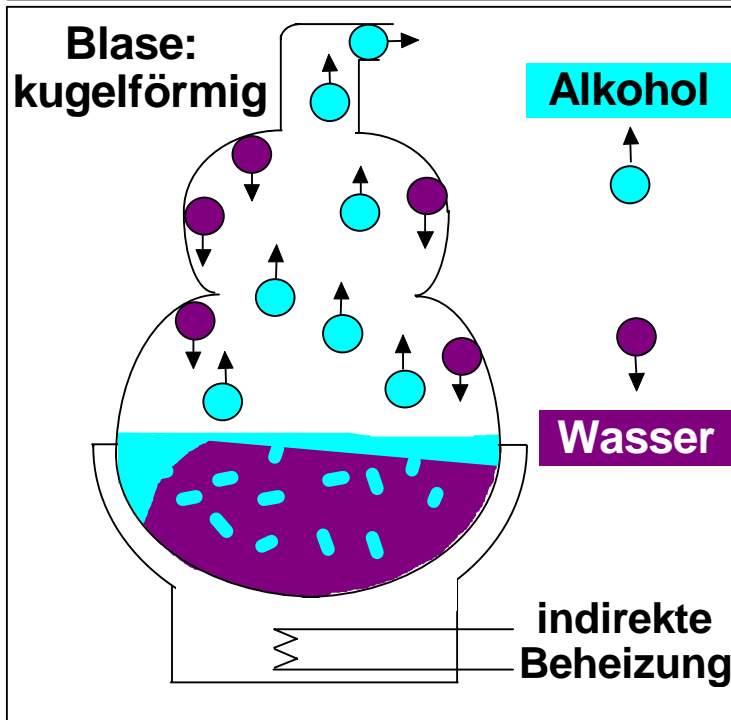
Technologische Ausgangssituation zu Beginn des Forschungsvorhabens

- Destillation ätherischer Öle seit 3000 vor Christus bekannt.
- Wasserdampf-Destillation ätherischer Öle weltweit praktiziert.
- Trotzdem in Deutschland kaum verbreitet.

- In Deutschland 1991 **keine** detaillierten, für den **Praktiker** nachlesbaren Hinweise zu technischen und pflanzenbaulichen Voraussetzungen für erfolgreiche Destillation vorhanden!
- **Keine** praxisreife, **allgemein verfügbare** Technik für Destillation ätherischer Öle vorhanden!
- Firmenangebote gingen von Anforderungen der **Alkohol-Destillation** aus → nicht geeignet für ätherische Öle!

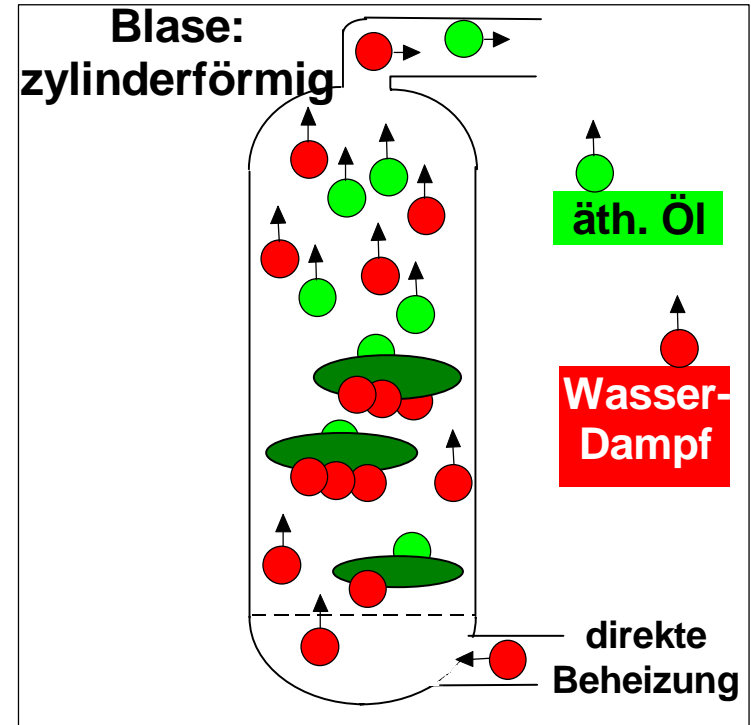
Prinzipbedingte Unterschiede zwischen Alkohol- und Wasserdampf-Destillation

ALKOHOL - DESTILLATION



TRENNUNG:
Alkohol von Wasser

WASSERDAMPF - DESTILLATION



TRENNUNG:
Ätherisches Öl von Pflanze

Aufgabenstellung Forschungsprojekt „Destillation ätherischer Öle“

■ Pflanzenbaulich-züchterischer Bereich

● Vier Arten ausgewählt:

Wurzelfrüchte Baldrian und Engelwurz.



Blattfrüchte Pfefferminze und Zitronenmelisse.



- **Weltweite Beschaffung von Sorten und Herkünften als Saat- und Pflanzgut.**
- **Mehrjährige Prüfungen.**



- **Selektion besonders guter Herkünfte und **Abgabe an die Praxis.****

■ Technologischer Bereich

- Entwicklung eines **optimierten** Verfahrens und einer **optimierten** Anlage zur praxisnahen Wasserdampf-Destillation ätherischer Öle.



- Bereitstellung fundierter **Entscheidungshilfen** und **fachlicher** Hinweise für eine optimale Destillation.
- **Ökonomische** Bewertung muss durch potentiellen Destillateur anhand **spezifischer** Betriebsverhältnisse erfolgen!



Ausgangszustand der gelieferten Destillationsanlage

Ziel der Optimierungsmaßnahmen

- Anlage soll für verschiedene Arten und Pflanzenteile geeignet sein.
- Kurze und vollständige Destillation durch schnelle Wärmeübertragung.
- Erhaltung der **natürlichen** Ölkomponenten.
- Eignung für **Frischware**.
- Effiziente Destillation ohne starke Zerkleinerung des Ernteguts.

Technologische Voraussetzungen für eine erfolgreiche Wasserdampf – Destillation mit frischen Pflanzenteilen

- **Dampfmenge muss Querschnitt von Blase und Zuleitungen entsprechen → stete Dampfsättigung und ununterbrochene Dampfströmung.**
- **Dampffluss von 3 – 4 kg pro m² Blasenquerschnittsfläche und Minute bei atmosphärischem Druck.**

- **Hohe zylindrische** Destillationsbehälter („Blasen“) – Blasenhöhe zu – querschnitt **nicht kleiner** als 3:1 → **Kaminwirkung** → schnelle und effiziente Wärme – übertragung, dadurch gleichmäßig an allen Pflanzenteilen **schichtweise** von unten nach oben ablaufende Wasserdampfkondensation, Bildung Öl – Wassergemisch, Verdampfung knapp unter 100°C.
- **Kein Überdruck, keine Taupunktunterschreitung an Seitenwänden.**

- **Füllhöhe** muss an Feuchtezustand des Materials durch ausreichende Höhe (mindestens 1,8 m) **angepasst** werden.
- **Große Rohrquerschnitte** zwischen Destillationsbehälter und Kühler → Vermeidung von Rückdruck und Siedepunkterhöhung.
- **Ausreichende Isolierung** → Vermeiden von Energieverlusten und Kondensatrückfluss.



Optimierte Versuchsdestillationsanlage mit karussellförmiger Kondensaterfassung

Pflanzenbauliche Voraussetzungen für eine erfolgreiche Wasserdampf - Destillation mit frischen Pflanzenteilen

- Geeignetes **genetisches** Ausgangsmaterial.
- Optimale Standort – und Wachstumsbedingungen.
- Richtiger **Erntetermin**.
- Quetschungsarme Ernte.
- Grobe, gleichmäßige Zerkleinerung.

- **Gleichmäßige**, schichtweise Befüllung des Destillationsbehälters.
- **Kein** tropfnasses Erntegut einfüllen → schlechtere Wärmeübertragung, Abtropfverluste → angewelktes Material günstig.
- Richtige **Füllhöhe** → feuchtes Erntegut höher, trockenes niedriger einfüllen.

Ergebnisse zur Ätherisch – Öl – Ausbeute aus frischen Baldrianwurzeln



- Geeignete Herkunft.
- Ernte Ende September bis Anfang Oktober.
- Wurzeln grob zerkleinern (glatte Schnittkanten).

- **Wurzeln waschen**
- **1 – 2 Tage abtrocknen lassen.**
- **Ölausbeute bis zu 0,15 Vol. % in den frischen Wurzeln.**
- **Bei 150 dt/ha Wurzelfrischmasse → rund 22 l bzw. 21 kg/ha ätherisches Öl.**
- **Unter Praxisbedingungen 15 – 20 l/ha Öl erreichbar.**

Ergebnisse zur Ätherisch – Öl – Ausbeute aus frischem Kraut von Zitronenmelisse



- Geeignete Herkunft.
- Ernte von Juni bis August bei Pflanzenhöhen zwischen 30 und 40 cm – **vor** Knospensansatz, **vor** starkem Krankheitsbefall und **vor** deutlicher Blattvergilbung im unteren Bereich.
Mai – und Septemberernten erzielen nur geringe Ölmengen.

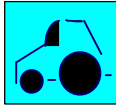
- Kraut auf 10 – 15 cm lange Teile zerkleinern (glatte Schnittkanten).
- Kraut gut abtrocknen lassen.
- Ausbeuten an Citral – und Citronellal – reichem Öl bis zu **0,05 Vol. %** im **frischen Kraut**.
- Bei 150 dt/ha Krautfrischmasse rund 7,5 l bzw. 6,9 kg/ha ätherisches Öl.
- Unter Praxisbedingungen **3 – 5 l/ha Öl** erreichbar.

Zusammenfassung „Optimierung der Wasserdampf-Destillation ätherischer Öle“

- Entwicklung eines **optimierten** Verfahrens und einer **optimierten** Anlage für die Wasserdampf - Destillation ätherischer Öle aus frischen oder angewelkten Pflanzenteilen gelungen!
- Technik direkt übertragbar auf große Praxisanlagen.
- Nur noch **30 – 40 minütige** Destillationsdauer bei vielen Arten.
- **Qualitativ** und **quantitativ** gute und hohe Ölausbeuten.

- Ölzusammensetzung in der Pflanze ändert sich während Destillation **nicht!**
- 28.02.2002 deutsche **Patenterteilung** an LBP; Erfinder **Rudolf Rinder.**
- **Merkblatt** LBP: Destillation ätherischer Öle.
- Vertrieb von Praxisanlagen durch **herba-TEC GmbH, 07778 Zimmern (Thüringen)**

Vorteile des neuen Verfahrens



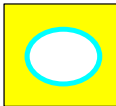
kurze Verarbeitungswege



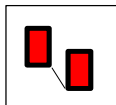
erntefrische Verarbeitung



hofnahe Destillation



einfache Destillation



leichte Trennung fester gebundener Öle



schnelle Wärmeübertragung



kurze Destillationszeiten



gefährloser Betrieb



Praxis-Destillationsanlage der Firma herba-TEC GmbH



Teilansicht Praxisanlage herba-TEC GmbH

Evaluierungsprogramm „Minzensortiment“

- 1991 – 1995 weltweite Beschaffung von 122 Sorten oder Herkünften von Minze (96 Pfefferminze) und Prüfung auf **Qualitätseigenschaften**.
- 1996 **Abgabe** von 13 Herkünften mit deutlich besseren Qualitätseigenschaften als das gängige Material an bayerische **Vermehrungsbetriebe**.

- 1996 – 1999 **exakte** Leistungsprüfungen mit ausgewählten Herkünften – auch zur Ertragsermittlung - auf dem Staatlichen Versuchsgut Puch/Landkreis Fürstenfeldbruck.



■ **Anbau und Pflege:**

- **Pflanzung bewurzelter Stecklinge Mitte Mai (1996 Mitte Juni).**
- **Mineralische Düngung nach Entzug und Bodengehalt.**
- **Mechanische Unkrautunterdrückung, keine Pflanzenschutzmittel.**

■ **Ernte im Knospenstadium/Blühbeginn:**

- **1. Standjahr: 2. Julihälfte bzw. Mitte August
Anfang bzw. Ende September.**
- **2. Standjahr: Ende Juni /Anfang Juli
Ende August bzw. Mitte
September.**

■ **Aufbereitung:**

- **Pro Wiederholung Mischprobe 1,5 kg frisches Kraut.**
- **Ermittlung der Stängel und Blätter.**
- **Trocknung der Blätter bei 40°C → Restfeuchte 6 – 8 %.**

- **Gewinnung des ätherischen Öls durch Wasserdampf-Destillation:
Droge nach DAB 10 ohne Xylol im Labor –
frische Blätter mit optimierter mobiler
Test-Destillationsanlage am Versuchsort.**



Mobile Test-Destillationsanlage

- **Gaschromatographische Bestimmung der Ölkomponenten (22) – Identifikation durch Vergleich der Retentionszeiten und Massenspektren mit Referenzsubstanzen – insgesamt 670 Muster aus 4 Anbaujahren.**
- **Varianzanalytische Verrechnung nach SAS – Verwendung des strengen Tukey-Tests.**

Untersuchte Ölkomponenten

alpha-Pinen

Sabinen

beta-Pinen

Myrcen

3-Octanol

alpha-Terpinen

l-Limonen

Cineol

Ocimen

Linalool

Menthon

Menthofuran

Isomenthon

(+) Neomenthol

Menthol

Isomenthol

Pulegon

(-) Carvon

Piperiton

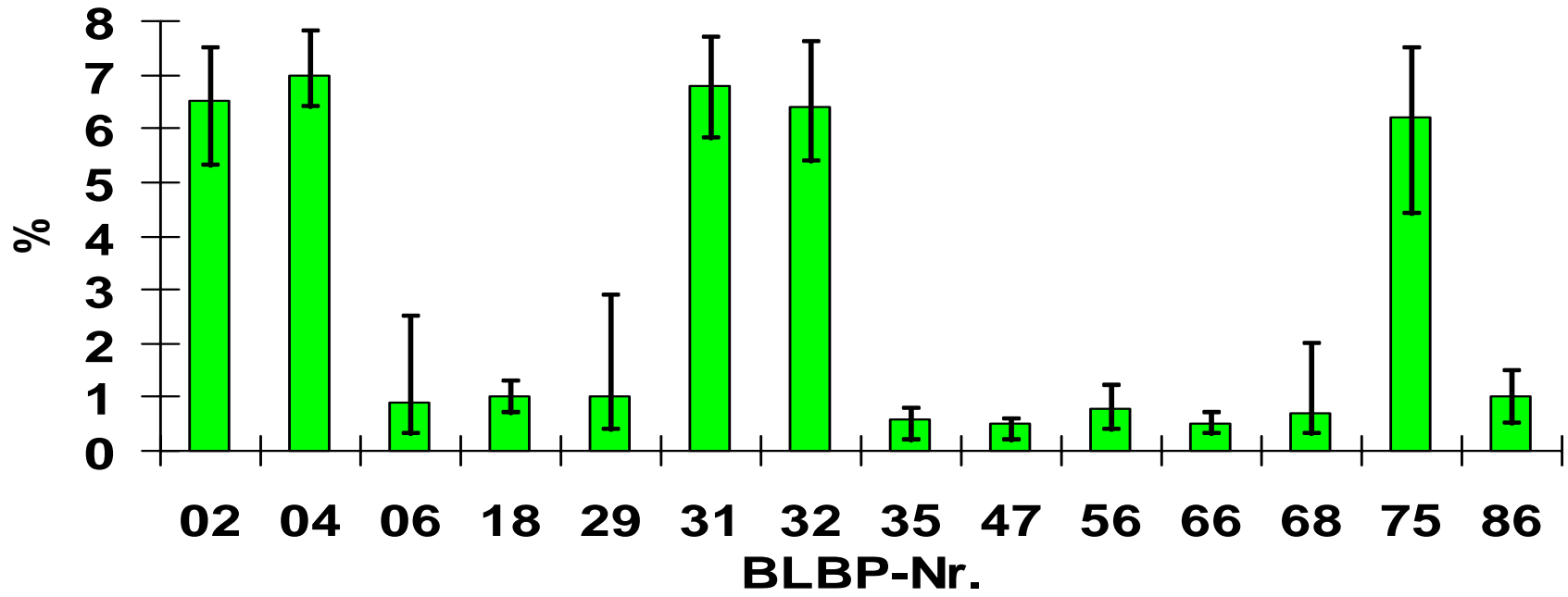
Menthylacetat

beta-Caryophyllen

alpha-Humulen

2. Standjahr

GD 5 % Tukey = 1,0



■ Mittelwert

I Spannweite über die Jahre und Schnitte

Abb. 1: Einfluss der Herkunft auf den Limonen-Anteil ⁺⁾ im ätherischen Öl von Pfefferminz-Droge – mehrjähriger Durchschnitt aus 2 Schnitten

⁺⁾ 1,0 – 5,0% in *Menthae piperitae aetheroleum* (Ph.Eur.1997)

2. Standjahr

GD 5 % Tukey = 3,6

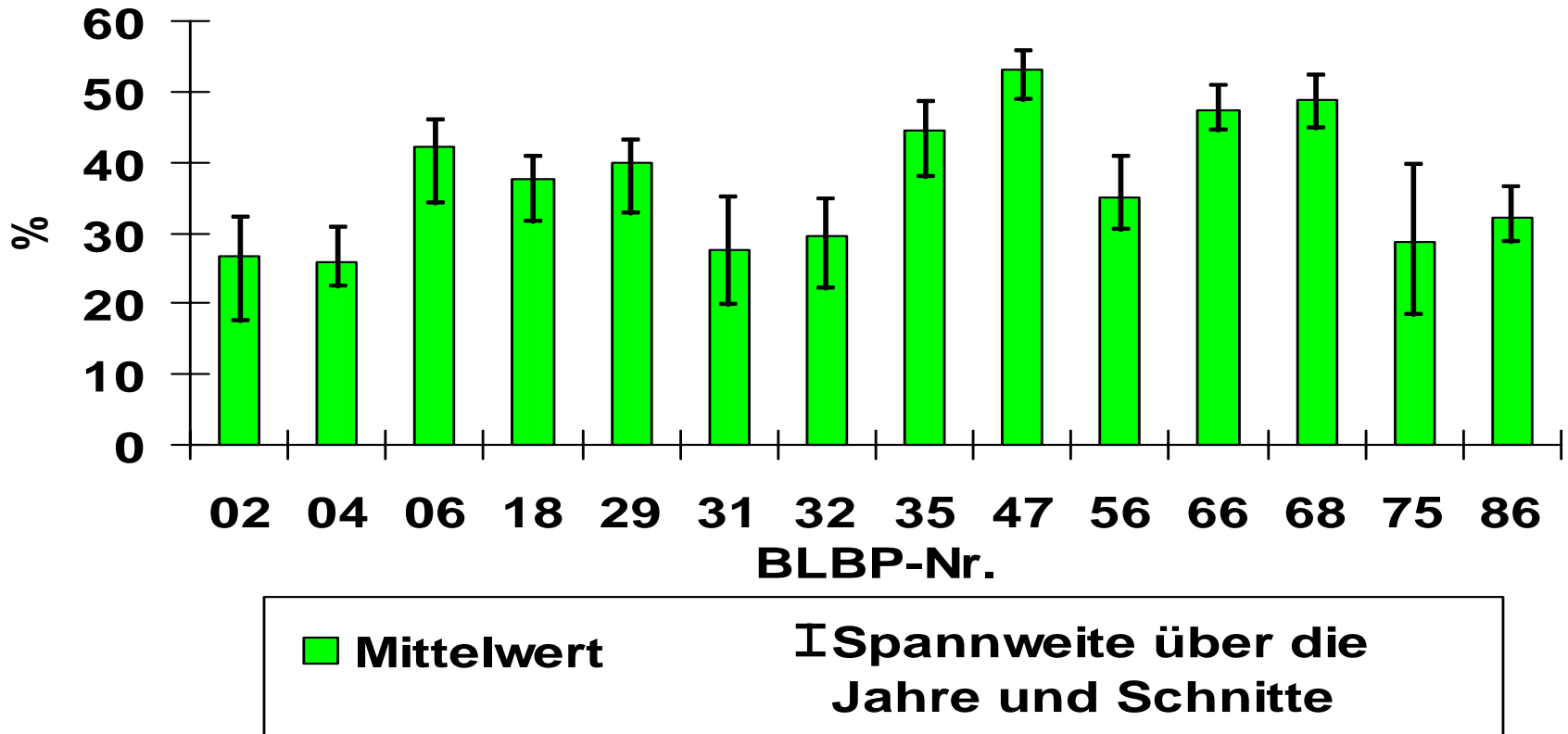
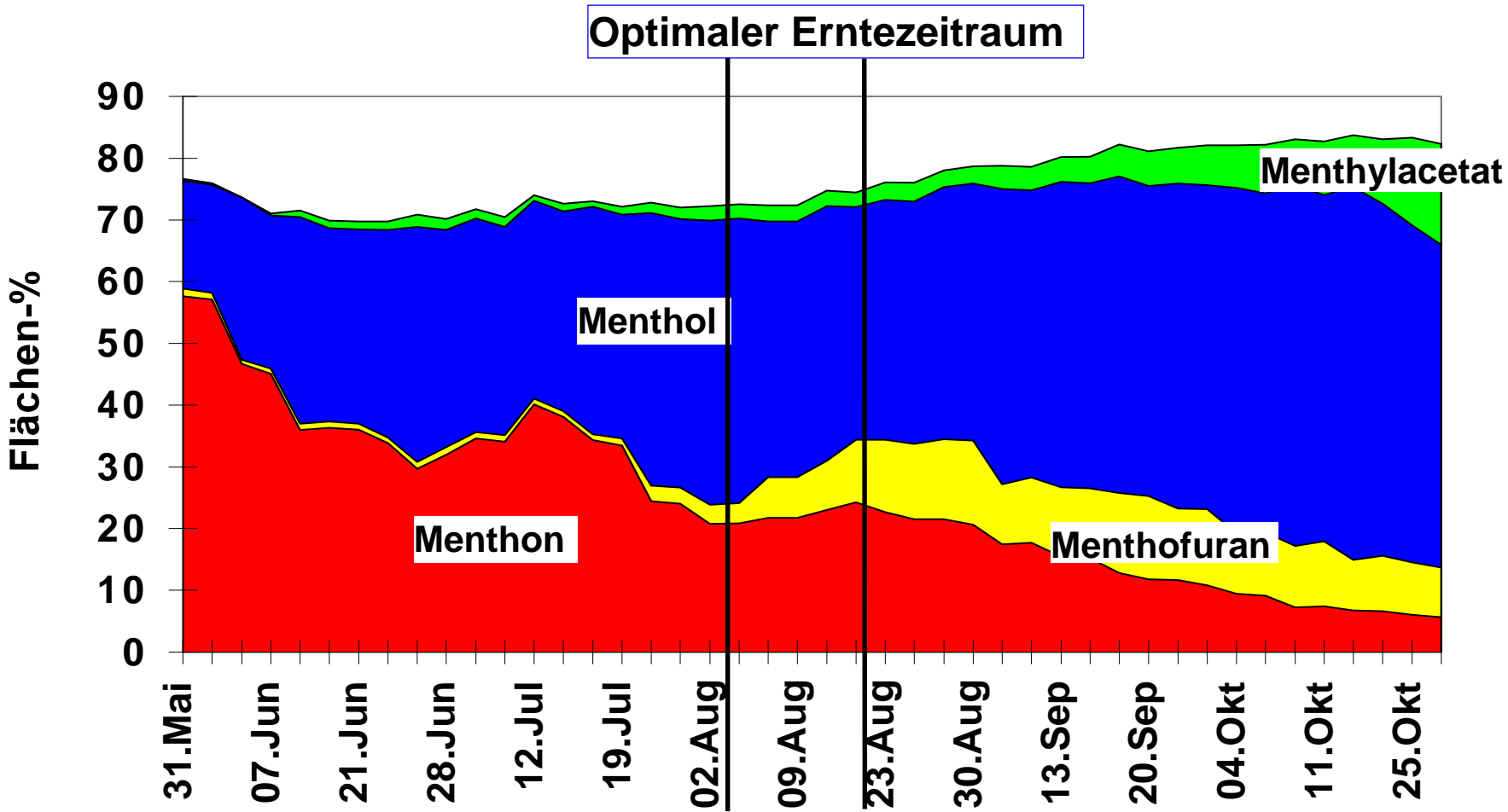


Abb. 2: Einfluss der Herkunft auf den Menthon-Anteil ⁺⁾ im ätherischen Öl von Pfefferminz-Droge – mehrjähriger Durchschnitt aus 2 Schnitten

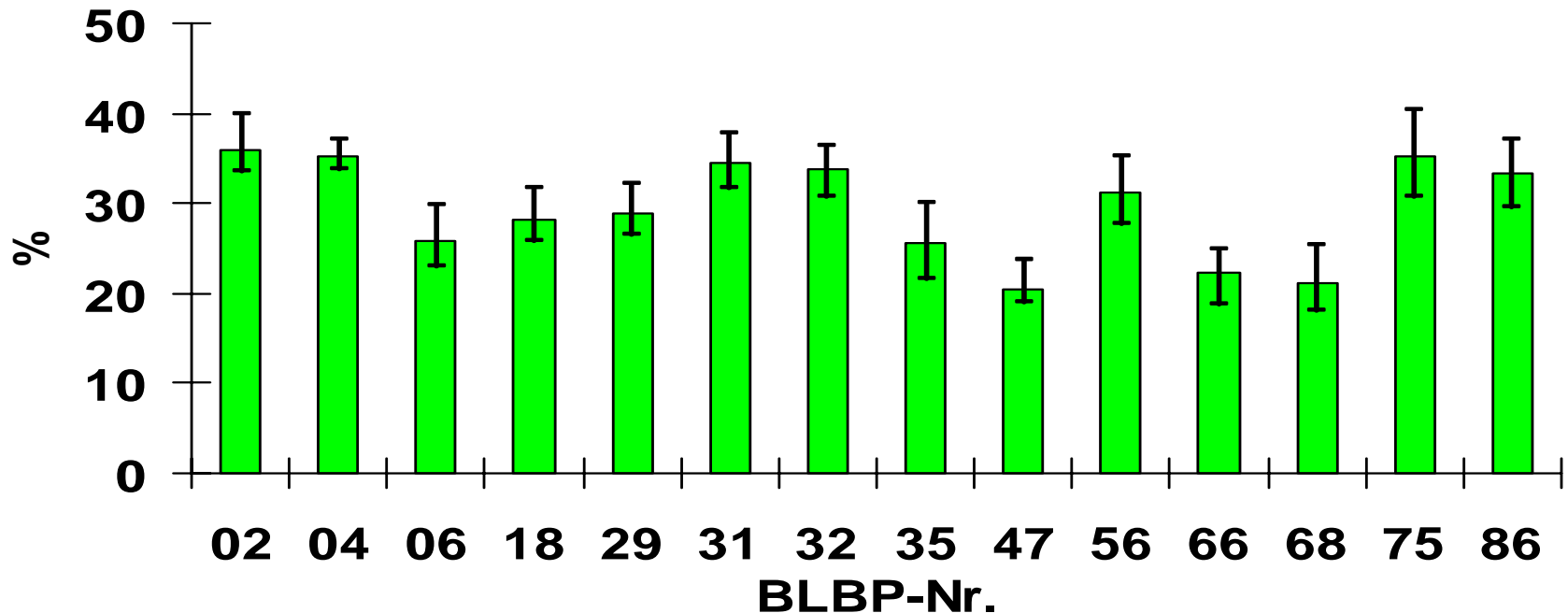
⁺⁾ 14,0-32,0% in *Menthae piperitae aetheroleum* (Ph.Eur.1997)



Wechselnde Anteile der Hauptkomponenten im ätherischen Öl des frischen Pfefferminz - Krautes während der Vegetationsperiode 1996 - Herkunft 'Murray Mitcham'

2. Standjahr

GD 5 % Tukey = 2,5

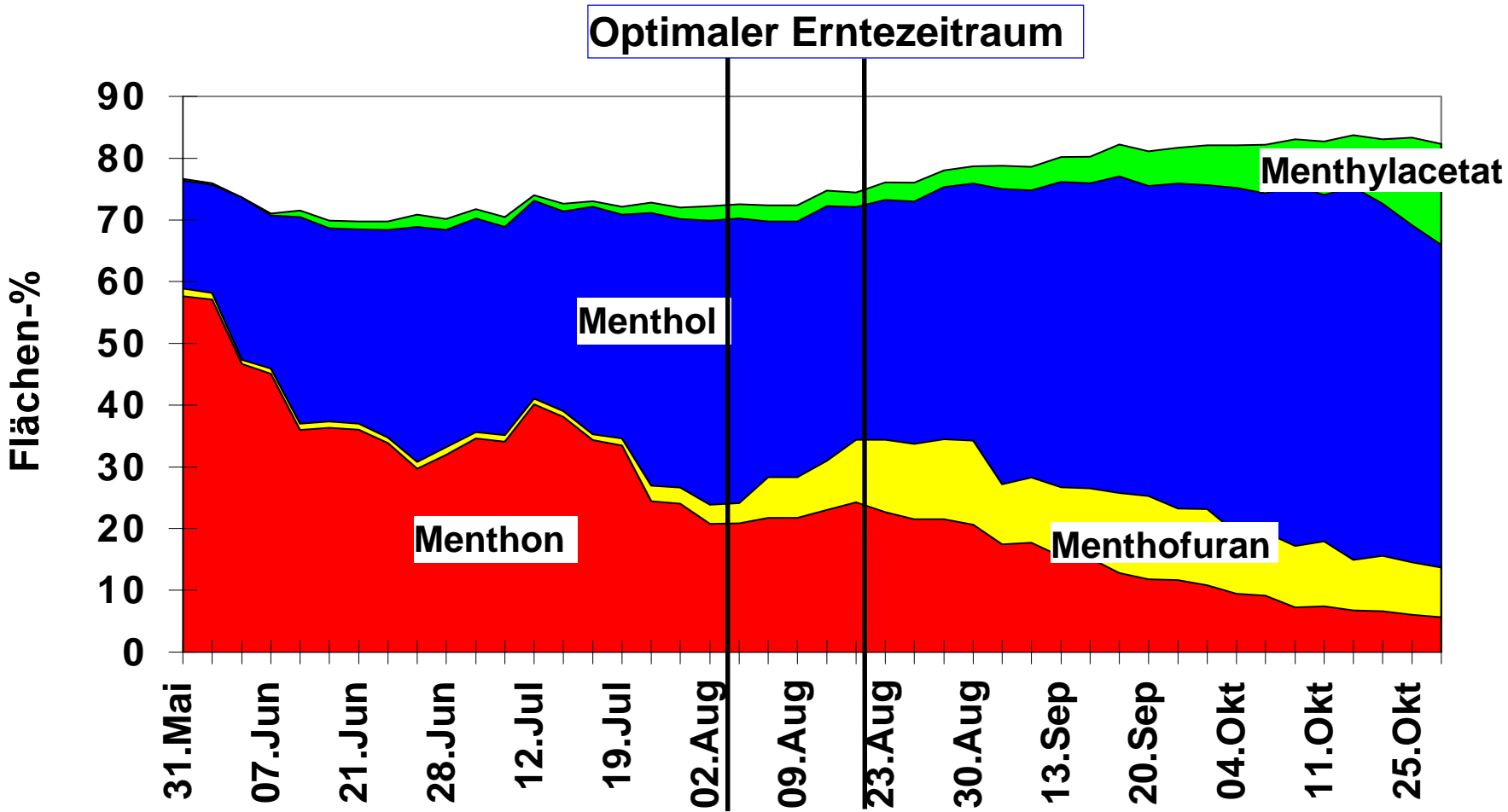


■ Mittelwert

I Spannweite über die
Jahre und Schnitte

Abb. 3: Einfluss der Herkunft auf den Menthol-Anteil ⁺⁾ im ätherischen Öl von Pfefferminz-Droge – mehrjähriger Durchschnitt aus 2 Schnitten

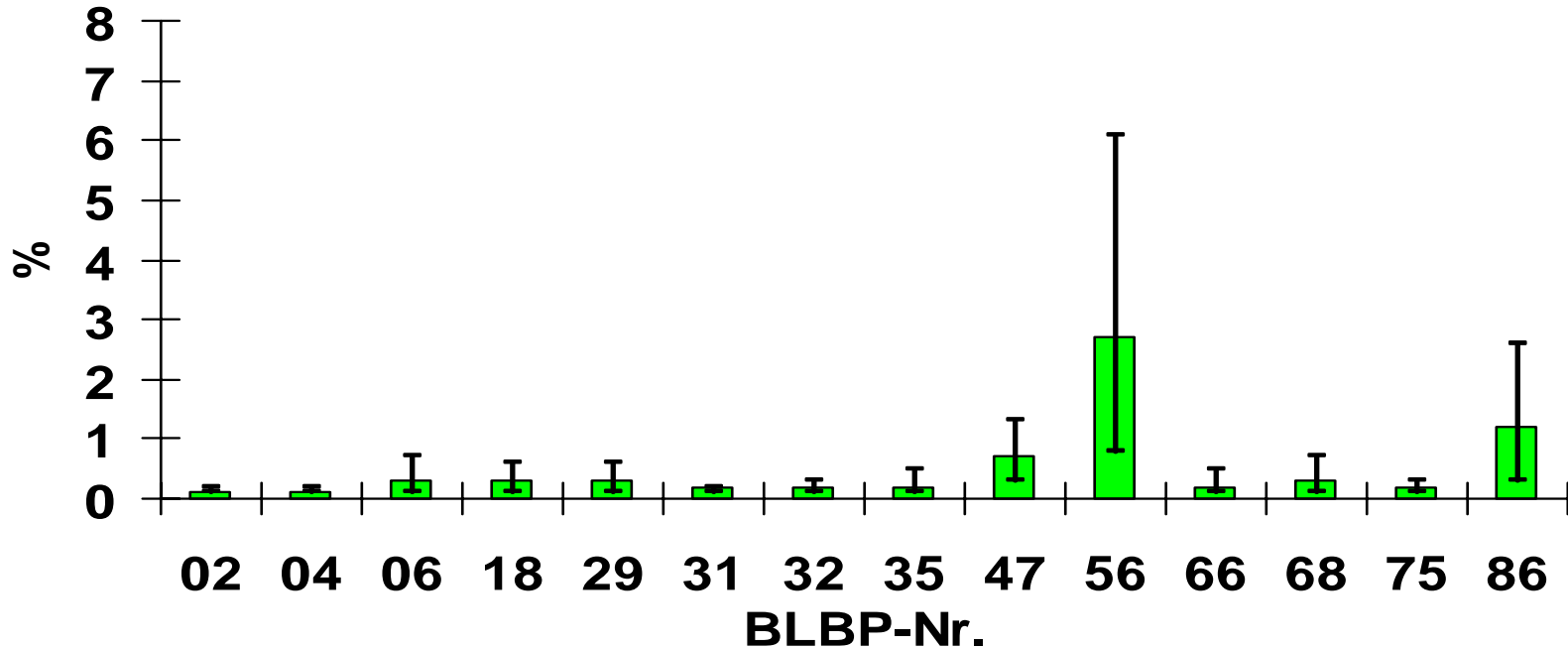
⁺⁾ 30,0-55,0% in *Menthae piperitae aetheroleum* (Ph.Eur.1997)



Wechselnde Anteile der Hauptkomponenten im ätherischen Öl des frischen Pfefferminz - Krautes während der Vegetationsperiode 1996 - Herkunft 'Murray Mitcham'

GD 5 % Tukey = 0,1

2. Standjahr



■ Mittelwert

I Spannweite über die
Jahre und Schnitte

Abb. 4: Einfluss der Herkunft auf den Menthofuran-Anteil ⁺⁾ im ätherischen Öl von Pfefferminz-Droge – mehrjähriger Durchschnitt aus 2 Schnitten

^{+) 1,0-9,0% in Menthae piperitae aetheroleum (Ph.Eur.1997)}

2. Standjahr

GD 5 % Tukey = 1,1

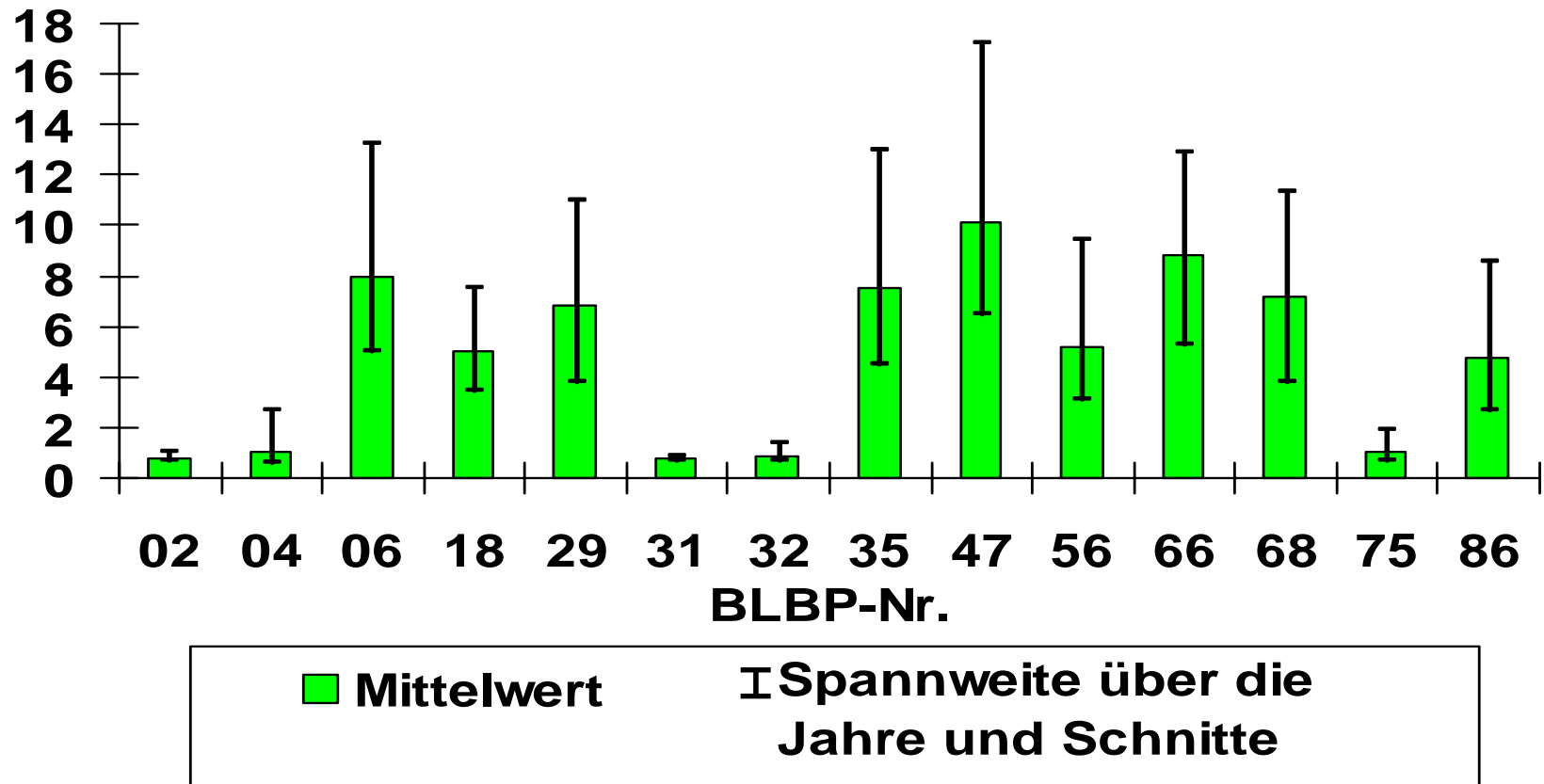


Abb. 5: Einfluss der Herkunft auf das Verhältnis Cineol/Limonen ^{+) im ätherischen Öl von Pfefferminz-Droge – mehrjähriger Durchschnitt aus 2 Schnitten}
^{+) >2 in Menthae piperitae aetheroleum (Ph.Eur.1997)}

2. Standjahr

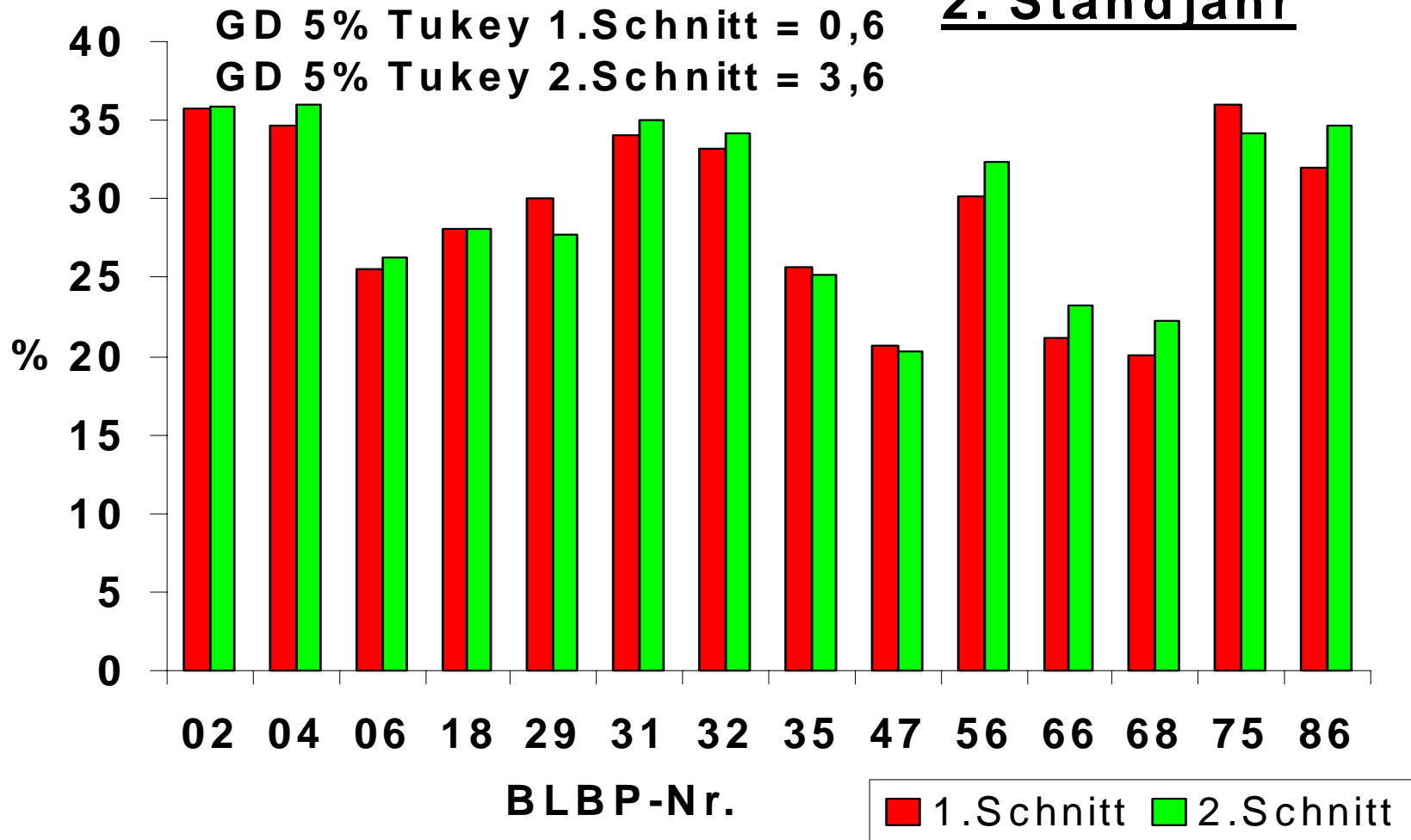


Abb. 6: Einfluss von Herkunft und Schnitt auf den Menthol-Anteil ^{+) im ätherischen Öl von Pfefferminz-Droge – mehrjähriger Durchschnitt}
^{+) 30,0 - 55,0% in Menthae piperitae aetheroleum (Ph.Eur.1997)}

Wertebereich für *Menthae piperitae aetheroleum* (Ph.Eur.1997) meistens eingehalten (X)

Her- kunft	Limo- nen	Ci- neol	Men- thon	Men- thol	Iso- menthon	Menthyl- acetat	Mentho- furan	Cineol/ Limonen
02		X	X	X	X	X		
04		X	X	X	X	X		
06					X			X
18	X	X			X			X
29					X			X
31		X	X	X	X	X		
32		X	X	X	X	X		
35					X	X		X
47		X			X			X
56					X		X	X
66					X			X
68					X			X
75		X	X	X	X	X		
86			X	X	X			X

2. Standjahr

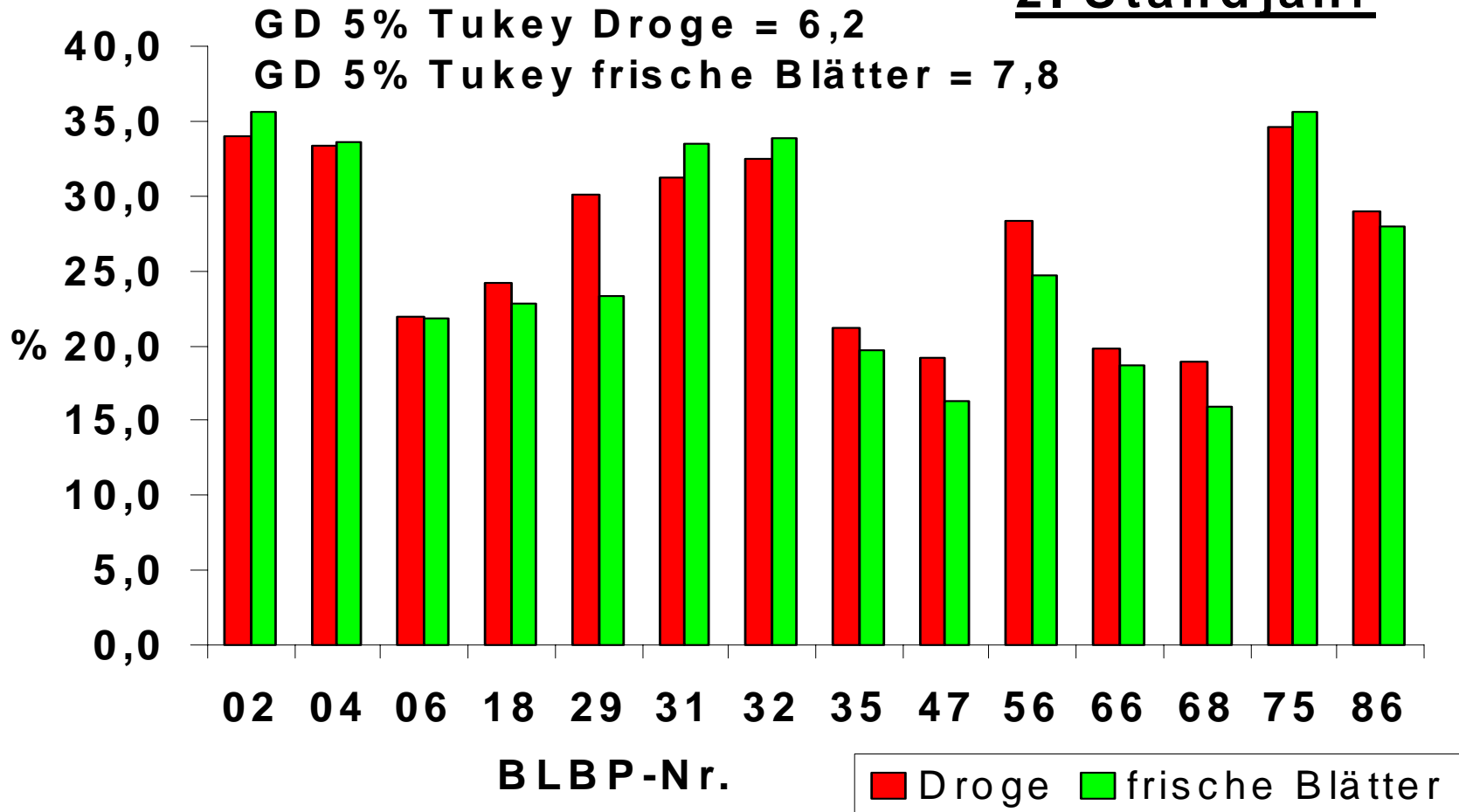


Abb. 7: Einfluss von Herkunft und Blattzustand auf den Menthol-Anteil ^{+) im ätherischen Öl von Pfefferminz-Droge – einjähriges Ergebnis}
^{+) 30,0 - 55,0% in Menthae piperitae aetheroleum (Ph.Eur.1997)}

Fazit aus den Pfefferminz- Öluntersuchungen

- Die mehrjährig geprüften BLBP-Herkünfte zeigen **genetisch** bedingte starke Unterschiede in der Ätherisch-Öl-Zusammensetzung.
- Der tatsächliche Anteil der Ölkomponenten wird außerdem noch deutlich durch das **Pflanzenstadium** beeinflusst.
- Die Ölzusammensetzung wird weder durch den Schnitt (1. und 2.) noch durch das Standjahr (1. und 2.) gravierend beeinflusst.

- Der **genetische** Einfluss auf die Ölzusammensetzung **bleibt erhalten**, egal ob die Droge oder die frischen Blätter destilliert werden.
- **Keine** der geprüften echten Pfefferminz-Herkünfte kann alle vorgeschriebenen Wertebereiche für *Menthae piperitae aetheroleum* einhalten, wenn die Ernte für die Drogengewinnung (Knospenstadium/Blühbeginn) erfolgt.
Nahe heran kommen BLBP 02, 04, 31, 32 und 75.

- Besonders **Menthol-reich** sind BLBP 02, 04, 31, 32, 56, 75, 86.
- BLBP 02, 04, 31, 32 und 75 gehören dem hellgrünen Typus an, alle anderen dem dunkelgrünen.



- Mit Ausnahme von BLBP 86 können alle Herkünfte über die „**Gemeinschaft der Züchter und Vermehrer von Heil- und Gewürzpflanzen in Bayern**“ bezogen werden.

Zusammenfassung

- Produktion ätherischer Öle aus Frischpflanzen weitere Anbau- und Absatz**nische** für **heimische** Landwirtschaft.
- Mit geeignetem Pflanzenmaterial und optimierter Destillationstechnik Produktion **qualitativ hochwertiger, naturreiner, unverfälschter** ätherischer Öle bei **guten Ausbeuten** möglich.
- Vorteil einer **kontrollierten** und **dokumentierten** Produktion vom Acker bis zum Endprodukt.
- **Qualität** hat ihren Preis! **Ökonomische** Bewertung nur **betriebspezifisch** möglich.
- Für Absatz Betonung des **regionalen** Aspektes und der **besonderen** Qualität wichtig!