

X II. 860,915

WYDAWNICTWA POLSKIEGO KOMITETU ZIELARSKIEGO

Nr. 11

HENRYK RUEBENBAUER

200 gr

Att. do

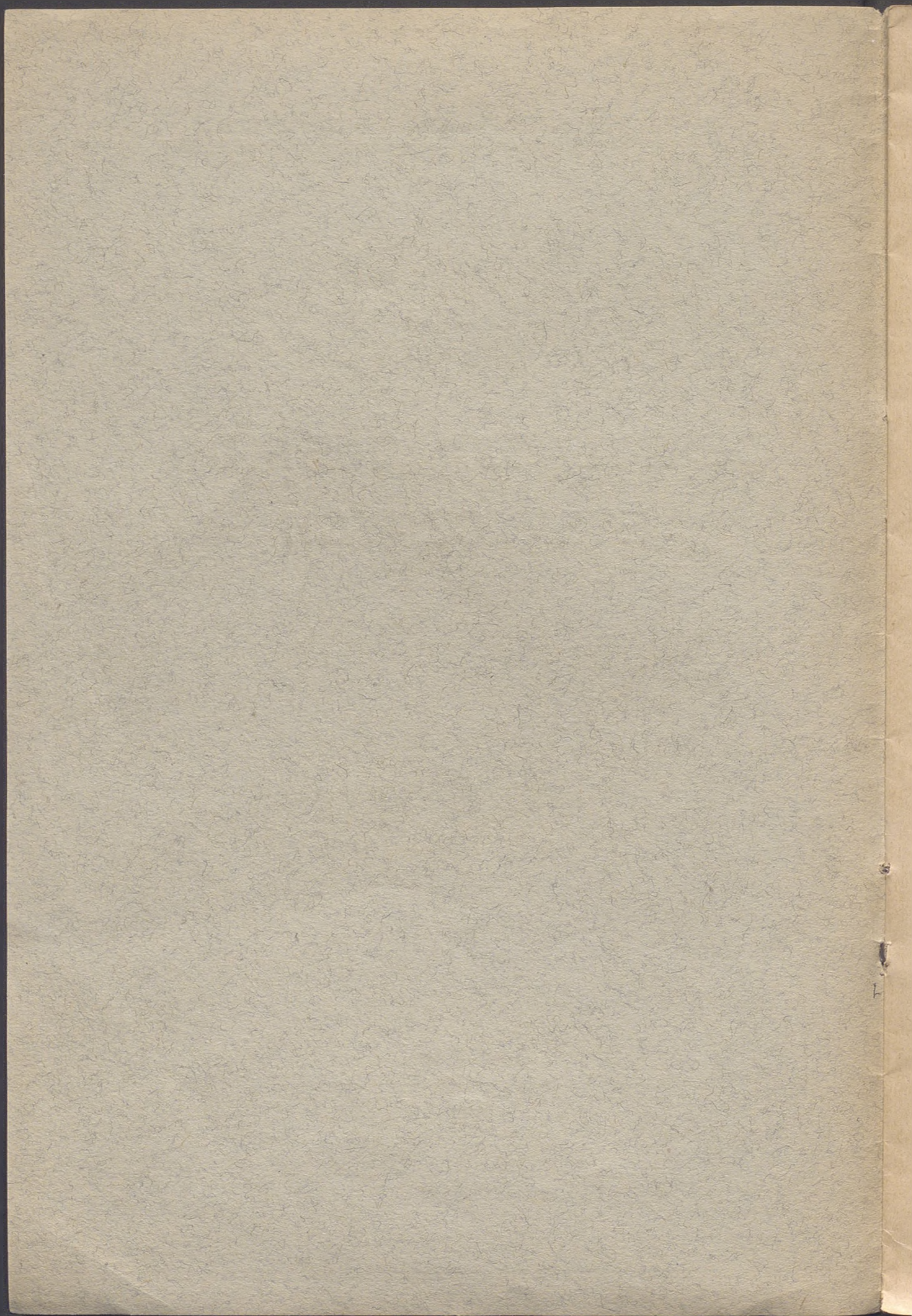
II 615.083/111

DESTYLACJA OLEJKÓW ETERYCZNYCH

WARSZAWA

NAKŁADEM POLSKIEGO KOMITETU ZIELARSKIEGO

1935



WYDAWNICTWA POLSKIEGO KOMITETU ZIELARSKIEGO

Nr. 11

HENRYK RUEBENBAUER

DESTYLACJA OLEJKÓW ETERYCZNYCH

WARSZAWA

NAKŁADEM POLSKIEGO KOMITETU ZIELARSKIEGO

1935



II.860.915



Olejki eteryczne można u nas destylować tylko z roślin krajowych, względnie u nas uprawianych.

Trudno bowiem myśleć o destylacji olejków z roślin południowych lub egzotycznych, które przychodzą już do nas ze swych macierzystych krajów. Za takie olejki, które u nas dałyby się destylować, można uważać: *Oleum Terebinthinae*, *Oleum Pini* (olej smołowy), *Oleum Pini Pumilionis*, *Oleum Templini* (z szyszek i igieł jodłowych), *Oleum Juniperi baccarum*, *Oleum Angelicae*, *Oleum Acori Calami*, *Oleum Absynthi*, *Oleum Anisi vulgaris*, *Oleum Chamomillae*, *Oleum Carvi*, *Oleum Coriandri*, *Oleum Foeniculi*, *Oleum Melissae*, *Oleum Sinapis*, *Oleum Valerianae*. Razem 16 gatunków.

Olejek terpentynowy, smołowy i miętowy mają taki wielki zbyt w przemyśle, względnie w wytwórniach cukierków i likierów, że są artykułami codziennej potrzeby. Ich masowa produkcja jest konieczna.

Inaczej rzecz przedstawia się z pozostałymi olejkami.

Na wielką, fabryczną, skalę otrzymuje się jedynie olejek terpentynowy i smołowy. Obydwa olejki wymagają urządzeń specjalnych. Olejek terpentynowy w Polsce nie bywa dotychczas na większą skalę otrzymywany. Pod nazwą olejku terpentynowego rozumie się bowiem tylko olejek destylowany z żywicy, wrzący od 150 — 166°.

Wielokrotnie zabierano się do żywicowania drzew, jednakże dotychczas wszystkie próby kończyły się szybko. Leśnicy utrzymują bowiem, że sosna — *Pinus silvestris*, przez żywicowanie traci swoją wartość drewną i dlatego występują przeciw żywicowaniu.

Widocznie sosny amerykańskie i francuskie, jak Sosna błotna, *Pinus australis* Mill. (Long leaf pine, Southern pitch pine), Sosna łagodna, *Pinus heterophylla* Sudv. (Swamp-, Slach-pine), Sosna smolna, *Pinus Taeda* L. (Loblolly pine, Old fichet pine), Sosna żółta, *Pinus Echinata* Mill. (Short leaved yellow pine), Sosna gładka, *Pinus glabra* Wall. (Spruce pine), Sosna nadmorska, *Pinus Pinaster* Sol. (Sea pine, Pin de Bordeaux), Sosna czarna, *Pinus Laritio* Poiret —

są wytrzymalsze na żywicowanie niż Sosna pospolita, chociaż obecnie i amerykańscy leśnicy od żywicowania drzew odstępują.

O. A c h m a t o w i c z wspomina o polskim olejku terpentynowym (Przemysł chemiczny 1926. 75, Wiadomości Farmaceutyczne 1928 Nr. 2, 3, 4), z żywicy Grodzieńskiej, Łowickiej, Wileńskiej, których jednak w handlu nie spotyka się.

J. F l a t a u i A. K o r c z y ń s k i [Roczniki chemji 1927] badali terpentynę polską z Białowieży z fabryki „Terebenten“ i z Czerska na Pomorzu. Obydwie te terpentyny mają charakter olejku terpentynowego smołowego.

Stanisław K r a u z e [Roczniki Farmacji 1931] podaje pracę swą o terpentynie z pieńków z fabryki „Terebenten“. Aczkolwiek terpentyna ta jest szlachetniejsza, jednak zaliczyć ją należy do olejku smołowego.

Według W o ł k o w a żywicowanie dzieli się na 3 okresy:

I. przygotowanie drzew, II. nacinanie, III. zbiór.

I. Okres przygotowawczy trwa od 1 do 20 maja i polega na:

a) wyszukaniu najodpowiedniejszego miejsca t. zw. „brouss“, u podstawy drzewa, około głównego korzenia, dla umieszczenia garnka; zazwyczaj jest to południowa lub wschodnia strona drzewa, posiadająca ciekłą korę;

b) na usunięciu ostrzem topora wierzchniej warstwy kory, powierzchni 30 na 80 cm., tuż pod „broussem“; ułatwia to wpływ ciepłoty zewnętrznej na obfitsze gromadzenie się żywicy w tem właśnie miejscu;

c) na oczyszczeniu dolnej warstwy kory w celu łatwiejszego umocowania garnka;

d) na wbiciu w pewnej wysokości tak zw. „guza“ w celu zrobienia szpary na 0,25 cm., w którą wbija się młotkiem drewnianym zgiętą płytkę cynkową, ułatwiającą spływanie żywicy do garnka;

e) na przytwierdzeniu garnka.

Tak przygotowane drzewo pozostaje 10 — 15 dni w spokoju. Do eksploatacji nadają się drzewa 90 — 120-letnie.

II. Okres nacinania polega na:

a) umiejętnem zdjęciu (obnażeniu) specjalnym toporem cienkiej warstwy nad płytką cynkową;

b) na ściągnięciu tymże toporem środkowego wąskiego paska i poczynieniu gęstych nacięć, przyczem występują krople żywicy i ściekają po płytce do garnka. Obnażeń dokonywa się dwa razy na tydzień.

III. Okres zbioru rozpoczyna się po 9-krotnem nacięciu, t. j. po upływie miesiąca od czasu, gdy żywica zaczęła wyciekać. Żywicę z garnków przelewa się w skrzynie, a ze skrzyń do beczek, szczelnie zamykanych.

Z jednego drzewa otrzymano około 1 kg. 100 g. żywicy w złych warunkach atmosferycznych (deszcz, chłód).

Aparat, używany w Końskich do destylacji, zbudowany został przez firmę „Borman, Szwede i S-ka“. Składa się z kotła o pojemności około 100 kg. żywicy, z helmu z węzownicą i z odbieralnika zamkniętego. Aparat ogrzewany bywa wprost ogniem. U dołu znajduje się rura, służąca do odpuszczania kalafonji przez filtry do wózka, skąd czerpakami zlewa się do beczek. Temperaturę utrzymuje się stale przy 150°. Aparat wmurowany jest w podstawę z palnikiem, którego otwór znajduje się nazewnątrż.

Produkcję amerykańską oblicza się na 110 milionów litrów, francuską na 20 milionów litrów, austriacką na 10 tysięcy litrów, rosyjską na 40 tysięcy litrów, indyjską na 200 tysięcy litrów.

Zwykle jednak wyrabiają w Polsce o l e j e k t e r p e n t y n o w y s m o ł o w y (*Oleum Pini*). Sposób wyrobu opisuje L. S z c z e p a ń s k i: (N. Czasop. Aptek. I, str. 111). Jako materiału do wyrobu olejku używano pni sosnowych, które im dłużej pozostawały w ziemi po ścięciu drzewa (10 — 15 lat), tem więcej obfitowały w oleje żywiczne. Zewnętrzną część pnia, nadgniłą, zeskrobuje się, a następnie poddaje suchej destylacji, którą przeprowadza się dwoma sposobami: w piecu polskim i rosyjskim.

Piec polski należy do starego typu. Jest on okrągły, wysokości oraz średnicy 4.20 m. Dno pieca do środka jest spadziste, tworząc kanał, wychodzący na zewnątrz. Piec do połowy wysokości otoczony jest grubym murem, sklepienie zaś urządzone w postaci kopuły, jest znacznie ciaśniejsze. Paleniska znajdują się po obu stronach drzwi roboczych, gazy spalania wchodzi do dwu kanałów, otaczających piec dookoła, a po odbyciu drogi okrężnej uchodzą do komina. Na szczycie pieca nasadzona jest rura, zgięta ku dołowi, dla odprowadzenia destylatów. Piec napełnia się pniami sosnowymi, opalając go drzewem. Przez 3 — 4 dni destyluje olej terpentynowy z parami wodnymi, następnie odpływa ter kanałem nazewnątrż, a wtedy zamyka się rurę destylacyjną. Palenie prowadzi się tak długo, aż wszystek ter odpłynie, zaś w piecu pozostanie węgiel drzewny. Otrzymany olej terpentynowy jest zanieczyszczony produktami rozkładu teru, skutkiem zbyt wysokiej temperatury i to jest właśnie wadą pieców polskich.

Przed około 20 laty pojawiły się piece rosyjskie, nowszej konstrukcji, początkowo w okolicy Białowieży, w których palenie od-

bywa się wolniej i w niższej temperaturze. Posiadają one jedno palenisko, z którego gazy gorące przechodzą dookoła pieca czterema pierścieniowymi kanałami. Rozmiary były takie same, jak pieców polskich, później budowano też większe do 5.60 m. średnicy, w których gazy spalania krążyły sześcioma kanałami węzowymi, uchodząc do komina, stojącego obok ogniska.

Górna część pieca, sklepiona cienko w postaci kopuły, posiada na szczycie otwór 50 cm. średnicy, na nim osadzony jest hełm miedziany, z którego uchodzą dwie rury zgięte ku dołowi, u końca węzowo zwinięte i chłodzone wodą. Dolna część pieca izolowana jest ziemią. Destylat spływa do beczki, ustawionej w ziemi, gdzie następuje oddzielanie olejku od wody, tudzież porwanego częściowo teru, który osiada na dnie beczki. Nadmiar wody kondensacyjnej usuwa się lewarem, olej zaś odpuszcza się do flaszek szklanych.

Zakłady destylacyjne terpentyny w Mińsku używają innego systemu pieców, w których sklepienie sporządzone jest z blachy żelaznej, dolna zaś część, jak u poprzednich, jest murowana. Destylacja terpentyny odbywa się daleko prędzej, gdyż żelazna kopuła szybciej się rozgrzewa, oraz zapobiega skraplaniu się par terpentynowych na jej ścianach.

Otrzymywanie teru i węgla drzewnego prowadzi się oddzielnie w małych piecach okrągłych, o średnicy 2 m. z otworem na sklepieniu, przez który wrzuca się do środka poprzednio destylowane pniaki sosnowe. Po rozpaleniu zakrywa się otwór górny blachą żelazną dziurkowaną. Zaczyna się teraz koksowanie materiału, a gazy, uchodzące przez otwory blachy, spalają się. Po 20 godzinach nakłada się drugą blachę bez otworów, celem zgaszenia płomieni, a wówczas tworzący się ter spływa u dołu pieca kanałem na zewnątrz. Izolacja ziemią zastosowana jest podobnie, jak w poprzednich wypadkach. Po ukończeniu koksowania pozostały węgiel drzewny oblewa się wodą przez górny otwór pieca i wybiera się przez drzwi robocze.

Piece te mają jednak tę wadę, że płomień spalających się gazów u góry dostaje się często do wnętrza, wówczas ter i węgiel częściowo się spalają, skutkiem czego powstają straty. W piecach polskich nigdy się to nie zdarza, to też gdy chodzi o lepszą wydajność i jakość teru i węgla, używa się pieców polskich, przeciwnie dla otrzymania czystej terpentyny, używa się pieców rosyjskich.

Piece destylacyjne polskie i rosyjskie tak są urządzone, że ogniska ich nie wygasają całkowicie, lecz ogień stale się w nich utrzymuje. Kominy mają tę samą wysokość jak piece i są budowane obok ogniska. Do ładowania materiału służą dwa otwory, jeden u dołu pieca, drugi na sklepieniu.

Palenie odbywa się bez rusztu drzewem lub korą z początku silnie, celem rozgrzania całego pieca. Po 3 — 4 dniach zaczyna de-

stylować olej z początku prawie bezbarwny, później żółciejszy, pod koniec brunatny i tę frakcję zbiera się osobno. Przez dłuższe stanie na świetle nieco się wyjaśnia. Po ukończonej destylacji zamyka się komin, ażeby piec bardzo nie ostygł. Po oddestylowaniu oleju terpentynowego przenosi się częściowo zwęglone pnie sosnowe do pieców mniejszych, w których przez dalsze ogrzewanie otrzymuje się ter i węgiel. Temperatura pieca w czasie destylacji nie jest wszędzie jednakowa, skutkiem czego następuje często przegrzewanie par terpentynowych; tym niedokładnościami dotychczas jednak nie zaradzono.

Małe piece o pojemności około 40 m³ dostarczają w ciągu 15 — 16 dni około 700 kg. oleju. Zużycie materiału opałowego w piecu wielkim wynosi około 22.500 kg.

W nowszych czasach zaczęto używać zamiast pieców murowanych, retort żelaznych, stojących lub leżących, w których odpędzanie żywicy z polan sosnowych odbywa się znacznie prędzej, niż w piecach płaszczowych murowanych. Podczas gdy w piecach murowanych sucha destylacja trwa 2 — 3 tygodnie, w piecach żelaznych 6 do 8 godzin.

Destylacja w retortach żelaznych odbywa się albo przegrzaną parą wodną, wówczas otrzymuje się terpentynę bardzo czystą, lub też ogrzewa się retorty gazami gorącymi paleniska; produkty destylacji są jednak gorsze, gdyż ulegają częściowym rozkładom na rozgrzanych ścianach retorty. Surowy destylat poddaje się ponownej destylacji parą wodną w aparacie rektyfikacyjnym, przez co otrzymuje się terpentynę zupełnie czystą.

W olejku terpentynowym smołowym występuje α -pinen, sylwestren, dipenten i cymol. Skład chemiczny jego przedstawia się następująco: Ciężar wł. 0.8830, α_D — 170, l. kw. 1.5, l. e. 9.3, destyluje od 163 — 165°C 20%, od 165 — 172°C. 40%, od 172 — 176°C. 10%, od 176 — 183°C. 10%, od 183 — 205°C. 5%, pozostałość 15%.

W ziemi grodzieńskiej założono 22 destylarnie oleju terpentynowego, z tego 9 w lasach białowieskich, które używają pieców polskich. W ziemi wileńskiej założono 7 destylarni. Niektóre z tych zakładów zostały w czasie wojny zniszczone. Przeciętna produkcja wszystkich pieców wynosi 120.000 kg. olejku terpentynowego, czyli całkowita roczna 1,100.000 kg.

K o s o d r z e w i n a jest chroniona, więc należy wątpić, czy będzie można destylować z niej olejek. Igiełki dostarczają około 0.60% olejku, więc ze 100 kg igiełek otrzymuje się 600 g olejku. Zniszczenie drzewostanu byłoby więc dość znaczne, jednakże nie takie, aby przy planowej gospodarce nie można corocznie tej ilości uzupełnić. Fabryka, bardzo nawet prymitywna, mogłaby być urządzona tylko w Karpatach np. pod Czarnohorą, aby przewóz surow-

ca nie był kosztowny. Kontygent surowca musiałby być ściśle określony.

Olejek mógłby mieć znaczenie na wywóz. Jednakże na większą ilość, aniżeli pokrycie zapotrzebowania wewnętrznego, nie można by się zgodzić ze względu na ochronę rośliny.

Olejek jałowcowy wyrabia się z owoców jałowca. Dostarczają one średnio około 0.75 % olejku. Pozostały w kotle wyciąg może służyć do wyrobu powidełka (Roob) przez zagęszczenie na parze wodnej, najlepiej w próżni.

Olejek z drewna jałowcowego. Drewno jałowcowe olejku wcale nie zawiera. Olejkiem z drewna jałowcowego nazywają więc olejek terpentynowy, do którego dodano 10 % olejku z jagód jałowcowych.

Olejek miętowy. *Oleum Menthae piperitae* — jest artykułem prawie codziennego użytku, gdyż używany bywa w kosmetyce, cukiernictwie, fabrykacji likierów, a nawet w fabrykach tytoniu. Otrzymuje się go z mięty pieprzowej — *Mentha piperita* Hudson. var. *officinalis*, której znane są dwie formy: biała i czarna.

Do destylacji bierze się liście suche lub dobrze przewiedle, gdyż inaczej do olejku przechodzą części łatwo żywiciejące.

Najwięcej olejku produkuje Ameryka (90.000 kg) i Japonia (70.000 kg), mniej Anglja (9.000 kg), Francja (3.000 kg), Niemcy (800 kg), Włochy (600 kg). W Anglii i Ameryce otrzymują olejek przeważnie z mięty czarnej, we Francji zwykle z białej.

W Polsce destylował St. Weil [Roczniki Farmacji 1.45] olejek z *Mentha piperita* var. *officinalis*. Olej ten posiadał ciężar właściwy 0.8981 do 0.9278, polaryzację — 12.06° do — 15.75° , refrakcję 1.4656 do 1.4744, zawierał mentolu w całości 46.76 — 66.67, mentolu wolnego 34.0 do 56.7 %, mentolu w postaci estru 8.37 do 12.8 %. Wydajność z suchego ziela była 0.402 %, ze świeżego 0.472 %.

St. Weil destylował również olejek z *Mentha canadensis* var. *piperascens* o następujących cyfrach: Ciężar właściwy 0.9086, polaryzacja — 17.78° , refrakcja 1.4613, mentolu w całości 82.04 %, mentolu wolnego 78.02 %, mentolu w postaci estru 3.2 %, wydajność 0.168 %.

Olejek arcydzięgłowy. Surowy korzeń dzięgłowy zawiera średnio 0.3 % olejku, wysuszony średnio 0.7 %.

Olejek kozłkowy otrzymują z korzenia wysuszonego, który zawiera średnio około 0.7 % olejku.

Olejek tatarskowy otrzymuje się ze świeżego kłącza, który zawiera 0.8 % olejku.

Olejek rumiankowy. Wydajność świeżego kwiatu 0.06%.

Wszystkie 3 olejki: tatarakowy, rumiankowy i kozłkowy zawierają azulen, wskutek tego są niebieskie.

Olejek rojownikowego nie wytwarza się. Do handlu przychodzi Oleum Melissae citrinum, który otrzymują przez skropienie melissy olejem cytrynowym i destylację z parą wodną. Jestto więc olejek cytrynowy.

Olejek kolendrowy destyluje się z rozgniecionych walcami owoców Coriandrum sativum. Kolendra polska zawiera około 0.6% oleju.

Olejek kminkowy otrzymuje się podobnie, jak kolendrowy, z owoców, walcami rozgniecionych. Polski kminek wydziela 4 — 5% oleju, dziki jeszcze więcej.

Olejek z anyżu pospolitego musi być bardzo ostrożnie destylowany, gdyż przy przegrzaniu nabiera brzydkiej woni z powodu wytwarzania się di- p-metoksystilbenu. Owoce zawierają oleju średnio 2.5%.

Olejek koperkowy. Owoce kopru polskiego zawierają średnio 5% oleju.

Z kminku, anyżu i kopru pozostają reszty destylacyjne, zawierające średnio 20% białka i 15% tłuszczu. Te reszty mogą być użyte, jako doskonały pokarm dla bydła i świń.

Olejek gorczycowy. Zmielone nasiona gorczycy czarnej uwalnia się od tłuszczu w prasach hydraulicznych, wytłoczyny zalewa się letnią wodą (około 40°C) i pozostawia w spokoju. W temperaturze wyższej niż 70°C myrozyna rozkłada się i fermentacja nie występuje. Po 12 godzinach oddestylowuje się olejek z parą wodną. Wydajność wynosi średnio 0.75%. Do wytłocznin, zalanych wodą, dodają z dobrym skutkiem 0.4% fluorku sodowego, który dla myrozyny jest obojętny, a niszczy drobnoustroje, rozkładając siarczek allylu. Pod wpływem myrozyny sinigryna, zawarta w nasionach, rozkłada się na olejek gorczyczny, czyli siarsinek allylu, cukier gronowy i kwaśny siarczan potasowy. Przy dłuższem stykaniu się z wodą lub metalami olejek traci siarkę i zamienia się na cjanek allylu.



Stąd w oleju zawsze znajduje się pewna ilość cjanu allylu. Również w oleju występuje zawsze pewna ilość dwusiarczku węgla.

Powstaje on pod wpływem wody wedle wzoru:



Wytwarzający się w czasie fermentacji siarczan potasowy kwaśny powstrzymuje reakcję, dlatego dla zobojętnienia go dodają węglanu wapniowego.

Najwięcej produkują jednak sztucznego olejku gorczycowego, już to przez działanie jodku allylu na rodanek potasowy, już to przez suchą destylację allylosiarczanu potasowego z rodankiem potasowym.

Odróżnianie olejku gorczycowego naturalnego, od sztucznego jest bardzo trudne.

O l e j k i e t e r y c z n e otrzymuje się wprowadzając niejednokrotnie w rozmaity sposób, jak np. przez ekstrakcję, przez macerację, przez nawanianie (enfleurage), przez prasowanie, ale u nas może znaleźć zastosowanie tylko destylacja z parą wodną, która daje dobre wyniki i prowadzi najszybciej do celu. Dawniej przeprowadzano destylację olejków sposobem domowym, jako zajęcie uboczne. Obecnie wytworzył się wielki przemysł olejkarski, oparty na wysokich naukowych podstawach. Początkowo napełniano aparaty wodą i surowcem, i ogrzewano wprost nad ogniem; od roku 1826 używa się prawie wyłącznie pary wodnej. Ostatnio zaś wprowadzono aparaty bardzo złożone, dostosowane do różnych surowców i do różnych warunków pracy.

Surowiec przed destylacją musi być rozdrobniony, aby komórki olejkowe wydobyć możliwie na wierzch i ułatwić przez to parze dostanie się do tych komórek. Liście, kwiaty, zioła: *Mentha*, *Chamomilla*, *Millefolium*, *Melissa*, *Absinthium*, *Salvia*, których olejek znajduje się w powierzchniowych gruczołach, mogą być poddane destylacji w stanie naturalnym, albowiem pod wpływem gorąca gruczoły zewnętrzne pękają, i para może łatwo na olejek działać. Owoce baldaszkowate: *Coriandrum*, *Carvum*, *Foeniculum*, *Anisum* — kruszy się tylko w młynkach na kilka części, gdyż olejek występuje w żyłkach, tuż pod powierzchnią przebiegających, więc przełamaniem ziarna rozrywa żyłkę i wydobywa olejek na zewnątrz. Korzenie i kłącza: *Angelica*, *Valeriana*, *Acorus* — „raszpluje się“ na drobne ścinki, aby udostępnić przewody lub gruczoły, w tkance rozmieszczone. Rozkruszenie, czy rozdrabianie należy szybko uskutecznić, aby uniknąć strat przez wyparowanie i uniknąć działania powietrza i światła. Zwykle robi się te czynności w maszynach o bardzo wybitnej szybkości działania. Rozdrobnienie zależne jest także od aparatu destylacyjnego. Kiedy przy dawnej wodnej destylacji, surowiec wkładano do wody i destylowano z wodą — wielkość okruszków była dość obojętna. Przy nowszych aparatach parowych rozdrabniania nie można zbyt daleko posunąć, gdyż proszek zwiera się w nie-

przepuszczalną masę, para wodna musi sobie więc torować drogę wśród wzmożonego ciśnienia, rozrywa nieprzepuszczalną masę proszku, a wtedy para ucieka nie stykając się z materiałem, co powoduje wielkie straty. Rozdrobniony materiał wprowadza się, nie czekając, do aparatu destylacyjnego.

Aparat destylacyjny składa się zasadniczo z trzech części: kotła, chłodnicy i odbieralnika.

Kocioł sporządzony jest z blachy żelaznej, miedzianej lub aluminowej i posiada postać cylindra, kuli lub jaja.

Kocioł jest zwykle otoczony masą ze złych przewodników, aby uniknąć strat ciepła. U dołu znajduje się kran odpustowy, na górze otwór do napełniania, z boku otwór wygrzebnym dla usuwania zużytego materiału destylacyjnego, który leży na ruszcie, umieszczonym w dolnej części kotła, tuż poniżej dolnego brzegu otworu wygrzebnego.

Zamiast helmu łączy kocioł z chłodnicą rura przelewowa. W górnej części kotła znajdują się jeszcze otwory pochwowe dla termometru, manometru, injektora, a w nowszych aparatach także połączenie z pompą próżniową.

Pierwotne aparaty ogrzewało się bezpośrednio na ogniu. Obecnie wprowadza się parę wodną albo wprost do kotła, albo pośrednio do podwójnego dna aparatu lub przez skrócone węzownicowato rury zamknięte. Do ogrzewania służy albo zwykła para, albo para pod ciśnieniem, albo para przegrzana, lub kombinacje tych sposobów.

Chłodnice bywają dwójakiego rodzaju: rurowe i węzownicowe. W pierwszych, rury odprowadzające są ustawione równolegle, otoczone wodą — w drugich zwinięta węzownicowo rura otoczona jest przepływającą zimną wodą. Woda chłodząca płynie w przeciwnym kierunku do drogi oziębianej pary. Chłodnice sporządzane bywają najczęściej z cyny lub glinu.

Odbiornikiem jest zawsze flaszka florentyńska, która posiada dwa tubusy: dolny zaopatrzony jest w esowatą rurkę odpływową wysokości flaszki i przegiętą ku górze, — górny zamknięty jest kurkiem.

Olejki, lżejsze od wody, zbierają się na powierzchni i można je odpuścić przez kurek, gdy woda spływa przez esowatą rurkę i injektor zpowrotem do kotła. Olejki cięższe zbierają się na dole, a wtedy lepiej jest u dołu umieścić kurek, aby olejek można dowolnie odprowadzić. Ilość i wielkość flaszek florentyńskich musi być taka, aby oddestylowany płyn miał czas dokładnie rozdzielić się. Krzepnące olejki np. anyżowy, chłodzi się słabo, aby do odbiornika przedostały się w stanie płynnym. Zamiast flaszek florentyńskich używają w dużych fabrykach odbiorników cynowych lub glinowych.

Woda przedestylowana zawiera część olejku rozpuszczonego. Ta część jest odmienna od oddzielonej części olejku tak wonią jak i składem chemicznym. Część rozpuszczalną można uzyskać przez kilkakrotną destylację czyli kohobację. Jednakże przedestylowaną wodę z naszych krajowych surowców wprowadza się zpowrotem do kotła aparatu, jak podano wyżej. Cenne olejki można także z destylatu wysolić. Pamiętać wszakże należy, że już w temperaturze 60°C niektóre roślinne składniki ulegają rozkładowi, a produkty rozkładu zanieczyszczają olejki; te składniki pozostają zwykle w wodzie, a następnie również się wysalają.

Zwyczajnie destyluje się olejki peryodycznie, t.j. kocioł napętnia się, a po skończonej destylacji opróżnia.

Przy destylacji ciągłej urządzenie maszynowe dostarcza coraz nowego materiału, a usuwa surowiec wyczerpany.

Destylacja, na starą modę, z kotła z wodą ma tę wyższość nad innemi, że przekrop zawiera małą ilość produktów rozkładu. Stosuje się ją zawsze przy materiałach, zawierających dużo wilgoci, które nawet po ogrzaniu nie zbijają się, jak np. przy świeżych liściach. Jednakże wysoko wrzące składniki olejków, które częściowo rozpuszczają się w wodzie, pozostają w kotle, więc odbiór olejku jest niezupełny. Destylację wodną zwykle się oblicza na jeden dzień pracy. Na noc pracę przerywa się.

Surowiec przy destylacji wodnej — jak i parowej — leży na ruszcie. Wodę ogrzewa się bezpośrednio. Para z wody unosi się równomiernie i przenika surowiec, który przez to staje się bardzo mokrym, co w niektórych wypadkach wpływa ujemnie np. na owoce baldaszkowatych.

Przy destylacji wodnej można ciśnienie obniżyć lub podwyższyć. Podwyższonego ciśnienia przy olejkach się nie stosuje, gdyż zwiększa się wtedy ilość przyswędkowych produktów rozkładu.

Obniżone ciśnienie bywa stosowane bardzo rzadko, gdyż wtedy ilość pary w kotle ogromnie się zwiększa, więc i jej szybkość przepływu, stąd nie zupełna czystość destylatu. Korzystną rzeczą jest, że przy niskiej temperaturze, ani olejki, ani roślinne części nie rozkładają się. Dla wyrównania ilości pary i szybkości używa się do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem bardzo szerokich kotłów.

Najwięcej stosuje się destylację z parą wodną przy normalnem ciśnieniu. Surowiec wprowadza się do aparatu suchy na odpowiednie ruszty. Para wodna możliwie sucha bywa wprowadzona od kotła i przechodzi zwyczajnie przez dziurkowany pierścień, następnie przesycą surowiec i zabiera olejki. Siła destylacji musi tu być bardzo przestrzegana, gdyż przy słabej szybkości następuje zatrzymanie pary w gęstszych warstwach materiału, a przy zbyt silnej może powstać ciśnienie, które rozrywa warstwę materiału. W obu wy-

padkach następują straty z powodu nienależytego ogarnięcia materiału przez parę.

Przy destylacji z parą nie stosuje się w olejarstwie próżni. Nie można bowiem uniknąć wtedy rozkładów. Para wodna, znajdując się bowiem pod ciśnieniem, nie opada dostawszy się do kotła od razu do temperatury pożądanej, lecz dopiero po zetknięciu się z materiałem. Przy dłuższej trwającej destylacji materiał wysycha bardzo, a wtedy przenikanie olejku przez opony jest upośledzone i straty oczywiste.

Z powodu obawy przed produktami rozkładu nie stosuje się w olejarstwie pary wodnej przegrzanej.

Z podanych powyżej uwag wynika, że jakość olejku otrzymanego jest w wielkiej mierze zależna od sposobu destylacji.

Inny będzie przy stosowaniu destylacji wodnej, inny przy parze wodnej, a inny przy przegrzanej parze, lub przy parze pod ciśnieniem.

Prof. Dr. Bronisław Koskowski (Wiadomości Farmaceutyczne 1928. Nr. 10 i 11), opisuje aparat dla destylacji olejków, który składa się z następujących głównych części: kotła parowego, beczki z surowcem, zastępującej alembik, chłodnicy i odbieralnika, którym jest butelka florentyńska.

Działanie aparatu jest następujące: para, wywiązana w kotle pod ciśnieniem, przechodzi przez warstwę surowca, umieszczonego w beczce, porywa olejek lotny, i dostaje się do chłodnicy, w której destylat skrapla się, wyciekając następnie do podstawionej butelki florentyńskiej; nadmiar wody wycieka z butelki florentyńskiej, olejek natomiast utrzymuje się na powierzchni.

Opiszemy w krótkości wszystkie części aparatu. Do doświadczeń używany był kocioł parowy najprostszego typu, jako najtańszy i najłatwiejszy do wykonania i nabycia w każdej miejscowości.

Nadmienić tu trzeba, że można używać pary z wylotu lokomobili, co wogóle bardzo mało odbija się na pracy lokomobili, gdyż po pewnym czasie, gdy wypływ destylatu się ustali, małe tylko nadciśnienie, wahające się koło $\frac{1}{2}$ atm. wystarcza do pracy aparatu.

Do zasilania kotła służyła pompka ręczna, która ssła wodę z wiadra; aby nie ogrzewać wody zimnej, przeprowadzono rynnę między wiadrem, a wypływem wody ogrzanej z chłodnicy. Kocioł opalano węglem, chociaż drzewo w danej miejscowości (przy uwzględnieniu wartości opałowej) wypadło niewiele drożej od węgla, z powodu stosunkowo dużej ceny tego ostatniego.

Kocioł połączony był z beczką przy pomocy rurki miedzianej z kranem regulującym, lub zamykającym dopływ pary. Wlot pary do beczki był uszczelniony przy pomocy specjalnego „korka”.

Przy przeróbce kłacza tataraku, igieł sosnowych, materiałów mniej sypkich, wrzucano materiał luźno do beczki, do wysokości

takiej, aby para pod ciśnieniem po pewnym czasie równomiernie przechodziła przez całą powierzchnię, kran zaś dopływowy regulowano przytem tak, aby para nie robiła wyrw w materiale, i aby ciśnienie w kotle utrzymywało się w granicach wyżej podanych. Beczka była zrobiona szczelnie z klepek jesionowych, z obręczami z taśm żelaznych dość grubych; w wierzchu, przykręcanym śrubami z uszczelnieniem, był osadzony miedziany, pobielany kołpak, do którego był dotarty pobielany miedziany hełm z rurą idącą do chłodnicy.

Użyto chłodnicy typu najlepiej nadającego się do pracy na prowincji, a mianowicie nalewano z wiadra wody zimnej do lejka, idącego prawie do dna chłodnicy, woda wypływała przez otwór, umieszczony w ścianie chłodnicy u góry, (a następnie była użyta do zasilania kotła); destylat skrapla się tu nie w węzownicy, lecz w pierścieniu blaszanym, co jest odpowiedniejsze przy skraplaniu się destylatów wodnych.

Aparat, opisany przez Prof. Koskowskiego, jest może zamały, i dlatego nie bardzo rentowny. Lepiej jest stosować większe aparaty, znacznie ekonomiczniejsze, jak podano poprzednio.

Bardzo często jest się zmuszonym otrzymany olejek jeszcze odczyścić od części gorszej woni lub od barwików, czasem nawet wskazane jest rozdzielenie olejku na frakcje najbardziej charakterystyczne. Proces takiego odczyszczania nazywamy rektyfikacją.

R e k t y f i k a c j ę przeprowadza się przez destylację z wodą przy normalnem ciśnieniu. Przytem siłę destylacji należy ograniczyć, aby para nie porywała mechanicznie wzburzonych kropelek olejku. Do kotła wprowadza się więc tylko tyle olejku, ile nasycić może parę wodną w przeciągu kilku godzin. Ogrzewa się tylko pośrednio z zamkniętymi rurami z przegrzaną parą wodną. Woda musi pokrywać podwójne dno lub węże ogrzewające, aby olejek nie stykał się bezpośrednio z silnie ogrzewanymi ścianami i nie rozkładał się. Wodę przedestylowaną wraca się do kotła. Tylko gdzie idzie o usunięcie produktów przyswędkowych lepiej dać wodę świeżą. Przy rektyfikacji można stosować także obniżenie ciśnienia, a wtedy estry nie ulegną rozkładowi, jednakże wówczas straty są duże. Pod ciśnieniem wyższem olejków nie rektyfikuje się, aby uniknąć rozkładów. Można by stosować ciśnienie tylko tam, gdzie idzie właśnie o rozkład estrów. Nie stosuje się także rektyfikacji zwykłej z parą wodną. Często natomiast stosuje się rektyfikację z przegrzaną parą wodną.

Przegrzaną parę wodną uzyskuje się albo w kotle, albo na zewnątrz kotła. W pierwszym wypadku do kotła wprowadza się ole-

jek i pośrednio ogrzewa się zamkniętymi rurami do temperatury przewyższającej temperaturę wrzenia wody przy odpowiednim ciśnieniu. Dopiero wówczas wprowadza się do olejku parę wodną nasyconą, możliwie suchą; w ten sposób para przegrzewa się od olejku. W drugim wypadku przegrzewa się parę w osobnych piecach i następnie wprowadza się ją do kotła. Przy rektyfikacji z przegrzaną parą stosuje się także zwyczajne obniżenie ciśnienia.

Sucha destylacja olejku bywa również stosowana przy rektyfikacji, przy zastosowaniu ogrzewania pośredniego rurami zamkniętymi, jednakże z powodu wysokiej temperatury wrzenia musi się także stosować obniżenie ciśnienia. Z ciśnieniem schodzi się 1 — 2 mm. w odbieralniku, a do 5 mm. w kotle. W ten sposób można destylować węglowodory aż do p. wrzenia 300°.

Otrzymane olejki nie są ciałami chemicznie jednolitemi, lecz mieszaninami ciał różnych. Są one w świeżym stanie bezbarwne lub jasnożółte, rzadziej zielonawe lub niebieskawe. Przy oziębianiu zastygają niekiedy na krystaliczne substancje lub wydzielają krystaliczne składniki. Wrażliwe są na działanie powietrza i światła, a pod wpływem tlenu utleniają się i polimeryzują.

Wspólnych własności chemicznych nie posiadają. Ciężar właściwy poniżej 0.900 każe wnioskować, że zawierają terpeny albo związki alifatyczne. Ciężar właściwy ponad 1.0 wskazuje na obecność związków aromatycznych lub siarczków, nitryli albo siarsinków. Przy braku związków tlenowych temperatura wrzenia poniżej 200° wskazuje na terpeny, temperatura między 250° a 280° mówi o seskwiterpenach, ponad 300° każe się domyślać politerpenów.

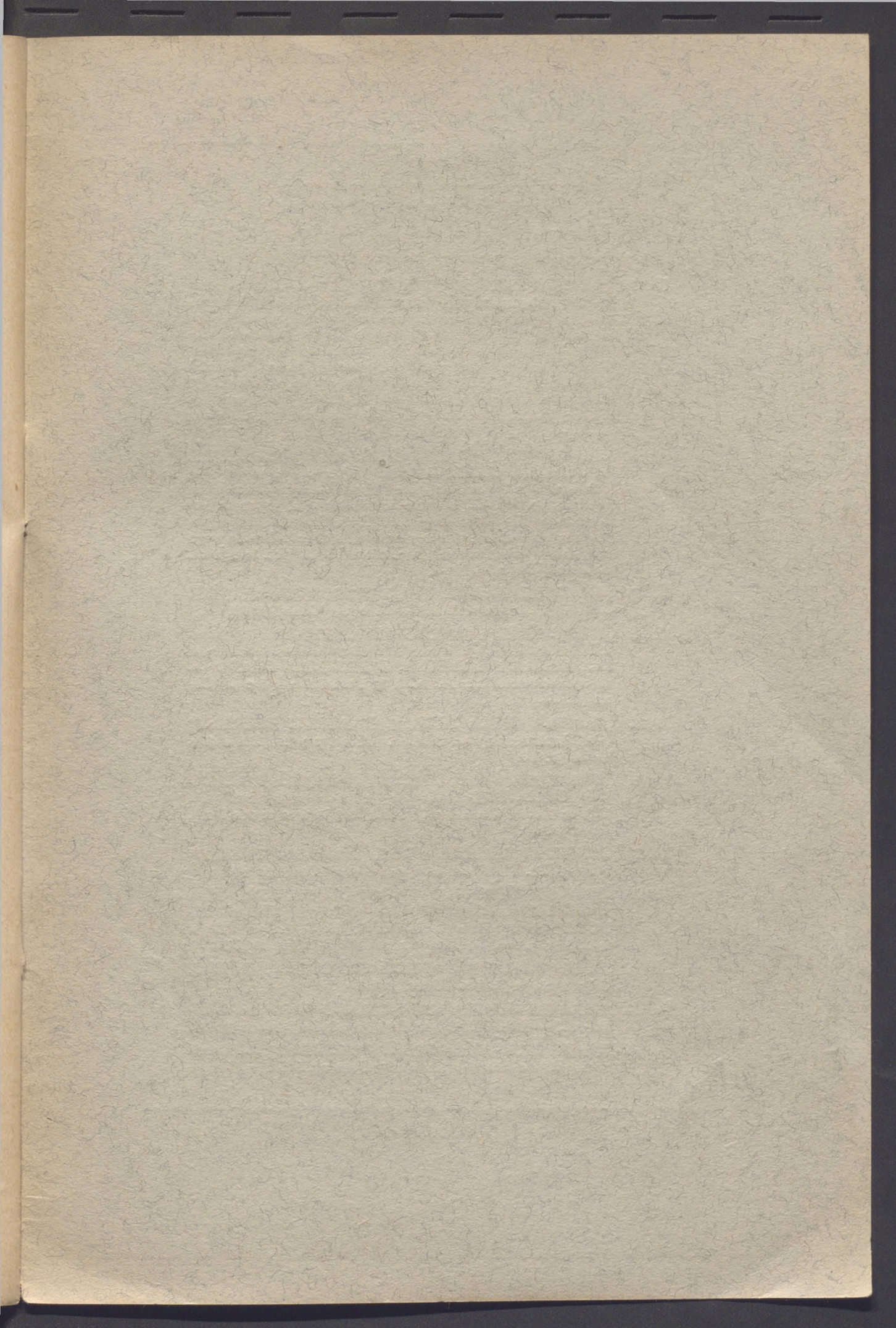
Charakterystyczne wonie nadają olejkom zwykle ciała tlenowe.

Stąd i dążenie wyeliminowania bezwonnych składników, terpenów, dla uzyskania czystych olejków t. zn. wolnych od terpenów lub seskwiterpenów. Sposoby otrzymywania takich olejków są trzymane w tajemnicy i polegają częściowo na cząsteczkowej destylacji, częściowo na rozpuszczalności w rozcieńczonym alkoholu.

Własności olejków polskich

	Ciężar właściwy	Polaryzacja wł.	Refrakcja	I. kwasowa	I. estrów	I. jodowa	rozp. w al- koholu 90 ⁰ / ₁₀	Początek wrzenia	przekrapla do temp.	Punk topliwości
Oleum Terebinthinae . .	0.8625	+ 23.8 ⁰	1.4710	1.5		384	1.8	155	163 ⁰ 93%	
" Pini	0.8830	+170.6 ⁰	1.4669	1.5	9.3	212		163	165 ⁰ 21%	
" Pini Pumilionis .	0.860 —0.875	— 4 do —15 ⁰	1.475	1.—			1.6	170	185 ⁰ 70%	
" Juniperi baccarum	0.865 —0.882	— 11 ⁰	1.480	3.—	2.8		1.5			
" Menthaepiperitae	0.8981—0.9278	—12 do —15 ⁰	1.466 —1.475							
" Melissa	0.924	+ 0.3 ⁰								
" Angelicae	0.859 —0.918	+16 do +41 ⁰	1.477 —1.488	3.8	12—37		1.5			
" Valerianae	0.920 —0.960	— 8 do —13 ⁰	1.485	14—50	50—100		1.1			
" Acori	0.96 —0.97	+ 7 do +10 ⁰	1.5055	2.5						
" Chamomillae . . .	0.922 —0.956	— 3 ⁰	1.442 —1.457	24.2	55.7					
" Absynthi	0.901 —0.955	+40 do +70 ⁰	1.4669	6.7	11—108					
" Carvi	0.907 —0.915	+70 do +80 ⁰	1.498				1.3			
" Coriandri	0.870 —0.877	+ 8 do +13 ⁰	1.463 —1.476	5.	3—21		1.1			
" Anisi vulgaris . .	0.980 —0.990	— 2 ⁰	1.557 —1.559				1.1.5			+ 15 ⁰
" Foeniculi	0.965 —0.975	+12 do +24 ⁰	1.528 —1.538				1.0.5			+3 do +6 ⁰
" Sinapis natur . . .	1.016 —1.022		1.5268—1.5280					148	154 ⁰ 100%	

BIBLIOTEKA
B. V. K. RODOVA



1 2 MARZ 1935

WYDAWNICTWA Polskiego Komitetu Zielarskiego

- Nr. 1. „ROŚLINY LECZNICZE W POLSCE”. — Jest to kompletny spis roślin dziko rosnących i uprawianych w Polsce, z wyszczególnieniem surowców roślin. „Rośliny lecznicze w Polsce” wydane są w pięciu językach: polskim, francuskim, angielskim, niemieckim i włoskim. Jest to praca źródłowa, opracowana przez Wydział Naukowy i Wydział Obrotu Towarowego Polskiego Komitetu Zielarskiego, dająca możliwość zaznajomienia się ze źródłem surowców roślinnych w Polsce. Cena zł. 2.—
- Nr. 2. „ŚWIATOWY OBRÓT ZIOŁAMI LECZNICZEMI W ŚWIECIE CYFR. — Autor W a c ł a w P i o t r o w s k i, ze wstępem Prof. Uniwersytetu Warszawskiego, Br. K o s k o w s k i e g o, prezesa honorowego Polskiego Komitetu Zielarskiego. Praca powyższa daje obraz stanu produkcji i obrotu handlowego roślinami leczniczymi w Polsce i 22 państwach na świecie. Cena zł. 2.50.
- Nr. 3. „SUSZENIE ROŚLIN PRZEMYSŁOWO - LECZNICZYCH”. — Autor inż. K. K o n. Cena gr. 50.
- Nr. 4. „PRZYZYNEK DO USTALENIA GATUNKÓW ROŚLIN PRZEMYSŁOWO - LECZNICZYCH POLECONYCH DO UPRAWY I ZBIORU Z DZIKIEGO STANU — w opracowaniu inż. M. C h m i e l i Ń s k i e j. Cena gr. 50.
- Nr. 5. „FLORA I ZIOŁA LECZNICZE OKOLIC MUSZYNY” (woj. krakowskie). — Prof. J. M u s z y Ń s k i e g o. Cena gr. 50.
- Nr. 6. „UPRAWA I KALKULACJA HANDLOWA RUMIANKU POSPOLITEGO — w opracowaniu inż. M. C h m i e l i Ń s k i e j i inż. W. I w a Ń s k i e j. Cena gr. 50.
- Nr. 7. „ROZWÓJ ZIELARSTWA A OCHRONA PRZYRODY” — Dr. I. T u r o w s k i e j. Cena gr. 80.
- Nr. 8. „WYNIKI UPRAWY I AKLIMATYZACJI NIEKTÓRYCH ROŚLIN LEKARSKICH I TECHNICZNYCH” w ogrodzie Roślin Lek. U. S. B. w Wilnie w 1934 r. Prof. J. M u s z y Ń s k i. Cena gr. 30.
- Nr. 9. „POGLĄD NA ROZWÓJ ZIELARSTWA” — Doc. W. J. S t r a ż e w i c z a. Cena gr. 50.
- Nr. 10. „UPRAWA KOZŁKA LEKARSKIEGO (Valeriana officinalis L.) — Inż. M. C h m i e l i Ń s k i e j. Cena gr. 50.
- Nr. 11. „DESTYLACJA OLEKÓW ETERYCZNYCH” — H e n r y k R u e b e n b a u e r. Cena gr. 50.
- 