

II 552.972

BRONISŁAW KOSKOWSKI

DESTYLACJA OLEJKÓW  
LOTNYCH  
Z ROŚLIN KRAJOWYCH



WARSZAWA  
NAKŁADEM MR. FARM. FR. HERODA  
REDAKTORA „WIADOMOŚCI FARMACEUTYCZNYCH”  
1928



1

BRONISŁAW KOSKOWSKI

DESTYLACJA OLEJKÓW  
LOTNYCH  
Z ROŚLIN KRAJOWYCH



WARSZAWA

NAKŁADEM MR. FARM. FR. HERODA

REDAKTORA „WIADOMOŚCI FARMACEUTYCZNYCH”

1928



WÓLEJO ALGALYDZIO  
LOTNYCH  
Z ROŚLIN KRAJOWYCH

II 552.972



Odbito czcionkami Drukarni Wzorowej, Warszawa, Długa 20. Telefon 416-60.

1928.E.O.5089

W broszurze mej omawiającej warunki rozwoju przemysłu farmaceutycznego w Polsce \*) przytoczony jest następujący podział produkcji:

- I. Przetwory chemiczne do celów leczniczych.
- II. Zbieranie roślin leczniczych dziko rosnących, ich hodowla i przeróbka (t. zw. przetwory galenowe).
- III. Destylacja olejków lotnych z roślin krajowych.
- IV. Fabrykacja specyfików.
- V. Fabrykacja środków opatrunkowych.
- VI. Wody mineralne sztuczne.

Na trzecim miejscu postawiona została produkcja olejków lotnych z surowców krajowych, które są u nas w dostatecznej ilości i dobrej jakości.

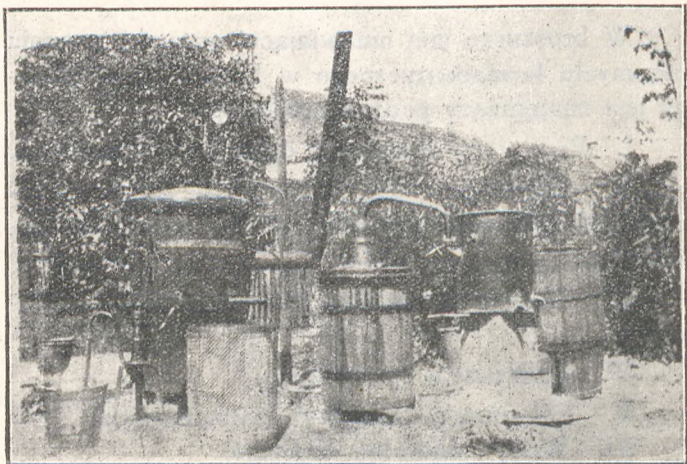
Zachęcając do podjęcia wysiłku w kierunku tworzenia przemysłu farmaceutycznego i wskazując drogi i możliwości dopięcia celu, zakończyłem swe uwagi następującym apelem: „Głównem mojem zadaniem było pobudzenie wśród fachowców myśli o rozwoju przemysłu farmaceutycznego, oraz wskazanie, że jeżeli Polska nie stanie się jednym wielkiem ogniskiem twórczej pracy, może nie ostać się w swoim bycie państwowym”.

---

\*) Polski przemysł farmaceutyczny po wojnie, 1920 r



Widocznie wskazania powyższe nie były oparte na dokumentach praktycznego eksperymentu, gdyż apel nie odniósł pożądanego skutku. Nie widać wzmożonego wysiłku w tym kierunku. Dla tego też obecnie postawiłem sobie za zadanie podjęcie praktycznych studiów nad jednym z wyżej wymienionych



Rys. 1. Ogólny widok aparatu do destylacji olejków lotnych.

działów przemysłu farmaceutycznego t. j. nad destylacją olejków lotnych. Nie ograniczyłem się pracą w pracowni, badaniami na stole laboratoryjnym, lecz poszedłem w pole, tam gdzie rośnie surowiec. Na wzór francuski przy destylacji olejku lawandowego albo bułgarski przy destylacji olejku różanego, zawiozłem aparat destylacyjny na miejsce, obfitujące w tatarak, aby z niego destylować olejek lotny.

Olejek tatarakowy (Ol. Calami) jest poszukiwany przez destylarnie do wyrobu wódek i likierów, następnie do wyrobu mydeł ziołowych, płynów odświeżających powietrze i t. p.

Pozatem destylowałem olejek z kminku, igieł sosnowych i wreszcie, ale już w pracowni, z jagód jałowcowych.

Aparat zbudowałem według załączonego rysunku.

Opis aparatu. Jak widzimy z rys. 2., aparat do destylacji olejków lotnych jest nieskomplikowany i składa się z następujących głównych części: kotła parowego, beczki z surowcem, zastępującej alembik, chłodnicy, i odbieralnika, którym jest butelka florentyjska.

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 florentyjskiej; nadmiar wody wycieka z butelki florentyjskiej, 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; kotły ulepszonej konstrukcji, jak wodnorurkowe, lub płomieniówkowe, i t. d. będą naturalnie znacznie ekonomiczniejsze i dadzą więcej pary. Jednak kocioł, używany przeze mnie dawał dostateczną ilość pary ze względu na możność odpowiedniego chłodzenia destylatu (woda nabierana konewkami z rzeki, stawu lub studni), i ze względu na ciśnienie, które wahało się stale w granicach od 1,5 — 0,5 atm. Nadmienić tu trzeba, że można używać pary z wylotu lokomobili, co wogóle bardzo mało odbije się na pracy lokomobili, gdyż po pewnym czasie, gdy wypływ destylatu się ustali, małe tylko nadciśnienie, wahaające się koło  $\frac{1}{2}$  atm. wystarcza do pracy aparatu.





Rys. 2. Układ schematyczny aparatu do destylacji olejków lotnych.



Do zasilania kotła służyła pompka ręczna, która ssala 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) wypadało 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 i z uszczelnieniem, był osadzony miedziany, pobielany kołpak, do którego był dotarty pobielany miedziany hełm z rurą idącą do chłodnicy.

Chłodnica była użyta typu, najlepiej nadającego się do pracy na prowincji, a mianowicie nalewano z wiadra wody zimnej do lejka, idącego prawie do dna chłodnicy, woda zaś ogrzana 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.

Butelka florentyjska (rys. 3) jest jedynym odbiornikiem możliwym do zastosowania przy zbieraniu olejku. Działa ona jak następuje: począwszy od pierwszych porcji destylatu, wpadających do butelki, kuleczki olejku spływają na górną powierzchnię (w danym wypadku) płynu, która w miarę przybywania dalszych porcji destylatu zaczyna się podnosić w butelce i w rurce, wreszcie jego poziom do-



Rys. 3. Butelka florentyjska.

chodzi do wysokości zagięcia rurki butelki florentyjskiej, płyn wypełnia rurkę całkowicie, przelewa się, zaczyna się wypływ wody z butelki przez syfon, który ustaje, gdy poziom destylatu prawie zrówna się z dolnym końcem rurki, t. j. gdy poziom opadnie o 6 cm., jak to widać na rysunku 2. Widzimy więc, że w ten sposób automatycznie usuwany jest nadmiar wody z butelki, przytem nie z góry, gdzie zbiera się olejek, lecz zdołu butelki, a więc z warstwy wody wolnej praktycznie od olejku.

Trzeba zaznaczyć, że w wypadku olejku cięższego niż woda, ta ostatnia wypływa z górnej powierzchni płynu i butelka jest odpowiednio zmieniona.

Kłaczce tatarakowe krajano bezpośrednio przed wrzuceniem do beczki, a to z tego powodu, aby ole-

jek nie uciekał w powietrze z powierzchni przeciętych kłacza; aby to uskutecznić, wrzucano w miarę krajania porcje kłacza do zestawionego już szczelnie aparatu i przy gotowym kotle. Zauważono bowiem, że olejek tatarakowy ulatnia się w powietrze z powierzchni przeciętych kłacza w przeciągu 10 — 15 minut, jednakże powierzchnie te zasklepiały się i w warstwie, odległej o 1 mm. od cięcia, znajdowano olejek po dłuższym czasie.

Materiał grubszy, jak pokrajane kłacze tatarakowe mniej więcej na grubość 1 cm., nasypujemy wprost luźno na wylot pary według wskazań wyżej podanych, materiały zaś bardziej sypkie, jak np. sproszkowany kminek, umieszczamy w worku z muslinu, szczelnie ułożonym w beczce, lub rozsypujemy na specjalnych półeczkach z otworami na przepływ pary, które to półeczki znacznie zwiększają powierzchnię zetknięcia się pary z materiałem sypkim.

**Zbiór kłacza tatarakowego.** Kłacze tatarakowe najlepiej wydobywać ze średniej głębokości wody, t. zn. sięgającej przynajmniej do kolan zbierającego: wówczas kłacze da się łatwo wyciągać rękami, i bywa większej znacznie grubości. W wodzie płytszej kłacze przyrasta b. mocno do dna, bywa wrywane z trudnością i tylko małymi kawałkami, wówczas gdy długość kłacza wrywanego na wodzie głębszej dochodzi do 1 metra. O wyrwaniu kłacza w całości niema mowy, gdyż rośnie ono względnie kręto na długości kilku metrów. Tatarak można odróżnić przy rwaniu go po liściach błyszczących i mięsistszych od liści ostrych trzin, które znowu dają się b. łatwo wrywać. Do zbierania kłaczy można używać kobialek, które umieszczają się na kępach i przez które woda łatwo wycieka. Chociaż tatarak najlepiej zbierać w połowie lub na początku



września ze względu na większą zawartość oleju, jednak jest się zmuszonym to czynić pod koniec lub od połowy sierpnia ze względu na przyzwyczajenia ludności wiejskiej, która we wrześniu nawet za dobrą zapłatą nie chce wchodzić do wody chociażby płytkiej. Kłace tatarakowe oczyszcza się z korzonków, których ciężar niekiedy przenosi ciężar same-



Rys. 4. Zbieranie kłaczy tataraku.

go kłacza (od 33 — 110% ciężaru kłacza), dopiero w magazynie, i albo przeznacza do pokrajania na świeżo przed samem wrzuceniem do aparatu destylacyjnego, albo do suszenia. Do odcinania liści, korzonków i krajania kłacza służy dobry kozik, lub nóż prosty. Kłace kraje się na desce. Przy oczyszczaniu kłacza z korzonków należy starać się, aby nie ranić kłacza.

Przygotowanie materiału. Przygotowanie materiału surowego jest jedną z ważniejszych spraw przy destylacji. Olejki eteryczne należą do produktów wydzielania w procesie życiowym komórek roślinnych i znajdują się w cytoplazmie komórek, w przestrzeniach międzykomórkowych, kanałach żywicznych i t. d. Jeżeli ściany komórek są bardzo delikatne, to pozwalają parze wodnej wtargnąć

i doprowadzić lotny olejek do wrzenia i odparowania. Jeżeli jednak są one mniej lub więcej zdrewniałe i zgrubiałe, wtedy surowiec trzeba przed destylacją rozdrobnić.

Zioła, liście i świeże korzenie należy pociąć. Korę, suche korzenie i suche owoce miele się, drewna



Rys. 5. Tatarak.

raszpluje, nasiona rozgniata. Od odpowiedniego przygotowania surowca zależy przebieg destylacji. Niedostateczne lub nieodpowiednie rozdrobnienie nie tylko podwyższa koszt pary, lecz zmniejsza też wydajność olejku. Przy ciężko lotnych olejkach pozostaje mimo dowolnie przedłużonego czasu destylacji znaczna część olejków nieprzedestylowana. Z drugiej strony wiele olejków wymaga szybkiej destylacji, ponieważ przy dłuższym zetknięciu się z mokrą gorącą parą rozkładają się.

Destylacja olejków eterycznych przy pomocy pary wodnej polega na prawie fizycznym, że tempe-



ratura wrzenia mieszaniny dwóch cieczy, które się nie mieszają, jest niższa niż temperatura cieczy lotniejszej.

Jeżeli ciecz składa się z dwóch nie mieszających się płynów, np. z wody i olejku eterycznego, wówczas przy ogrzewaniu ich wywiera ciśnienie par nie tylko wody, lecz i olejku eterycznego, i zaczynają one wrzeć już wtedy, kiedy suma ciśnień obu par zrówna się z ciśnieniem zewnętrznym.



Rys. 6. Suszenie kłaczy na powietrzu.

Za przykład weźmy destylację wodną olejku terpentynowego, ciśnieniem zewnętrznym niech będzie normalne ciśnienie powietrza, 760 mm. Woda sama ogrzewana wrzałaby przy tem ciśnieniu przy  $100^{\circ}\text{C}$ ., zaś olejek terpentynowy przy  $158^{\circ}$ . Jeżeli jednak ogrzewamy ich mieszaninę, wówczas w przezwyciężeniu zewnętrznego ciśnienia 760 mm. biorą udział prężność pary wodnej i olejku terpentynowego. Mieszanina więc wody i olejku terpentynowego będzie wrzeć, jeżeli suma ciśnień obu par będzie równa 760 mm., i mianowicie zachodzi to przy  $95,6^{\circ}\text{C}$ ., gdyż przy tej temperaturze woda wywiera ciśnienie 647 mm., olejek terpentynowy 113 mm. (Regnault), a więc razem 760 mm.



Przez obniżenie temperatury wrzenia olejków eterycznych przy ich destylacji z wodą lub parą wodną udaje się otrzymać niektóre ciała chemiczne przez destylację, które ogrzewane same, ulatniają się przy swej bardzo dużej temperaturze wrzenia tylko przy rozłożeniu się, jednakże z drugiej strony wiele ciał przy niskiej temperaturze wody lub destylacji w parze wodnej tak mało są lotne, że otrzymywanie tych ciężko lotnych ciał przez destylację z parą wodną jest wykluczone.

Ogrzewanie parą wodną może być bezpośrednie, kiedy parę przepuszczamy przez surowiec, lub pośrednie, jeżeli przepuszczamy ją przez płaszczyznę otaczający surowiec. Z różnych rozważań wynika, że ogrzewanie bezpośrednie daje mniej strat cieplnych, niż ogrzewanie pośrednie nawet przy zastosowaniu różnych ulepszeń. Jednakże jeżeli surowiec zawierający olejek leży suchy w alembiku, to strata pary przy bezpośrednim ogrzewaniu jest duża. (Gildenmeister u. Hoffmann — Die aetherischen Oele).

Przy destylacji olejku tatarakowego używano, jak wspomniano już wyżej, ciśnienia pary wahającego się na początku od 1,5 — 1,0 atm., a po ustaleniu się biegu destylacji spadającego nawet poniżej 0,5 atm. Początkowe dość duże ciśnienie tłumaczy się właściwością kotła parowego, a mianowicie, że ciśnienie po otwarciu kranu wkrótce spada, następnie koniecznością przeniknięcia dość dużej stosunkowo warstwy surowca, co jest możliwe przy odpowiednim ciśnieniu pary, a przede wszystkim celem otrzymania pary suchej, która daje jaknajmniej kondensatu w beczce. Wybrano tu z pośród różnych sposobów destylacji (np. metoda destylacji wodnej, destylacji przy zastosowaniu próżni parą wodną i t. d.) destylację parą wodną pod ciśnieniem, jako naj-



odpowiedniejszą i obecnie najczęściej stosowaną (z wyjątkami np. kwiat różany).

Szybkość wypływu destylatu wynosiła średnio od 100 — 120 cm<sup>3</sup> na minutę, czyli około 7 litrów na godzinę. Chłodzenie starano się doprowadzać do najniższej temperatury, jaką można było uzyskać przy warunkach niekorzystnych, mianowicie przy noszeniu wody konewkami z rzeki, odległej o 150 m.; należy się starać, aby temperatura destylatu opuszczającego chłodnicę wahała się około 20°, zaś temperatura wody wypływającej z chłodnicy około 80°.

Dziennie przerabiano 30 kg. świeżego kłącza tatarakowego, rozdzielając to na 2 porcje 15 kilogramowe (bez korzonków). 8 kg. kminku przerabiano w przeciągu jednego dnia, licząc po 10 godzin na dzień letni.

Porcje destylatu co pewien czas chwytało do cylindra szklanego, w celu przybliżonego określenia zawartości olejku w destylacie, a przez to można się było zorientować, kiedy należało zmienić surowiec w beczce. Z początku destylacji warstwa olejku w 100 cm<sup>3</sup> destylatu na powierzchni cylindra miarowego nie dawała się przeniknąć okiem i wynosiła część milimetra grubości, przy końcu zaś destylacji danej porcji kłącza przechodziła w duże oka na powierzchni wody (tak jak oka tłuszczu na rosole), potem w małe oczka, wreszcie pozostawiając tylko delikatne smugi na powierzchni wody. Oznaczało to, że surowiec jest już praktycznie wyczerpany, i zmieniano porcję tataraku na nową.

Surowiec, z którego wyciągnięto olejek, nie posiadał charakterystycznego zapachu olejku tatarakowego, zmieniał barwę z jasno żółto-czerwonej na brudno fioletową, zamieniając się albo na papkę przy ściśnięciu palcami, albo się łatwo rozsypując. Woda,

wypływająca z butelki florentyjskiej po oddzieleniu się z niej olejku, posiadała silny stosunkowo zapach olejku tatarakowego, jednak chwytna przez czas dłuższy do drugiej butelki florentyjskiej nie dała dostrzegalnej warstwy olejku, a więc z tego widać, że oddzielanie z niej olejku metodami bardziej ścisłymi nie opłacałoby się. Woda ta jednak może być zużytkowana do zasilania kotła (c o h o b a t i o).

Powyższe uwagi, naturalnie zmodyfikowane odpowiednio, tyczą się i olejku kminkowego.

Po uzbieraniu się znacznej warstwy olejku w butelce florentyjskiej, oddzielano go od wody, która pozostała w butelce, w sposób następujący. Po ustaniu się olejku po wstrząsach, spowodowanych ruchem, do zagiętego końca rurki butelki florentyjskiej zakładano rurkę gumową, której koniec zwisał poniżej poziomu dna butelki. Następnie ostrożnie wyciągano powietrze z rurki, woda zaczynała wypływać przez syfon, przyczem regulowano jej wypływ przez podnoszenie lub opuszczanie rurki gumowej, aby przy zbyt szybkim wypływie wody olejek nie zmieszał się z wodą. Gdy dolna warstwa olejku była bliską dna butelki, wypływ wody przerywano, całą zawartość butelki wylewano na parownicę i małą łyżeczką ściągano olejek z powierzchni. Z początku, przy grubej warstwie olejku czynność ta odbywała się szybko, później czyniono to ostrożniej, gdyż zaczynały się dostawać na łyżeczkę porcje wody, co łatwo poznaje się po dwóch odmiennie wyglądających warstwach, — czynności te więc trzeba było powtarzać, wreszcie przelewano pozostałość do cylindra szklanego, gdzie wobec mniejszego znacznie przekroju w porównaniu z parownicą, tworzyła się dość gruba warstwa olejku, którą już przez ostrożne nachylenie cylindra oddzielano od wody. W moich doświadczeniach, ponieważ cho-



dziło mi o większą ścisłość, pozostałą jeszcze ilość olejku wytrząsałem kilkakrotnie z eterem, tworzyła się duża warstwa eteru z rozpuszczonym olejkiem, którą łatwo można było oddzielić od wody. Eter po pewnym czasie wyparowywał na powietrzu, pozostawiając pewną ilość  $\text{cm}^3$  olejku. Było to dość ściśle ze względu na to, że olejek tatarakowy stosunkowo mało się ulatnia w temperaturze pokojowej.

Powyższe uwagi tyczą się sposobów praktycznych otrzymywania olejków, metoda laboratoryjna oznaczania ilości olejku zostanie podana poniżej. Trzeba jeszcze nadmienić, że porcje olejku otrzymywane z wytrząsania z eterem, nie były mieszane z porcjami „dziewiczemi” olejku, zbieranemi wprost z powierzchni, co ma znaczenie przy badaniach ścisłych, poniżej podanych, dobroci olejku.

Wreszcie do olejku zlanego do butelek wsypywano odwodniony siarkan sodowy (*Natr. sulfuric. sicc.*), wstrząsano i po odstaniu przesączano przez bibułę.

Wymiary aparatu do destylacji olejków lotnych, jaki używano, podane są na rysunku 2. Używano kotła, jak wspomniano, typu najprostszego o pojemności 55 litrów, o powierzchni rusztu  $0,07 \text{ m}^2$ . Komin blaszany miał wysokość około 1,5 m. Ciśnienie dopuszczalne kotła wynosiło 2 atmosfery, kocioł był zaopatrzony w manometr, klapę bezpieczeństwa i klapę próżniową (w razie nagłego skroplenia pary przy zamkniętych kranach zapobiegającą zgnieceniu kotła), w wodowskaz z kranami, kran główny do regulowania lub zamykania dopływu pary do aparatu. Wierzch kotła był pokryty azbestem, osłoniętym blachą, boki zaś kotła azbestem, osłoniętym klepkami drewnianymi, a to ze względu na pracę kotła na otwartem powietrzu nawet podczas niepogody (mniejsze straty ciepłne). Ponieważ ciśnienie w ko-

tle przewyższa 0,5 atmosfery, przeto do zasilania kotła w wodę służy pompa. Beczka ma kształt prawidłowego walca kołowego o średnicy 40 cm. i wysokości 60 cm. wewnątrz, a więc dość dużą powierzchnię działania pary. Wierzch drewniany, uszczelniony pakunkiem, przykręcany jest śrubami odginanymi, para zaś jest wpuszczana na dnie beczki w taki sposób, aby rozchodziła się możliwie równomiernie. Chłodnica o pojemności 40 litrów, której opis był podany wyżej, wystarczała przy danych warunkach.

Naczynie florentyjskie skonstruowano w następujący sposób: do butla pojemności 6 litrów wetknięto przy pomocy gumowego korka przez tubus, umieszczony u dna butla, rurkę szklaną, wygiętą, jak na rysunku 2-gim. W ten sposób uproszczono budowę flaszki florentyjskiej i uniknięto przypadkowego ułamania rurki; należy tylko umocnić korek kauczukowy dodatkowo sznurkiem do tubusa butla, aby uniknąć wysunięcia się go i wylania olejku. Na rys. 3 pokazano fotografię w ten sposób urządzonej butelki florentyjskiej, na powierzchni płynu widać ciemną warstwę zebranego olejku.

Wydajność praktyczna. Otrzymano następującą wydajność praktyczną przy destylacji świeżego kłącza tatarakowego: z 30 kg. oczyszczonego z korzonków kłącza tatarakowego otrzymywano dziennie 135 g. olejku tatarakowego; a więc wydajność wynosiła  $4,5\%_{00}$ . Natomiast z kłącza zupełnie wysuszonego, którego ciężar wynosił 0,33 ciężaru kłącza świeżego, otrzymano  $12\%_{00}$  olejku, a więc wyniki były zgodne. To otrzymano w praktyce, natomiast wydajność laboratoryjna ścisła, o której to metodzie będzie mowa poniżej, wynosi  $17,5\%_{00}$  dla kłącza suchego. Z tego wynika, że wszelkie straty co się tyczy olejku wynoszą około 33%.

Olejku kminkowego otrzymano 180 g. z 8 kg. surowca, czyli wydajność wynosiła  $22,5\%_{100}$ .

Destylowano nadto w polu igły sosnowe i otrzymano 80 cm<sup>3</sup> olejku z 64 kg. czyli wydajność wynosiła  $12,5\%_{100}$ .

Metoda laboratoryjna określania ilości olejku lotnego. Metody ilościowego oznaczania olejków lotnych w surowcach są różne. Najczęściej są stosowane te, które polegają na oddestylowaniu z wodą olejku z surowca, wysoleniu destylatu i wreszcie wyekstrahowaniu rozczynnikiem jak najbardziej lotnym. Rozczynnik wyparowuje się przy najmniejszej stracie olejku, suszy w eksykatorze i waży pozostały olejek.

Inna metoda t. zw. kryoskopowa, polegająca na wyekstrahowaniu destylatu bromkiem etylowym (aether bromatus), o punkcie wrzenia  $38,4^{\circ}$ , i następnie na obliczeniu rozpuszczonego w nim olejku z różnicy punktu zamarzania czystego rozczynnika i zawierającego olejek, — jest uciążliwa.

I. Stamm z Dorpatu w dziele, poświęconem Tschirchow i na dzień jego jubileuszu, podaje następującą metodę oznaczania ilościowego olejków w surowcach, łatwą i dokładną, wymagającą jednak posiadania wirówki.

Aparat, polecony przez Stamma, składa się z kolby stożkowatej, pojemności 250 cm<sup>3</sup>, połączonej z chłodnicą długości 35 cm. i oddalonej od kolby o 19 cm. Za odbieralnik służy t. z. oleometr, składający się z rurki kształtu cylinderka, zwężającego się w środkowej swej części w ciekłą rurkę, podzieloną na 17 podziałek  $\frac{1}{100}$  cm., a zakończony kulką. Górna część oleometru posiada objętość 20 cm<sup>3</sup> i przeznaczona jest do zbierania destylatu; do dolnej części, w postaci kulki, wlewa się czterochlorometanu do 15-ej kreski, znajdującej się na rurce, łą-



czącej kulkę z rurką szerszą, na co spotrzebowuje się 1,45 cm<sup>3</sup> CCl<sub>4</sub>. Wyższe 15 kresek wykazują objętość olejku. Oleometr ten służy jednocześnie za odbieralnik, do którego zbiera się destylat.

Do ekstrahowania olejku autor wybrał ciężki, czterochlorometan o c. wł. 1,599 w t° 15°, którego w 100 cm<sup>3</sup> wody rozpuszcza się zaledwie 0,08, co należy uwzględnić przy obliczaniu przez dodanie jednej kreski.

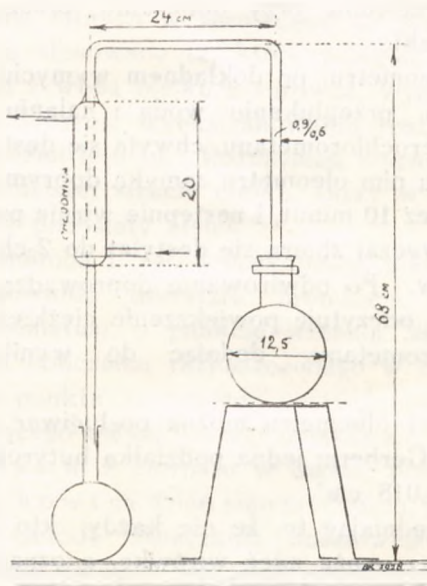
Do oleometru, po dokładnem wymyciu kwasem siarkowym, przepłukaniu wodą i nalaniu do 15-ej kreski czterochlorometanu, chwytą się destylat, a po napełnieniu nim oleometru zamyka dobrym korkiem, skłóca przez 10 minut, i następnie wiruje przez 5 minut. Zazwyczaj zbiera się destylat do 2-ch lub 3-ch oleometrów. Po odwirowaniu doprowadza się płyn do t° 15° i odczytuje powiększenie ciężkiej warstwy czterochlorometanu, dodając do wyniku jedną kreskę.

Zamiast oleometru można posługiwać się butyrometrem Gerbera; jedna podziałka butyrometru odpowiada 0,018 cm<sup>3</sup>.

Uwzględniając to, że nie każdy, kto destyluje olejek lotny, może mieć wirówkę, a oznaczać wartość surowca musi, farmakopea niemiecka podaje następującą metodę, którą posługiwaliśmy się w naszej pracy.

Do kolby okrągłej pojemności 1 liter (rys. 7) wsypuje się 10 g. ograbnie sproszkowanego surowca, wlewa 300 cm<sup>3</sup> wody i trochę granatów, przemytych kwasem solnym i następnie wodą. W korku kolby umieszcza się dwa razy zgiętą pod kątem prostym rurkę, połączoną z krótką chłodnicą i odbieralnikiem. Kolbę, umieszczoną na siatce drucianej, ogrzewa się dość silnie, aż przejdzie 150 — 200 cm<sup>3</sup> destylatu. Zaraz potem usuwa się płomień, porusza

się kolbą, zawierającą surowiec, aby zmyć ściany kolby, i następnie ogrzewa się znowu aż do przedestylowania jeszcze 50 cm<sup>3</sup>. Trzeba uważać, aby rurka nie była zanurzona w destylacie. Destylat w ilości mniej więcej 200 cm<sup>3</sup> przelewa się do lejka rozdzielczego, dodaje 60 g. chlorku sodowego i wy-



Rys. 7.

trząsa trzykrotnie, za każdym razem z 20 cm<sup>3</sup> pentanu. Zebrane starannie warstwy lotne zlewa się razem do kolbki o szerokim otworze, pojemności 100 cm<sup>3</sup> i oddestylowuje pentan ostrożnie na kąpieli wodnej. Resztki pentanu należy usunąć przez wydmuchiwanie suchem powietrzem, najlepiej za pomocą szpryki gumowej. Kolbkę wstawia się na 1/2 godziny do eksykatora i waży, aż różnica jednego ciężaru i drugiego po 15 minutach będzie wynosiła najwyżej 0,002 g.

Zbadano w laboratorium w powyższy sposób następujące surowce na zawartość olejków lotnych, z których destylowano olejek na sposób fabryczny:

Kłącze tatarakowy, oczyszczony z korzeni, wysuszony w temperaturze pokojowej, zawierał olejku  $17,5\%_{100}$

Korzenie tatarakowe wysuszone zawierały olejku  $10,33\%_{100}$

Kminek, t. j. owoce karolku dziko rosnącego zawierały olejku  $31,5\%_{100}$

Owoce jałowca  $6,37\%_{100}$

Produkt. Dla doświadczenia wybrałem surowce, znajdujące się obficie u nas, a więc tatarak (*Acorus Calamus*), karolek pospolity (*Carum Carvi*), jałowiec pospolity (*Juniperus communis*), i igły sosnowe.

### Olejek tatarakowy.

(*Oleum Calami*).

Olejek tatarakowy, otrzymany w m. sierpniu i wrześniu, jest przeważnie jasno-żółty, gęstawy, zapachu przyjemnego, przypominającego świeże ziele tatarakowe.

1) Olejek tatarakowy otrzymany ze świeżych kłączy, zebranych na początku sierpnia posiada:

ciężar właściwy . . . . .  $d_{15}^{\circ}$  . . . 0,964

polaryzację . . . . .  $\alpha_D^{20}$  . . . + 27°

refrakcję . . . . .  $n_D$  . . . 1,52

2) Otrzymany we wrześniu z kłączy zlekka przesuszonych:

$d_{15}^{\circ}$  . . . . . 0,960

$\alpha_D^{20}$  . . . . . + 29,2°

$n_D$  . . . . . 1,5055



3) Otrzymany we wrześniu ze świeżych kłączy:

$d_{15}^{\circ}$  . . . . . 0,969

$\alpha_D^{20}$  . . . . . 32,2°

$n_D$  . . . . . 1,506

4) Otrzymany we wrześniu z dobrze wysuszonych kłączy:

$d_{15}^{\circ}$  . . . . . 0,961

$\alpha_D^{20}$  . . . . . + 31°

$n_D$  . . . . . 1,504

5) Stary olejek niemiecki, przechowywany od dłuższego czasu w Zakładzie Farmacji Stosowanej:

$d_{15}^{\circ}$  . . . . . 0,973

$\alpha_D^{20}$  . . . . . + 18°

Farmakopea niemiecka stawia następujące wymagania:

$d_{15}^{\circ}$  . . . . . 0,954 — 0,965

$\alpha_D^{20}$  . . . . . od + 9° do + 31°

1 cm<sup>3</sup> olejku naszego każdej destylacji rozpuszcza się w 0,5 cm<sup>3</sup> 90° spirytusu.

Również przerobiono cały szereg barwnych reakcji z furfurolem, saccharozą, waniliną i aldehydem cynamonowym. Reakcje te zostały zaproponowane przez L. Ekkerta, przerobione uprzednio w Zakładzie chemicznym Prof. Dr. L. W. Winklera w Budapeszcie.

W 15 cm<sup>3</sup> 96° spirytusu rozpuszcza się 3 krople olejku tatarakowego i do 1 cm<sup>3</sup> tego roztworu dodaje 0,5 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego i jednego z następujących odczynników:

1) 2 — 3 krople 1% furfurołu — powstało zabarwienie wiśniowe, szybko przechodzące w granatowe, jeżynowe, wreszcie niebiesko-fioletowe.

2) Dodano 2 — 3 krople roztworu sacharozy w b. słabym spirytusie — zabarwienie wiśniowe, granatowe, wreszcie jeżynowe.

3) 2 — 3 krople 1% roztworu waniliny — zabarwienie niebieskie, fioletowe, jeżynowe.

4) 2 — 3 krople 1% roztworu aldehydu cynamonowego — zabarwienie krwiste, przechodzące w brunatne.

Olejek tatarakowy, otrzymany z naszego kłącza nie ustępuje w dobroci niemieckiemu. Niestuszone więc jest twierdzenie niemieckie, że olejek tatarakowy polski jest gorszy (vide cytowany już Gildenmeister); wytrzymuje on wszystkie próby, czy to fizyczne, czy chemiczne, a pod względem zapachu jest nawet przyjemniejszy.

### Olejek kminkowy

(Oleum Carvi).

Olejek kminkowy otrzymany z dziko rosnącego karolku pospolitego jest bezbarwny o bardzo przyjemnym zapachu i posiada następujące własności:

$d_{15}^{\circ}$ . . . . .	0.921
$\alpha_D^{20}$ . . . . .	+ 80°
$n_D$ . . . . .	1.4885

karwonu zawiera 56%,

rozpuszcza się w równej objętości 90% spirytusu.

Ilość karwonu była oznaczona w ten sposób: do kolbki pojemności 100 cm<sup>3</sup> z szyją 16 cm. długości i średnicy 0,8 cm. odmierzono 5 cm<sup>3</sup> olejku, 50 cm<sup>3</sup> świeżo sporządzonego 40% roztworu siarczynu sodowego i 4 krople roztworu fenoltaleiny, ogrzewano na kąpieli wodnej, silnie wstrząsając. Tworzący się wodorotlenek sodowy zobojętniano od czasu do czasu rozcieńczonym kwasem octowym aż do czasu, gdy po powtórnej ogrzaniu i po dodaniu siarczynu sodowego płyn nie zabarwiał się na czerwono.

Przez dodanie roztworu podsiarczynu sodowego podnosi się niezwiązany olejek (limonen) do szyi

kolbki; warstwa niezwiązanego olejku wynosiła w naszej próbie  $2,2 \text{ cm}^3$ , a więc związanego wynosiłaby  $2,8 \text{ cm}^3$ , co pomnożone przez 20 daje liczbę 56%.

Reakcje barwne były następujące:

1) z 1% furfurolem — zabarwienie rubinowe, granatowe, jeżynowe, wreszcie indygowe.

2) Z 1% sacharozą — różowe, rubinowe, wiśniowe.

3) Z 1% waniliną — różowa, wiśniowa, zielono-brunatna.

4) Z 1% aldehydem cynamonowym — różowa, wiśniowa, rubinowa, brunatnawa. Oprócz powyższych odczynników należy dodawać do każdej próby  $0,5 \text{ cm}^3$  kwasu siarkowego.

#### Olejek jałowcowy.

(Oleum Juniperi bacc.).

Olejek z owoców jałowca pospolitego, *Juniperus communis*, rosnącego u nas dziko, otrzymano w pracowni barwy jasno żółtawej, przyjemnego zapachu właściwego:

$d_{15}^{\circ}$ . . . . .	0,899
$\alpha_D^{20}$ . . . . .	+ $10^{\circ}$
$n_D$ . . . . .	1,485

#### Olejek sosnowy.

(Oleum Pini silvestris).

Olejek z igieł sosnowych destylowano na próbę z samych igieł bez gałęzi. Otrzymano produkt doskonały, o bardzo miłym zapachu, jednakże wydajność olejku była nie wielka, a koszt produkcji duży, przeto narazie zaniechano doświadczeń z tym surowcem.



Kalkulacja fabrykacji olejku  
z tataraku.

a) Przeróbka ze świeżego kłącza, oczyszczonego z korzeni:

Koszt dzienny:

a) 30 kg. kłącza oczyszczonego	
po 10 groszy za 1 kg.	3,00 zł.
b) Robocizna przy aparacie (przy godzeniu np. miesięcznym 50 zł.)	2,00 (2,5)
c) Węgiel (około 30 kg. dziennie)	1,50
Razem	6,50 (7,0)

Z 30 kg. tataraku otrzymuje się  $30 \times 0,045$  kg.  
olejku = 135 g. dziennie.

Odpowiada to cenie rynkowej  $80 \times 0,135 =$   
= 10,80 zł. licząc 80 zł. za 1 kg.

Zysk dzienny wynosi:  $10,80 - 6,50 = 4,30$  zł.,  
co czyni na miesiąc przy 26 dniach roboczych:

$$26 \times 4,30 = 111,80 \text{ zł.}$$

Na miesiąc przerabia się na aparacie powyższym  $26 \times 0,135 = 3,510$  kg., którego cena rynkowa wyniesie  $80 \times 3,5 = 280$  złotych, koszt zaś własny produkcji około 170 złotych.

b) przeróbka z kłącza suszonego, oczyszczonego:

a) 20 kg. kłącza suszonego po	
30 gr. za 1 kg.	6,00
b) Robocizna	2,00
c) Węgiel	1,50
Razem	9,50

Wydajność dzienna:

$$20 \text{ kg.} \times 0,012 = 0,24 \text{ kg.,}$$

co odpowiada cenie rynkowej 19,20 zł.;

zysk dzienny  $19,20 - 9,50 = 9,70$  zł., czyli na  
miesiąc 252,20 zł.

Wydajność miesięczna —  $0,24 \times 26 = 6,24$  kg.

Destylacja olejku z korzonków może się opłacać tylko wtedy, gdy korzenie zostaną dobrze wysuszone (1,033% olejku) i sproszkowane.

Fabrykacja olejku z kminku.

a) 8 kg. kminku po 1,50 zł. za 1 kg.	12,00 zł.
b) Robocizna	2,00 „
c) Węgiel	1,50 „
	<hr/> 15,50 zł.

z 1 kg. kminku otrzymuje się 22,5 gr. olejku, a więc z 8 kg. —  $22,5 \times 8 = 180,0$  gr., których cena wynosi na rynku według 1 kg. = 120 zł.:

$$0,180 \times 120 = 21,60 \text{ zł.},$$

czyli zysk dzienny:  $21,60 - 15,50 = 6,10$  zł., a więc na miesiąc 158,6 zł.,

zaś przy cenie kminku 50 gr. za 1 kg. (wprost od wieśniaków) koszt produkcji dzienny wyniesie:

a) 8 kg. kminku po 0,50 zł.	4,00 zł.
b) Robocizna	2,00 „
c) Węgiel	1,50 „

Razem 7,50

czyli zysk dzienny przy cenie 120 zł. za 1 kg. olejku =  $21,60 \text{ zł.} - 7,50 = 14,10$  zł.,

a więc na miesiąc  $26 \times 14,10 = 367$  złotych.

Produkcja miesięczna:

$$0,180 \times 26 = 4,68 \text{ kg. olejku.}$$

Uwagi ogólne. Aparat destylacyjny według podanego wyżej rysunku można zbudować kosztem 1000 — 1500 zł. Przy niewielkim więc wydatku inwestycyjnym można powiększyć sobie dochód o kilkaset złotych miesięcznie.

Należy pamiętać, że próby destylacji olejków, podjęte przezemnie, mogą być znakomicie ulepszone, przez oszczędność paliwa, tańsze nabycie su-

rowca, ułatwienie w rozdrabnianiu go i t. p. Komu się powiedzie fabrykacja w małym, prymitywnym aparacie, ten łatwo zbuduje większy i lepszy, a może postawi drugi i trzeci aparat.

Powstaną obok plantacje mięty, anyżu, kolen-dru i innych roślin olejkodajnych.

W ten sposób tworzy się fabryki takich produk-tów, jak olejki lotne. Nie odrazu powstaje przemysł wielki, ale mały lub średni, do czego potrzeba mniej kapitału, a więcej wytrwałości, energii i przedsię-biorczości. Małe organizmy mogą rozwijać się w wielkie, bo energia, wytrwałość, fachowe uzdol-nienie i znajomość warunków krajowych zawsze cu-dów dokonywują. Sfery aptekarskie są powołane do zajęcia dominującego stanowiska w tej sprawie.

Na zakończenie polecam interesującym się po-wyższą sprawą doskonałą książkę dr. H. Rueben-bauera p. t. „Olejki eteryczne” i w języku niemiec-kim Gildemeistra i Hoffmanna „Die aetherischen Oele”.





1870

...

...

...

...

