

Vanillin



A close-up photograph of several vanilla beans, showing their characteristic wrinkled, brownish texture and curved shape. The beans are arranged diagonally across the frame.

Aromastoffe

Versuchsanleitungen

Martin Vonlanthen

EHB, Eidgenössisches Hochschulinstitut für Berufsbildung

Juni 2005, Überarbeitung September 2007

Versuch 1:

Die Gewinnung von etherischen Ölen durch Wasserdampfdestillation

nach Thomas Seilnacht

Geräte:

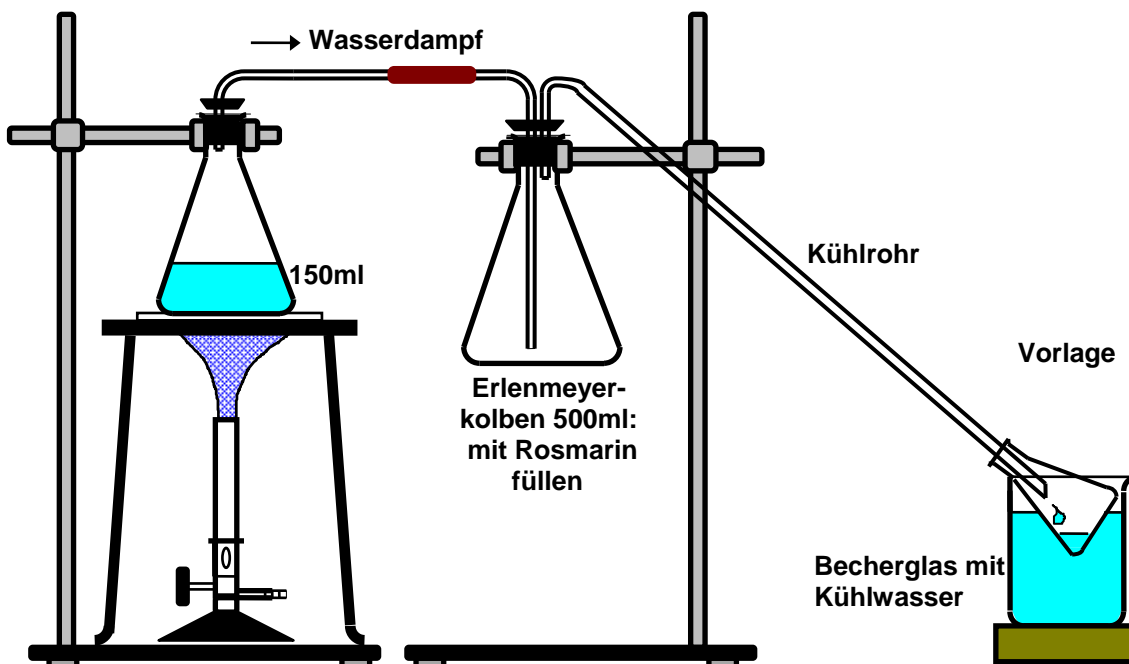
3 Erlenmeyerkolben 50ml, 250ml und 500ml, Brenner und Dreifuss, 2 Winkelrohre 90°, Kühlrohr, Gummischlauchstück, Stopfen mit Bohrung, Stopfen mit 2 Bohrungen, 2 Stative mit Klemme, Becherglas 600ml, Reagenzglasgestell, Pipette

Stoffe:

100g frischer Rosmarin, mit einer Schere zerkleinert. Anstelle von Rosmarin eignen sich auch Anissamen, Gewürznelken oder Zitronengras

Prinzip der Wasserdampfdestillation:

Der im linken Erlenmeyerkolben (250ml) erzeugte Wasserdampf strömt über den Rosmarin (Erlenmeyerkolben 500ml) und reisst die Duftstoffe mit sich, die im Kühlrohr und in der Vorlage kondensieren.



Arbeitsanleitung:

1. Die Versuchsanlage wird gemäss der Zeichnung aufgebaut. Die Stopfenbohrungen sollten vor dem Einführen der Glasrohre befeuchtet werden. Das Einleitungsrohr für Wasserdampf sollte tief in den Rosmarin eintauchen, so dass seine Öffnung nur etwa 0,5 cm vom Boden entfernt ist. Die Stopfen müssen satt sitzen!
2. Sobald das Wasser siedet und nach einer Weile Dampf aus dem Kühlrohr austritt, wird die Brennerflamme etwas zurückgedreht. Durch Drehen des kleinen Erlenmeyerkolbens und durch ständiges Auswechseln des Destillats (mit Pipette in ein Reagenzglas geben!) wird verhindert, dass die ätherischen Öle wieder verdampfen. Vorsicht, das Destillat darf sich nicht durch den ausströmenden Dampf erhitzen!
3. Nach etwa 20 Minuten ist die Destillation beendet. Das Destillat wird in ein Reagenzglas gegeben. Das auf dem Wasser schwimmende ätherische Öl kann mit einer Pipette abgesaugt werden.
4. Wiederhole den Versuch mit Zitronengras.

Vertiefungsaufgabe:

1. Was sind Terpene, wo kommen Terpene vor?
2. Welche aromatischen Inhaltsstoffe sind in Rosmarin enthalten?

Infos zur Beantwortung der Fragen findest du z.B. hier:

<http://www.oebvhpt.at/chemie/aroma/struktur.html>

<http://www.heilkraeuter.de/lexikon/rosmarin.htm>

<http://www.naturheilkunde-online.de/naturheilkunde/fachartikel/rosmarin.html>

Versuch 2:

Herstellung von verschiedenen Fruchtestern (Carbonsäureestern)

Geräte:

4 Reagenzgläser mit Ständer und Stopfen, Glaspipetten, Pipettierhilfe, Schutzbrille, Magnetrührer mit Heizplatte, 1 Becherglas 400 ml mit destilliertem Wasser, 4 Bechergläser 100 ml mit jeweils etwa 50 ml verdünnter NaOH

Stoffe:

konzentrierte Carbonsäuren: Ameisensäure (Methansäure), Essigsäure (Ethansäure), Hexansäure, Ölsäure, Ethanol absolut, konzentrierte Schwefelsäure, verdünnte Natronlauge (NaOH), ca. 0.5 %ig

Arbeitsanleitung:

1. Pipettiere mit einer Glaspipettette (mit Pipettierhilfe) folgende Gemische in jeweils ein Reagenzglas und mische vorsichtig (nach der Zugabe der konz. Schwefelsäure werden die RGs sehr heiss)!

Carbonsäure:	Ethanol absolut	konz. Schwefelsäure	Geruch:
2 ml Ameisensäure	2 ml	1 ml	
2 ml Ethansäure	2 ml	1 ml	
2 ml Hexansäure	2 ml	1 ml	
2 ml Ölsäure	2 ml	1 ml	

2. Erwärme die Gemische im kochenden Wasserbad auf der Heizplatte des Magnetrührers ca. 10 Minuten lang und giesse den Inhalt anschliessend jeweils in ein 100 ml Becherglas mit verdünnter Natronlauge.
3. Fächle vorsichtig etwas von dem Geruch der entstandenen Stoffe zu und trage deine Beobachtung in die obige Tabelle ein. Versuche dabei zu beschreiben, an welche bekannten Gerüche dich der Stoff erinnert.

Vertiefungsaufgabe:

1. Beschreibe das Prinzip der Veresterung an einem konkreten Beispiel. Ist die Esterbildung auch umkehrbar?
2. Wieso spricht man bei Carbonsäureestern auch von Fruchttestern?

Infos zur Beantwortung der Fragen findest du z.B. hier:

[Lehrbuch elemente chemie II Klett Verlag \(Seiten 318 und 319 evtl. auch 314 und 315\)](#)

Versuch 3:

Extraktion von Aromastoffen aus Zitrusfrüchten

Geräte:

Messer, Mörser und Pistill, Bechergläser 250 ml, Messzylinder 100 ml, Glastrichter mit Faltenfilter, Destillationsapparatur bestehend aus Heizkalotte, Rundkolben, Kühler, Thermometer, Wasserschläuchen und Erlenmeyerkolben, Siedesteinchen

Stoffe:

Zitrusfrüchte (Zitronen und Orangen), Cyclohexan ca. 100 ml

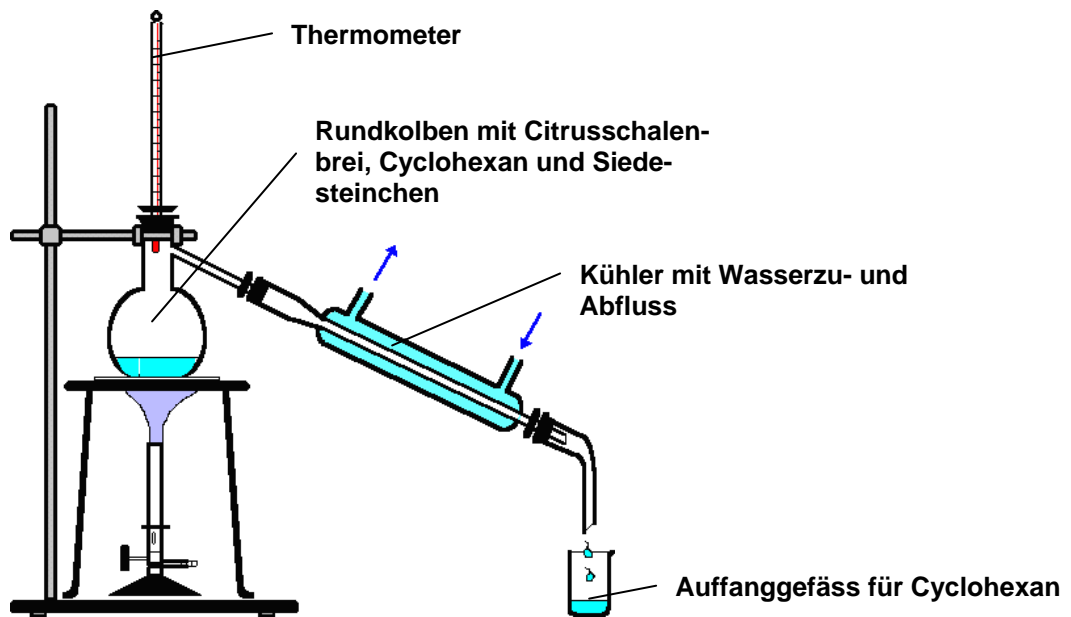
Prinzip der Extraktion (Kaltpressung):

Etherische Öle aus Fruchtschalen wie z.B. Zitronen oder Orangen werden mittels Kaltpressung gewonnen. Mit Hilfe von Lösungsmitteln werden die labilen Aromastoffe aus den Pflanzenteilen herausgelöst. Um daraus die reinen etherischen Öle zu gewinnen, müssen zunächst die Schalenstücke durch Filtration abgetrennt werden. Anschliessend wird durch vorsichtiges Erhitzen das Lösungsmittel abgetrennt, zurück bleibt das etherische Öl.

Leider gelangen bei der Pressung auch eventuell vorhandene Spritzmittelrückstände in die Essenz. Aus diesem Grund ist es ratsam, bei Zitrusölen nur Produkte aus kontrolliert biologischem Anbau zu verwenden.

Arbeitsanleitung:

1. Schäle mit Hilfe eines Messers mehrere Zitronen (oder Orangen) vorsichtig (nur die äusserste Schicht, keine weissen Teile). Zerkleinere die groben Teile in möglichst feine Stücke.
2. Gib die Schalenstücke in einen Mörser und zerreibe sie mit dem Pistill in einen feinen Brei. Giesse nach und nach die 100 ml Cyclohexan zu dem Brei und verrühre mit dem Pistill. Lasse die Mischung einige Minuten stehen.
3. Bereite in dieser Zeit gemäss der folgenden Abbildung die Destillationsapparatur vor. Anstelle eines Bunsenbrenners verwenden wir eine Heizkalotte. (nicht vergessen: Wasserschläuche an den Kühler anschliessen).
4. Filtriere das Gemisch aus dem Mörser durch einen Faltenfilter, die Schalenstücke kannst du verwerfen. Giesse das Filtrat in einen 150 ml Rundkolben, gib einige Siedesteinchen dazu und schliesse diesen an die Destillationsapparatur an.



5. Beginne vorsichtig zu heizen, der Siedepunkt des Cyclohexans liegt bei etwa 80°C. Das Gemisch sollte diese Temperatur nicht übersteigen, da sonst die Zitrusöle zerstört werden.
6. Nachdem alles Hexan verdampft ist, kannst du die Destillation stoppen, im Rundkolben sollte nun nur noch das konzentrierte Zitrusöl zurückbleiben. Dieses kannst du zur Aufbewahrung in ein kleines Glasgefäß überführen (im Kühlschrank bleiben die etherischen Öle stabil).

Vertiefungsaufgabe:

1. Welche chemische Verbindung ist verantwortlich für das Zitronen- resp. Orangenaroma?
2. Was versteht man unter Chiralität? Wieso kann unsere Nase chirale Moleküle unterscheiden?

Infos zur Beantwortung der Fragen findest du z.B. hier:

<http://de.wikipedia.org/wiki/Limonen>

<http://www.chempage.de/lexi/chiral.htm>

Versuch 4:

Synthese von Essigsäurepentylester (Pentylacetat, Fruchttester mit Birnenaroma)

nach Urs Wuthier

Geräte:

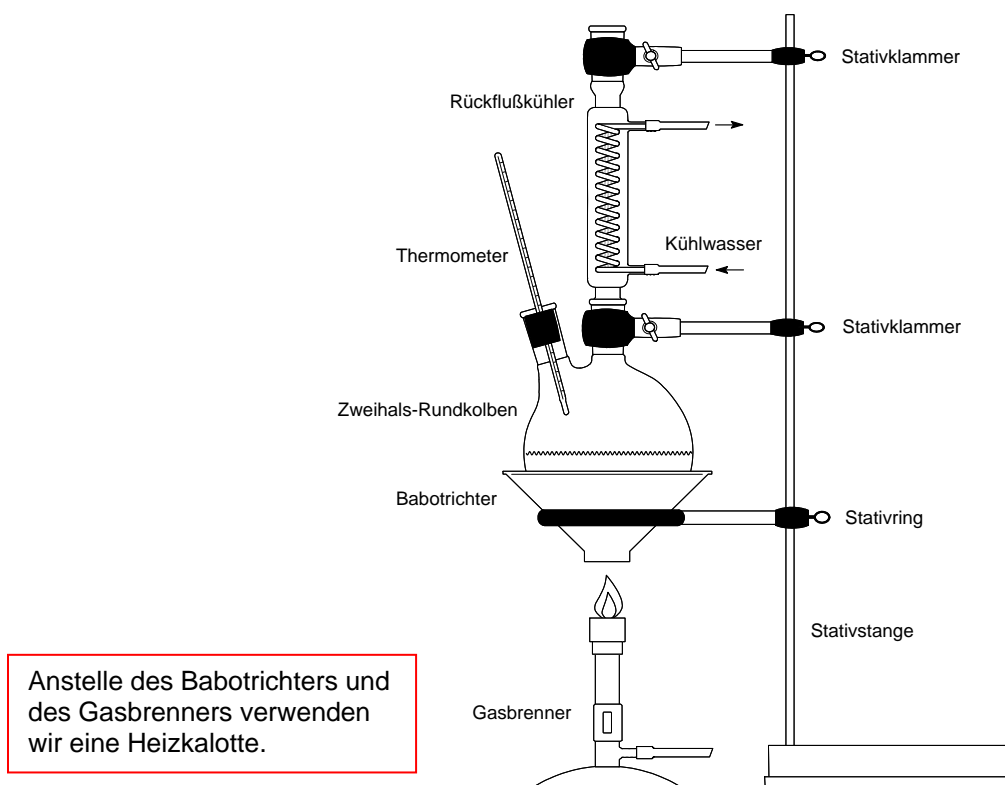
Zweihalsrundkolben mit Rückflusskühler und Thermometer, Heizkalotte, Korkring, Kühlschläuche, Stativklammern, Schlieffklammern (aus Metall), diverse Bechergläser 500 ml, 250 ml, 150 ml, Glaspipetten 25 ml, Scheidetrichter

Stoffe:

Pentan-1-ol (n-Pentanol), konzentrierte Essigsäure (Ethansäure), konzentrierte Schwefelsäure, Siedesteinchen

Arbeitsanleitung:

1. Für die Synthese wird die folgende Apparatur benötigt:



2. Der Zweihals-Rundkolben 250 ml wird auf einen Korkring gestellt. Man fügt ihm 54 ml Pentan-1-ol und 66 ml reine Essigsäure zu. Durch Umschwenken wird das Gemisch homogenisiert.
3. Tropfenweise wird aus einer Pasteurpipette ca. 2 ml konzentrierte Schwefelsäure zugesetzt, d.h. rund eine Pipette voll, wobei der Rundkolben ständig leicht umgeschwenkt wird.
4. Dem Reaktionsgemisch im Rundkolben wird ein Siedesteinchen beigegeben, das Siedeverzüge verhindern soll.
5. Nun wird die Apparatur gemäss obiger Abbildung zusammengebaut. Das Thermometer soll die Temperatur im Dampfraum des Kolbens messen und darf deshalb nicht in die Flüssigkeit eintauchen. Sämtliche Schliffverbindungen werden mit Schliff-Klammern gesichert.
6. Dann wird das Wasser des Rückflusskühlers eingeschaltet. Der Wasserhahn darf nicht zu stark aufgedreht werden, damit der Schlauch nicht weggesprengt werden kann.
7. Nun erhitzt man die Reaktions-Mischung vorsichtig zum Sieden. Dabei soll der Inhalt des Kolbens von Zeit zu Zeit vorsichtig gemischt werden.
8. Dann lässt man die Mischung während 45 Minuten am Rückfluss kochen. Die Temperatur im Dampfraum soll zwischen 100 °C und 105 °C betragen. Ausserdem muss die Rückfluss-Geschwindigkeit auf etwa 5 Tropfen pro Sekunde einreguliert werden.
9. Nach Ablauf der Kochzeit stoppt man die Heizung. Man wartet, bis im Rückflusskühler keine Kondensation mehr feststellbar ist, und stellt dann das Kühlwasser ab.
10. Der Rundkolben wird aus der Apparatur ausgebaut. *Vorsicht, er ist sehr heiss!*
11. Nun giesst man seinen Inhalt in einem dünnen Strahl durch den seitlichen Kolbenhals in ein Becherglas 500 ml, in dem sich 200 ml deionisiertes Wasser befinden. Es werden zwei Phasen erkennbar, von denen die obere den gewünschten Ester enthält.
12. Das Zweiphasen-Gemisch wird in einen Scheidetrichter transferiert, aus dem man die untere Phase in ein grosses Becherglas ablaufen lässt, das als Auffangbehälter für wässrige Abfälle dient.
13. Die obere Phase wird zur Reinigung dreimal hintereinander im Scheidetrichter mit je 100 ml Wasser ausgeschüttelt. Nach der Phasentrennung lässt man jeweils die untere Phase wieder in das grosse Becherglas ablaufen. Fertig ist der Fruchtester!

Vertiefungsaufgabe:

Zeichne die chemische Formel von Essigsäurepentylester

Versuch 5:

Enfleurage eines leichtflüchtigen Pflanzen- duftstoffes

Geräte:

Vaseline oder Eucerin, Alkohol 97%, Filmdöschen mit Deckel

Stoffe:

Stark duftende Blüten, möglichst frisch (z.B. Levkoje, Flieder oder Jasmin)

Prinzip der Enfleurage:

Enfleurage ist eine Methode, um **sehr feine** und **schwer isolierbare Blütenöle** zu gewinnen, die sich nicht durch Wasserdampfdestillation oder Kaltpressung isolieren lassen. Hierbei werden die sehr empfindlichen Duftmoleküle aus den frisch gepflückten Blüten in ein Fett extrahiert, bis dieses mit dem Duftstoff gesättigt ist. Mit Hilfe von Alkohol wird der Duftstoff nun aus dem Fett extrahiert. Den Alkohol entfernt man anschliessend wieder durch Verdampfen. Dieses Verfahren ist extrem aufwändig und wird heute nur noch bei sehr wertvollen Blüten wie Jasmin - oder teilweise auch Rosenblüten eingesetzt. Die auf diese Weise hergestellten Essenzen sind entsprechend teuer.

Arbeitsanleitung:

Das Prinzip ist denkbar einfach, da Enfleuragen jedoch viel Zeit benötigen, verwenden wir für unsere Zwecke eine abgekürzte Variante und verzichten auf Ansätze mit grossen Mengen:

1. Verstreiche an der Innenseite eines Filmdöschens gleichmässig Vaseline. Fülle nun das Döschen mit frischen Blüten. Verschliesse das Döschen mit dem Deckel und bewahre es an einem kühlen Ort auf. Am nächsten Tag wiederholst du den Vorgang mit frischen Blüten. Nach einigen Tagen wird sich in der Vaseline das leichtflüchtige Blütenöl angereichert haben (man erhält eine Pomade).

Das etherische Öl kann mittels **Mazeration** aus dem Fett extrahiert (falls es hitzebeständig ist) werden. Dazu wird die Vaseline mit Ethanol versetzt und am Rückflusskühler zum Sieden gebracht. Das etherische Öl wird in der Ethanolfraktion abgetrennt.

Vertiefungsaufgaben:

1. Nach welchen Verfahren werden heute Jasminextrakte gewonnen?
2. Gestalte mit Hilfe der Filmdöschen einen kleinen Duftparcours. Fülle dazu geeignete Aromastoffe in die einzelnen Döschen, verschliese diese mit den Duftaufsätzen und lasse die Proben von deinen Kolleginnen und Kollegen erraten.

Infos zur Beantwortung der ersten Frage findest du z.B. hier:

<http://de.wikipedia.org/wiki/Jasmin>

www.aromaland.de/de/dept_274.html



Vorbereitung zur Enfleurage von Löwenmaul-Blüten

Versuch 6: Die Maillard Reaktion

Geräte:

Reagenzgläser, Bunsenbrenner, Reagenzglasklammer aus Holz, Pasteurpipette

Stoffe:

Aminosäuren in reiner Form (z.B. Glycin, Tyrosin, Asparagin, usw.), eiweisshaltige Stoffe (z.B. Enzyme in Reinform), Weissmehl, Glukose, Wasser

Die Maillard Reaktion



Die Maillard-Reaktion spielt eine wichtige Rolle bei der Bildung von Aromastoffen und braunen Pigmenten in Lebensmitteln. Es handelt sich dabei um eine nicht-enzymatische Bräunungsreaktion, im Laufe derer Zucker, Aminosäuren, Peptide und Proteine zu heterozyklischen Endprodukten reagieren.

Die vertraute Farbe gebackener, gebratener und gerösteter Lebensmittel ist auf die Bildung von rotbraunen bis schwarzbraunen Pigmenten zurückzuführen, die im Zuge der Maillard Reaktion entstehen. Man nennt diese charakteristischen Pigmente auch Melanoidine.

Louis Camille Maillard (1878-1936) Bildquelle: <http://kb.hotelgastro.ch>

Arbeitsanleitung:

1. Mische in einem Reagenzglas Spatelspitzen der ausgewählten Aminosäure und Glucose. Tropfe etwas Wasser zu und erwärme die Mischung zunächst vorsichtig, dann etwas stärker mit dem Bunsenbrenner. Mache ab und zu die Geruchsprobe. Wenn du meinst, dass der optimale Geruch erreicht ist, beende das Erhitzen und verschliesse das Reagenzglas.
2. Wiederhole den Versuch mit einem Protein (z.B. Urease) resp. Weissmehl (du brauchst keine Glukose beizufügen). Wieso funktioniert die Reaktion auch hier? Wo wird dieses Verfahren genutzt?

Vertiefungsaufgabe:

1. Was geschieht chemisch bei der Maillard Reaktion? Welche Reaktionsprodukte entstehen dabei? Nenne einige Beispiele. Riechen alle hergestellten Produkte gleich?
2. Sind die Produkte der Maillard Reaktion gesundheitlich unbedenklich?

Infos zur Beantwortung der Fragen findest du z.B. hier:

http://dc2.uni-bielefeld.de/dc2/tip/07_99.htm

www.allum.de/index.php?mod=noxe&n_id=81

Hervé This, Rätsel der Kochkunst, Springer Verlag, Seiten 30ff.

Versuch 7:

Extraktion von Vanillearoma

Geräte:

Messer, Mörser und Pistill, Reagenzglas mit Stopfen, Pipetten, Glasfilter mit Filterpapier, Filterpapier

Stoffe:

Vanilleschote, synthetisches Vanillearoma, Ethanol absolut

Arbeitsanleitung:

1. Schneide die Hälfte einer Vanilleschote in kleine Stücke und zerreibe sie in einem Mörser mit dem Pistill.
2. Gib die zerriebenen Vanillestücke zusammen mit 10 ml Ethanol in ein Reagenzglas. Das Glas wird verschlossen und das Gemisch geschüttelt. Das Gemisch muss etwa 30 Minuten ziehen und soll in regelmässigen Abständen geschüttelt werden.
3. Filtriere die Lösung und gib einige Tropfen des Filtrats auf ein weiteres Filterpapier. Warte ab, bis der Ethanol verdunstet ist.
4. Überprüfe nun den Geruch.
5. Extrahiere Vanillearoma mit dieser Methode aus verschiedenen anderen Quellen (z.B. Vanillezucker, Vanillejoghurt [nur den Bodensatz verwenden], synthetisches Vanillin, usw.) und kreierte einen kleinen Parcours? Gelingt es, zwischen künstlichem und natürlichem Vanillearoma zu unterscheiden?

Vertiefungsaufgaben:

1. Welche chemische Verbindung ist hauptsächlich verantwortlich für das Vanillearoma?
2. Wieso kann man Vanillearoma und Vanillin nicht gleichsetzen?
3. Wie stellt man heute Vanillin her?

Infos zur Beantwortung der Fragen findest du z.B. hier:

<http://dc2.uni-bielefeld.de/dc2/papier/vanillin.htm>

Udo Pollmer, Susanne Warmuth, Lexikon der populären Ernährungsirrtümer, Serie Piper, Seite 296 ff

Weitere Links zum Thema Aromastoffe:

Einige generelle Infos zum Thema Duft / Aroma:

<http://www.uni-bayreuth.de/departments/didaktikchemie/umat/duefte/duefte1-4.htm>

Übersichtliche Seite mit vielen Informationen zu den Aromastoffen:

<http://www.oebvhpt.at/chemie/aroma/>

Gute Seite zum Riechprozess (Biochemie / Physiologie):

<http://www.drd.de/helmich> > biologie > Neurobiologie > Neuronale Verschaltungen und Sinne > Chemische Sinne

Riechstofflexikon:

<http://www.omikron-online.de/cyberchem/aroinfo/aroindex.htm>

Wer noch mehr will: Aromastoffregister der Europäischen Kommission (mit aktuell 2748 Einträgen):

<http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/flavouring/database/index.cfm>