

Om variation i indhold af æterisk olie og oliens kvalitet i danskavlet kommenfrø

Investigations on the variation — and content of volatile oils in Danish grown caraway (Carum Carvil)

J. E. Razoux Schultz og Holger Hansen

Analysematerialet

Visse europæiske lande nægter importtilladelse til kommenfrø, hvis indhold af æterisk olie er under en nærmere fastsat minimumsgrænse, ofte 3 pct. Til trods for at Danmark hvert år eksporterer kommen, har kvalitetsbestemmelser ikke foreligget. For at råde bod herpå, er der på Aarslev Forsøgsstation i årene 1966-1969 analyseret ialt 45 avlerpartier, alle leveret til L. Dæhnfeldt A/S, Odense.

Prøverne stammer fra Sjælland, Fyn og Østjylland og fra både ler- og sandjord, dog er ekstreme jordtyper ikke repræsenteret. Oplysninger om vækstvilkår hos de respektive avlere er normalt ikke indhentet.

De 45 partier stammer fra ialt 26 forskellige avlere. Af disse har 15 kun leveret et enkelt af de 4 år, medens 7 har leveret i 2 af årene, 3 har leveret i 3 forskellige år. Ingen avler har leveret i samtlige 4 år.

De modtagne prøver fremkom som renvare og er analyseret i den renhed, hvori de ankom til laboratoriet.

Analyseringen af frøet omfatter frøvægt og frøets indhold af æterisk olie. Herved fås et udtryk for frøkvaliteten. I 1966 og 1967 er der desuden bestemt 3 af oliens konstanter, nemlig drejningsindekset (α_{20}) og brydningsindekset (n_D^{20}), der begge er af betydning ved bestemmelse ved oliens identifikation og renhed, medens den tredje, oliens vægtfylde (d_{20}), overvejende er et udtryk for oliens kvalitet.

A. Analysemetoder

De anvendte analysemetoder er i korthed følgende:

1. Bestemmelse af æterisk olie

Metoden er beskrevet af Den Internationale Organisation for Standardization (1).

Metoden går ud på en destillation af en vandig blanding af materialet, en opsamling af destillatet i et målerør, hvor vandet og den opsamlede olie separeres efter vægtfylde, hvorefter oliens volumen aflæses i målerøret.

Det anvendte apparat, Stahl's »Karlsruher destillations apparat« er beskrevet i den hollandske pharmacopal, IV udg. (2).

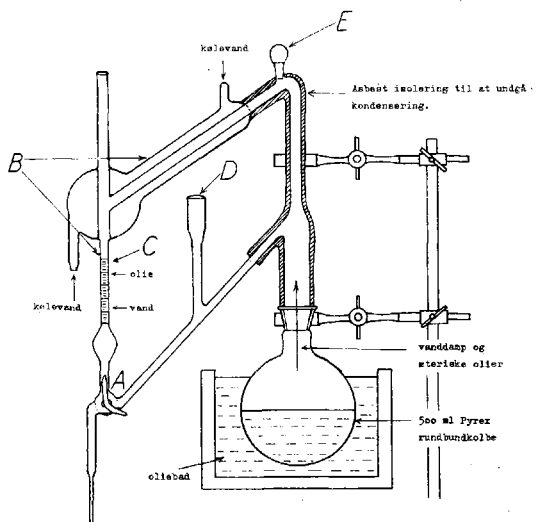


Fig. 1. Apparat til bestemmelse af æteriske olier.

Apparatet, som er vist i fig. 1, er i hovedtræk opbygget af to hoveddele.

I. En opvarmnings- og destillationsenhed.

Som destillationskolbe anvendes en korthalset 500 ml rundkolbe med normalslib. Heri fyldes 10 gram formalet kommenfrø, svarende til ca. 0,5 ml æterisk olie, og 250 ml destilleret vand samt 5 g NaCl. For at undgå stødkogning og skumning tilsættes yderligere nogle glaskugler og et stykke carnuba voks.

Destillationskolben blev anbragt i et oliebad, der blev opvarmet til den foreskrevne temperatur på 130° C ved hjælp af en dyppekoger på 1000 watt. Da en regelmæssig opvarmning er en forudsætning for en god destillation, blev temperaturen i oliebadet holdt indenfor $\pm 3^\circ$ C ved hjælp af et kontaktermometer.

II. En kombineret kondenserings- og separeningsenhed B.

Den opstigende vanddamp plus æterisk olie fra kolben kondenserer i den vandkølede kondenseringsenhed B, flyder i målerøret C, hvor der foregår en separation af olie og vand efter vægtfylde. Da målerøret er direkte forbundet med rundbundkolben via et kappillarsystem, presses overflødig vand via tregangshane A tilbage i systemet, hvorved vandet cirkulerer og væskehøjden i kolben holdes konstant. Destilleringen foregår i 12 timer eller natten over.

Når destilleringen er færdig, aflæses oliemængden direkte i ml i målerøret og aftappes via tregangshane A. Olieniveauet kan hæves eller sænkes ved at aftappe vand via A eller tilføje vand via D. Systemet renses ved E som er aflukket med en glasprop.

2. Tørstofbestemmelse

Sideløbende med oliebestemmelsen bestemmes tørstof i frø i tørreskab ved 80° C. Tørringen udførtes på hele frø. Hvis frøet findeles, kan de æteriske olier i frøet fordampe og derved behæfte tørstofbestemmelsen med fejl.

3. Drejningsindekset

Oliens optiske rotation er en karakteristisk egenskab, der anvendes ved bedømmelse af

oliens identitet, avlssted, kvalitet og handelsværdi. Drejningsevnen er målt med et polarimeter forsynet med en natriumlampe af bølglængde 5890 Å og et målerør på 100 mm.

4. Brydningsindekset

Ved brydningsindeks i æteriske olier forstås forholdet mellem indfaldsvinklens sinus og brydningsvinklens sinus ved indfald af en lysstråle af bestemt bølglængde. Målingen sker ved en given temperatur i olien.

Brydningsindeks er her bestemt på et refraktometer af typen E. Abbe og forsynet med en termostateret vandcirkulation, der holder vandet ved $25^\circ \pm 2^\circ$ C.

Brydningsindeks anvendes ved bestemmelse af oliens kvalitet og til afsløring af mulig forfalskning med andre olier.

5. Vægtfylden

Vægtfylden er ligeledes en vigtig konstant, karakteristisk for hver æterisk olie. Vægtfylden er af betydning for bedømmelse af oliens kvalitet og bruges yderligere ved bestemmelse af oliens indhold af carvon, der er et udtryk for oliens handelsværdi. Vægtfylden bestemmes med en Sprengel-Ostwald pyknometer ved 20° C, som beskrevet af E. Gildemeister og Fr. Hoffman (3).

B. Analyseresultater

1. Frøkvaliteten

a. Frøvægten

I tabel 1 er vist den gennemsnitlige frøvægt, samt største og mindste vægt i de enkelte år.

Tabel 1. Frøvægt i kommen, 1966-1969
g pr. 1000 frø

	Gns.	Største	Mindste
1966	2,91	3,63	2,60
1967	2,69	3,20	2,23
1968	2,77	3,45	2,49
1969	3,11	3,67	2,77
Gns.	2,86	—	—

Gennemsnitsvægten for alle 4 år er 2,86 g pr. 1000 frø, men betydelige udsving herfra

forekommer. En sammenhæng mellem frøstørrelse og en eller flere kvalitative egenskaber har ikke kunnet påvises.

b. Det procentiske indhold af olie

I et materiale som nærværende er det ikke det enkelte analyseresultat, men variationen partierne imellem, der har interesse. Partierne er derfor grupperet i klasser med 0,5 pct. intervaller, således som vist i tabel 2.

Tabel 2. Pct. æterisk olie i frø af kommen, 1966-1969 (ml olie pr. 100 g frø med 12,5% vand)

Gruppe	Prøvens indhold	1966	1967	1968	1969
1	< 3,00	3	2*	—	1**
2	3,01-3,50	4	2	2	—
3	3,51-4,00	15	3	3	6
4	4,01-4,50	13	3	4	3
5	4,51-5,00	8	1	5	—
6	> 5,00	2	2	—	—
Laveste.....	2,34	2,34	3,15	3,51	2,37
Højeste.....	5,28	5,28	4,76	4,36	4,76
Gns.	3,92	3,91	4,08	3,91	3,71
Antal prøver....	45	13	14	9	9

* angrebet af storknoldet bægersvamp

* overgødet med kvælstof

Det totale gennemsnit for alle prøver lå på 3,92 pct. olie i frø med 12,5 pct. vand. Godt halvdelen af alle prøver ligger mellem 3,51 og 4,50 pct. olie. Højeste og laveste procentiske indhold varierer noget fra år til år. Kun i 1966 er der fundet et indhold på over 5 pct., medens der både i 1966 og 1969 er forekommet partier med under 3 pct. olie. Prøverne fra 1966 stammer fra en mark med angreb af storknoldet bægersvamp (*Sclerotinia Sclerotiorum*) og prøven fra 1969 fra en mark, der blev overgødet med kvælstof. Overgødskningen bevirkede, at de kraftige og saftige planter knækkede ned og kun gav dårligt udviklede frø.

2. Oliekvaliteten

I 1966 og 1967 er oliens kvalitet undersøgt. Resultatet er vist i tabel 3.

Tabel 3. Oliens kvalitet, 1966 og 1967

	Gns.	Største	Mindste
Drejningsindeks (α_D) 1966	75,82°	77,25°	72,29°
— 1967	75,76°	76,70°	74,20°
Gns.	75,73°	—	—
Brydningsindeks (n_D^{20}) 1966	1,4874	1,4886	1,4848
— 1967	1,4862	1,4887	1,4834
Gns.	1,4868	—	—
Vægtfylde (d_{20}) 1966	0,906	0,929	0,900
— 1967	0,910	0,914	0,900
Gns.	0,908	—	—

a. Drejningsindekset (α_D) var + 75,73° og varierende mellem 72,29° og + 77,25°. Der synes ikke at være sammenhæng mellem oliens kvalitet og et højt eller lavt indhold af olie i frøet.

b. Brydningsindekset (n_D^{20}) har i gennemsnit været 1,4868 med udsving til 1,4834 og 1,4887 som laveste og højeste værdi.

c. Vægtfylden (d_{20}). I det undersøgte materiale havde vægtfylden en tilfredsstillende høj værdi, der i gennemsnit var 0,908 medens de mindst og størst fundne værdier henholdsvis var på 0,900 og 0,929.

Kommenolie, der er afdestilleret på foranævnte måde, vil indeholde 2 hovedkomponenter, nemlig d-limonen, med en vægtfylde på 0,840 og carvon med en vægtfylde på 0,964. (3). Da carvon er den eftertragtede del af olien, anses en høj vægtfylde at være et udtryk for en høj kvalitet.

Diskussion

Den foreliggende litteratur bringer kun sparsomme oplysninger om olieindhold i kommen, hovedsagelig af ældre dato.

I tabel 4 refereres de af E. Gildemeister og Fr. Hoffman angivne værdier for indhold af olie og dennes kvalitet i hollandsk, lettisk og rumænsk kommen.

Sammenlignes disse få udenlandske resultater med analyseresultaterne af nærværende undersøgelse, vil det ses, at værdierne må antages at være sammenfaldende. Materialets lidenhed tillader ikke brugelige statistiske beregninger.

Tabel 4. Kvaliteten i udenlandsk kommen

Prøvens oprindelse	pct. olie	Drejningsindeks α_D	Brydnings- indeks n_D^{20}	Vægtfylde d_{20}
Hollandsk dyrket.....	3,93	+75,5°	1,4865	0,915
Lettisk do.	4,0-4,6	+62,5°- +74,5°	1,4856-1,4877	0,924-0,923
do. vild.....	3,5-4,3	+75,2°- +76,7°	1,4861-1,4867	0,899-0,899
Rumænsk dyrket.....	5,23	+78,7	1,4846	0,909
do. vild.....	3,86	+75,7	1,4862	0,918

Konklusion

Undersøgelsens resultat må antages at sandsynliggøre, at sundt og velbjerget dansk kommenfrø, avlet på harmonisk gødet afgrøde, praktisk taget altid vil have et indhold af æterisk olie på over tre pct. i frø med 12,5 pct. vand. Også oliens kvalitative egenskaber, der synes at være uafhængig af frøets procentiske olieindhold, er fundet at ligge på samme niveau som angives for udenlandsk frø.

Summary

To investigate the content and quality of Danish grown caraway, 45 samples originating from 26 different growers in the Seeland, Funen, and eastern Jutland area were subject of analysis which comprised seed weight, content of volatile oils and

the physical properties of these oils. The results of the investigations in tables 1, 2, and 3 respectively, show that it is most likely, that healthy and well stored Danish caraway generally has a content of volatile oils of more than 3 pct. in seeds with 12,5 pct. water. The physical properties of the oil, which seems not to depend of the relative content of seedoil, show a good agreement when compared with results of foreign investigators in table 4.

Litteratur

1. Den Internationale Organization for Standardization, Recommendation No. 1205.
2. Nederlandse farmacopee. IV Vierende uitgave.
3. *Gildemeister, E. & Hoffman, Fr.* Die ätherische Öl. Vol II 1960.

Manuskript modtaget i redaktionen den 10. september 1970.