



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 667 205 A5

⑤ Int. Cl.4: A 61 K 35/78
A 61 K 31/015
A 61 K 31/045

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑲ Gesuchsnummer: 5594/84

⑳ Anmeldungsdatum: 22.11.1984

㉔ Patent erteilt: 30.09.1988

④⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 30.09.1988

⑦③ Inhaber:
Degussa Aktiengesellschaft, Frankfurt a.M. (DE)

⑦② Erfinder:
Franz, Chlodwig, Dr. habil. Dipl.-Agr., München
19 (DE)
Isaac, Otto, Dr., Hanau 9 (DE)

⑦④ Vertreter:
Bovard AG, Bern 25

⑤④ Herstellung von Kamillenauszügen und ätherischem Oel aus einer tetraploiden Kamillensorte.

⑤⑦ Durch die alkoholische Extraktion der tetraploiden Kamillensorte "Manzana", deren bei 40 °C getrocknete Blüten bezogen auf die Trockensubstanz, mindestens 150 mg % Chamazulen, mindestens 300 mg % (-)- α -Bisabolol und weniger als 50 mg % an übrigen Bisaboloiden aufweisen, werden alkoholische Kamillenauszüge erhalten, die mindestens 5 mg % Chamazulen, mindestens 15 mg % (-)- α -Bisabolol und weniger als 8 mg % an übrigen Bisaboloiden enthalten. Werden die alkoholischen Kamillenauszüge unter Zugabe von Wasser destilliert, werden ätherische Öle erhalten, die mindestens 5 Gew.-% Chamazulen, mindestens 15 Gew.-% (-)- α -Bisabolol und weniger als 10 Gew.-% an übrigen Bisaboloiden enthalten.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung von alkoholischen Kamillenauszügen mit mindestens 5 mg% Chamazulen, mindestens 15 mg% (–)- α -Bisabolol und weniger als 8 mg% an übrigen Bisaboloiden enthaltend, dadurch gekennzeichnet, dass man aus der tetraploiden Kamillensorte «Manzana», deren bei 40 °C getrocknete Blüten, bezogen auf die Trockensubstanz, mindestens 150 mg% Chamazulen, mindestens 300 mg% (–)- α -Bisabolol und weniger als 50 mg% an übrigen Bisaboloiden aufweisen, einen alkoholischen Extrakt herstellt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die getrockneten Blüten der tetraploiden Kamillensorte verwendet.

3. Verfahren zur Herstellung eines ätherischen Öles, das mindestens 5 Gew.% Chamazulen und mindestens 15 Gew.% (–)- α -Bisabolol und weniger als 10 Gew.% an übrigen Bisaboloiden enthält, dadurch gekennzeichnet, dass man nach Anspruch 1 oder 2 einen alkoholischen Kamillenauszug herstellt und diesen in Gegenwart von Wasser destilliert.

4. Alkoholischer Kamillenauszug erhalten nach dem Verfahren nach Anspruch 1 oder 2.

5. Ätherisches Öl erhalten nach dem Verfahren gemäss Anspruch 3.

BESCHREIBUNG

In der deutschen Patentanmeldung P 34 23 709.9 wird eine neue tetraploide Kamillensorte (Bezeichnung «Manzana»), beschrieben, die sich durch einen gleichzeitig hohen Chamazulen- und (–)- α -Bisabololgehalt auszeichnet, wobei die bei 40 °C getrockneten Blüten (bezogen auf die Trockensubstanz) dieser Kamillensorte «Manzana» mindestens 150 mg% Chamazulen, mindestens 300 mg% (–)- α -Bisabolol und weniger als 50 mg% an übrigen Bisaboloiden aufweist.

Es hat sich nun gezeigt, dass die aus den Blüten dieser Sorte «Manzana» erhaltenen Auszüge, beziehungsweise Extrakte, ebenfalls gleichzeitig hohe Chamazulen und (–)- α -Bisabololgehalte aufweisen. Dasselbe gilt für ein aus dieser Kamillensorte gewonnenes ätherisches Öl.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind das im Patentanspruch 1 definierte Verfahren zur Herstellung von alkoholischen Kamillenauszügen, das im Patentanspruch 3 definierte Verfahren zur Herstellung von ätherischen Ölen, sowie die Erzeugnisse dieser Verfahren.

Die Trocknung der Kamillenblüten, beziehungsweise die Herstellung der Droge, erfolgt in der Regel nach dem in der obenerwähnten DE-Patentanmeldung beschriebenen Verfahren.

So enthalten alkoholische Auszüge einer aus der Kamillensorte «Manzana» erhaltenen Droge, beziehungsweise von getrockneten Blüten der Kamillensorte «Manzana», mindestens 5 mg%, vorzugsweise 5,6 mg% Chamazulen und mindestens 15 mg%, vorzugsweise mindestens 15,5 mg% (–)- α -Bisabolol im alkoholischen Drogenauszug und weniger als 8 mg% an übrigen Bisaboloiden.

Die Herstellung solcher Auszüge kann in der hierfür üblichen Weise erfolgen.

Für die Extraktion können beispielsweise Mischeinrichtungen, zum Beispiel sogenannte Muldenmischmaschinen, Perkolatoren und andere geeignete Extraktionsapparaturen verwendet werden. Die Temperatur während der Extraktion beträgt beispielsweise 10 bis 50 °C. Eine Kühlung ist nicht erforderlich.

Falls die Extraktion mittels Mischmaschinen erfolgt, soll die Drehzahl des Mischwerkes insbesondere so eingestellt werden, dass jeweils die Umlaufgeschwindigkeit eines Punktes an der Peripherie des Mischwerkes zwischen 1,7 und 2,7 mg/Sekunde liegt, wobei die Extraktionszeit vorzugsweise zwischen 15 Minuten und 3 Stunden, insbesondere 30 bis 120 Minuten liegt.

Für ein Mischwerk mit einem Radius von 55 cm ist zum Beispiel eine Umdrehungsgeschwindigkeit von 50 bis 250 Umdrehungen/Minute günstig, wobei die Extraktionszeit dann beispielsweise 15 Minuten bis 3 Stunden beträgt. Vorzugsweise wählt man bei einem Mischer dieser Grösse eine Umdrehungsgeschwindigkeit von 50 bis 250 Umdrehungen/Minute, wobei eine Extraktionszeit von 15 bis 120 Minuten ausreichend ist.

Als Lösungsmittel kommen insbesondere gerade oder verzweigte aliphatische, ein- oder mehrwertige Alkohole mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen und Solketal (2-Dimethyl-4-oxymethyl-1,3-dioxolan) in Frage, wie zum Beispiel Methanol, Ethanol, Propanol-(2), Butanol, Glycerol und ähnliche, sowie Gemische dieser Lösungsmittel mit Wasser.

Es können auch Gemische dieser Lösungsmittel verwendet werden. Die Mindestmenge an Lösungsmitteln beträgt 2 Teile Lösungsmittel auf 1 Teil Droge. Im allgemeinen verwendet man 2 bis 20 Teile Lösungsmittel auf 1 Teil Droge, insbesondere 3 bis 10 Teile Lösungsmittel auf 1 Teil Droge.

Ein aus der Kamillensorte «Manzana» erhaltenes ätherisches Öl enthält mindestens 5% Chamazulen und mindestens 15% (–)- α -Bisabolol und weniger als 10% an übrigen Bisaboloiden.

Die Herstellung des ätherischen Öls erfolgt im allgemeinen dadurch, dass man getrocknete Kamillenblüten mit Wasser, beispielsweise in Gegenwart von Ascorbinsäure (zum Beispiel als Salz, insbesondere als Natriumsalz) bei einem pH-Wert zwischen 4 und 6, vorzugsweise 5 bis 5,5 zum Sieden erhitzt. Der pH-Wert wird beispielsweise mittels einer Säure, wie Salzsäure, eingestellt.

Auf 1 Gewichtsteil getrocknete Kamillenblüten werden beispielsweise 10 bis 50 Gewichtsteile Wasser und gegebenenfalls 0,1 bis 1 Gewichtsteil Ascorbinsäure verwendet.

Es wird im allgemeinen 2 bis 8 Stunden erhitzt.

Das erhaltene wässrige Destillat wird mehrmals mit einem niederen aliphatischen, flüssigen Kohlenwasserstoff (zum Beispiel Petrolether (zum Beispiel Kp 35 – 60 °C) Pentan, Xylol, Decalin) mehrmals ausgeschüttelt, die organische Phase getrocknet (zum Beispiel mittels Natriumsulfat) und das organische Lösungsmittel in schonender Weise entfernt (beispielsweise durch Abdestillieren im Rotationsverdampfer oder durch Destillation bei 40 – 70 °C, vorzugsweise bei 50 – 60 °C). Bei höhersiedenden Lösungsmitteln wird dieses Abdestillieren unter Vakuum durchgeführt.

Bestimmung des Gehalts an Chamazulen und (–)- α -Bisabolol, sowie der übrigen Bisaboloide in den Auszügen, beziehungsweise im ätherischen Öl, erfolgt gemäss der Angabe in der deutschen Patentanmeldung P 34 23 207.9.

Beispiel

200 g getrocknete Kamillenblüten der Kamillensorte «Manzana» (Trocknung erfolgte bei 50 °C, Lufttemperatur unter Ausschluss von Sonnenlicht) werden in einem 5-Liter-Rundkolben mit 3,6 Liter Wasser und 2 g Natrium-Ascorbat versetzt und mit 1N HCl auf einen pH-Wert von 5,0 eingestellt. Nach Zugabe von Siedesteinen wird zum Sieden erhitzt. Innerhalb von ca. 3 Stunden werden ca. 1,2 Liter Destillat aufgefangen.

Nach beendeter Destillation wird das Destillat dreimal mit je 100 ml Petroläther ausgeschüttelt und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Die getrocknete Lösung wird filtriert und das Lösungsmittel anschliessend im Rotations-

verdampfer abdestilliert. Die Ausbeute beträgt 1,44 g ätherisches Öl.

In dem erhaltenen ätherischen Öl wird anschliessend der Gehalt an Chamazulen und (-)- α -Bisabolol bestimmt.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65