

IX. Erdélyi Tudományos Diákköri Konferencia – Kolozsvár, 2006. november 25-26.

Bartha F. Zoltán, Kovács Anna-Mária, Soó Attila

Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Csíkszeredai Karok,
Élelmiszeripari mérnöki szak,
V. Évfolyam;

Témavezetők:

András Csaba Dezső tanársegéd

Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Csíkszeredai Kar,
Élelmiszertudományi Tanszék.

Székely Gabriella tanársegéd

Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Csíkszeredai Kar,
Műszaki és Természettudományi Tanszék.

Növényi illóolajok kinyerése mikrohullámfűtésű vízgőzdesztillációval

1. Bevezetés

1.1. Kutatás célja

A munkánk során megterveztünk és megépítettünk egy mikrohullám fűtésű vízgőzdesztilláló berendezést. A kutatásunk célja az általunk összeállított berendezés alkalmasságának vizsgálata növényi illóolajok kinyerésére. Ennek során vizsgáltuk a kinyerhető illóolaj mennyiséget illóolajtartalmú növények terméséből, virágzatából és gyökérzetéből. Egy esetben összehasonlítottuk az illóolaj összetételt és illóolaj mennyiséget a Gyógyszerkönyvi leírás (X.Ph.Ro.) szerinti készülékkel nyert illóolajával. Bizonyítani kívántuk, hogy a mikrohullámfűtésű vízgőzdesztilláció felválthatja a hagyományos vízgőzdesztillációt. A növényi illóolajok kinyerésére eddig a Gyógyszerkönyvben leírt módszert alkalmazták, eszerint egy növény illóolajának kinyeréséhez szükséges idő 3 – 4 óra között változik. A kinyeréshez szükséges időt kívántuk lecsökkenteni úgy, hogy a kinyerhető illóolajmennyiség közel azonos maradjon.

1.2. Az illóolaj fogalma

Az illóolajok növényekben előforduló vegyületcsoportok, az elnevezésük hasonló fizikai tulajdonságuk alapján történt. A keverék olajos állaga (sűrűség és viszkozitás) valamint vízben való rossz oldódékonysága miatt kapta az olaj elnevezést. Az elnevezés részben félrevezető, mert illékonyaságuk (gőznyomásuk) alacsony értékű, de a levegőben nagyon kis mennyiségű illóolaj jelenléte is érzékelhető, mivel alacsony koncentrációban is nagy szagingert váltanak ki. Kémiai szempontból nem egységes vegyületek, hanem vegyületkeverékek (terpének, terpénszármazékok). Az illóolaj elnevezés a hatóanyagok kimondottan gyakorlati technológiai fogalmát fedi. Azokat a növényi hatóanyagokat sorolják ebbe a fogalom körbe, amelyek általában vízgőzzel lepárolhatók, vízben nem vagy csak nagyon rosszul oldódnak, szobahőmérsékleten maradéktalanul elpárolognak, gyakran jellegzetes, intenzív szagúak és ízűek, sűrűségük a víznél kisebb, ritkán nagyobb. Illóolajtartalmú növényekből leggyakrabban vízgőz desztillációval előállított jellegzetes illatú vagy ízű, szobahőmérsékleten (a zsírosolajokkal ellentétben) maradék nélkül elillanó folyadékok. A növények kellemes illatukat leggyakrabban az illóolajoktól, ritkábban más kristályos anyagoktól, pl. kumarintól, vanillintól stb. nyerik. Az illóolajok a növények különböző részeiben (virágokban, levelekben, gyökerekben, termésekben, magvakban), illóolajtartókban, illóolajjáratokban, sejtekben, vagy mirigyszőreikben folyékony halmazállapotban raktározódnak.

Az illóolajok jellemző alkotói a 10 szénatomot tartalmazó monoterpének és a 15 szénatomos szeszkviterpének. Terpének mellett a nem terpén jellegű, tehát 10 szénatomnál kevesebb vagy valamivel többet tartalmazó vegyületek is találhatók, nagy részük fenilpropán-származék. Egyes alkotóik, főleg az oxigént is tartalmazók, az előállítás során a vizes fázisban maradnak. Az illóolaj glikozid alakjában is előfordulhat (keserűmandula, mustár), amelyből víz jelenlétében a növényekben levő glükózidáz hatására hasadnak le [1].

1.3. Az illóolajok felhasználási területei

Az illóolajokat leggyakrabban illatanyagként hasznosítják. Illatkompozíciók alkotó komponensei a kozmetikai készítményekben, mosószerekben, testhigiéniai cikkekben is. Az illóolajok legfőbb felhasználója a kozmetikai- és illatszeripar, valamint a gyógyszeripar, élelmiszeripar, szesz- és üdítőipar és a cukorkákat gyártó iparok is. Felhasználásuk nemcsak eredeti formában történhet, hanem izolálhatók belőlük egyedi illatanyagok, és ezek kémiai úton más vegyületekké is alakíthatóak.

A fűszernövények illóolajai és extraktjai csaknem minden területen helyettesíthetik a drogokat és ott is felhasználhatók, ahol eredeti formában nem hasznosítható a növény. Különösen az ipari felhasználásuk előnyös, mert a fűszeranyagokat ballaszt nélkül, és mikrobiológiai fertőzéstől mentesen tartalmazzák. Egyes illóolajok gyógyszerek, gyógyászati készítmények ízesítésére alkalmasak vagy önmagukban is gyógyhatásúak. Az illékony oldószeres extraktok részben illatanyagként (levendula, muskotályzsálya, tölgyszamó), részben ízesítőanyagként (fűszernövények kivonata) kerülnek felhasználásra. Az enfleurage termékek nagy értékű illatanyagok. Az illóolajok felhasználási köre gyors ütemben bővül és a hagyományos felhasználási területek igénye is növekszik [1].

Az illóolajok gyógyászati alkalmazása igen nagy területre kiterjedő, mint gyógyhatású készítmények, baktériumölő szerek, mint íz- és szagjavítók használatosak.

2. Az illóolajok kinyerésére használt módszerek

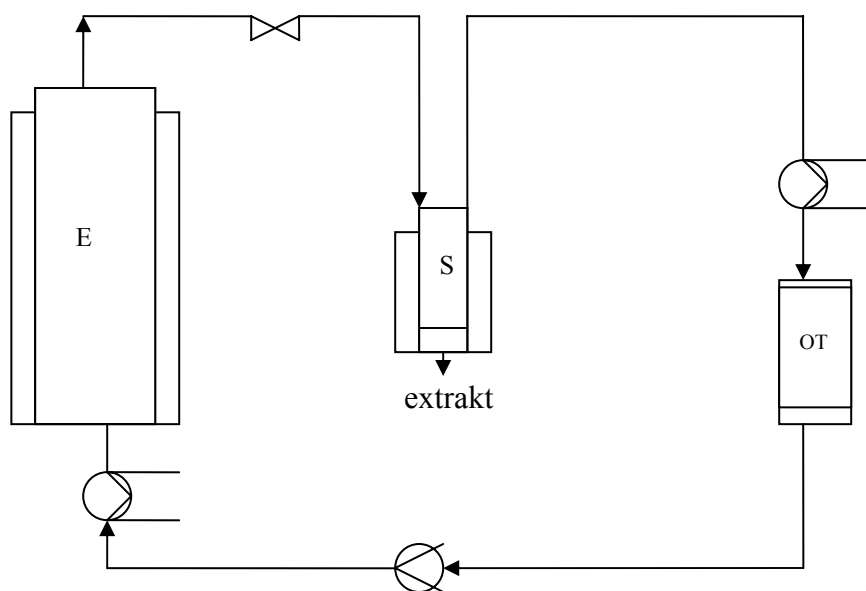
Az illóolajok kinyerése több módszerrel is elvégezhető, ezek: a vízgőzdesztilláció, hidegprézés, oldószeres extrakció, szuperkritikus extrakció. Dolgozatunkban részletesen kitérünk a vízgőzdesztilláció módoszataira, de legelőször röviden ismertetjük a legtisztább illóolaj előállítására alkalmazható ipari módszert.

2.1. A szuperkritikus extrakció

Szuperkritikus extrakcióra használható oldószerek:

- szén-dioxid: előnyös tulajdonságai miatt a leggyakrabban használt oldószer, nem káros az egészségre, jó oldóképességű, alacsony kritikus hőmérséklettel (31°C) rendelkezik, nem tűzveszélyes, nem korrozív, környezetkímélő;
- dinitrogén-oxid: robbanás veszélyes, ezért nem ajánlott a használata;
- telített és telítetlen szénhidrogének (CH_4 , C_2H_4 ...): oldóképességük kicsi, gyúlékonyak, levegővel robbanékony elegyet alkotnak.

Az extrakció folyamatát az 1. ábrán mutatjuk be.



1. ábra. A szuperkritikus extractor elvi vázlata

OT- oldószer tároló tartály; E- extraktor; S-szeperator;

Az oldásztároló tartályból hőcserélőn keresztül szivattyúval adagolják a folyadék állapotú oldószert az extraktorba. Az extraktor a köpenyen keresztül hűthető vagy fűthető. A szilárd anyagágyon végighaladva az oldószer kioldja a kívánt komponenseket. Az oldat az extraktor után nyomás csökkentőszelepen keresztül a szeperatorba jut. A szeperator hőmérsékletén és nyomásán az anyag kiválik, így az oldószertől elválasztható [2]. Az illóolaj kinyerésre egyes esetekben még folyadék halamazállapotú szén-dioxid is alkalmas, de legtöbb esetben a kritikus állapothoz közeli szuperkritikus tartományban dolgoznak. Így nagy tisztaságú illóolajok nyerhetők, egyes esetekben lehetőség van frakcionált extrakcióra, vagyis az illóolaj komponensek elválasztására is. A szuperkritikus extrakció egyetlen hátránya, hogy viszonylag nagy a beruházási költség. A költségek ellenére mégis nagyon jó technológiának tekinthető, mert ezek rövid idő alatt megtérülnek.

2.2. Az illóolajok kinyerése vízgőzdesztillációval

Az illóolajok kinyerésére továbbra is leggyakrabban alkalmazott módszer a hagyományos vízgőzdesztilláció. Az általunk használt módszer ennek egyik módosított modern változata. Az alábbiakban ismertetjük a vízgőzdesztilláció fizikai alapjait illetve annak hagyományos módszereit.

2.2.1. A vízgőzdesztilláció fizikai-kémiai alapjai.

A különböző illóolaj komponensek forrpointja igen eltérő. A terpénszénhidrogének forrpointja légköri nyomáson 160-180°C, a terpénalkoholoké 200-230°C, a szeszkviterpéneké és származékaiké 260-290°C. Legtöbbjük jellegzetes és kellemes illatú anyag. Forrpointjuk alatt is párolognak. Magas forrásponztú hőérzékeny folyadékok atmoszférikus nyomáson egyszerű desztillációval nem nyerhetők ki a növényekből, ugyanis a nagy hőmérséklet általában a kémiai komponensek nem kívánt bomlását eredményezi, különösen, hogy víz is van a rendszerben, ami sok esetben jó oldószer, de hidrolízist eredményezhet. Mivel a szóban forgó magas forrásponztú anyagok általában vízzel nem elegyednek, az egyszerű vízgőzdesztilláció művelete alacsonyabb hőmérsékletű szétválasztást tesz lehetővé. A légtérben mindkét folyadék párolgása a hőmérsékletnek megfelelő gőznyomást hoz létre. Azon a hőmérsékleten, amelyen a víz és az olaj gőznyomásának összege eléri a külső nyomást, a keverék forrni kezd. A legtöbb illóolaj vízzel heteroazeotrop elegyet képez, vagyis folyadék fázisban nagyon alacsony oldékonyságúak, gőzfázisban korlátlanul elegyednek. A légtérben levő anyag mennyisége a gőznyomás, ez pedig a hőmérséklet függvénye. A forrpoint az a hőmérséklet, amelyen az anyag gőznyomása azonos a külső nyomással, és az anyag gőzzé alakul.

A vízgőzdesztillálás olyan eljárás, amely során a folyadékelegyek forrását valamely gőzhalmozott állapotú segédanyag bevezetésével az elválasztóhatás szempontjából kedvező irányba befolyásolják. A teljes koncentrációtartományban oldhatatlan folyadék forrásban levő elegyének két komponense úgy viselkedik, mintha külön-külön volna jelen, parciális nyomásuk a gőzfázisban azonos a telítettség nyomással az elegy forrási hőmérsékletén, és a választott üzemi nyomás a két komponens telítettség nyomásának összegéből tevődik össze. Az üzemi nyomásra vonatkoztatva az elegy forráshőmérséklete alacsonyabb, mint a tiszta komponensek forráshőmérséklete. A két folyadék oldhatatlansága, forrásponctscsökkentő hatású. A desztillálás során termelt gőz összetétele konstans, független a folyadék összetételtől, azeotrop elegyösszetételű. [3].

Számos nagy forrásponztú, vízzel nem vagy csak kevésbé elegyedő folyadék már mintegy 100°C-on desztillálható, ha vízzel együtt hevítjük, vagy ha a desztilláció alatt forró vízgőzt vezetünk

be. A desztillált folyadék viszonylag kis gőznyomásához hozzáadódik a vízgőz nyomása úgy, hogy könnyen kialakul az 1 bar együttes gőznyomás.

Víz (A) és vízzel nem elegyedő magas forráspontú, illóolaj (B) együttes forrásánál, adott nyomáson a fázisszabály szerint (három fázis és két komponens esetén) a szabadsági fok 1.

Fázisszabály:

$$F=C+2-P$$

- ahol:
- C - a komponensek száma
 - P - fázisok száma
 - F - a rendszer szabadsági foka

Így, ha az össznyomás adott, a rendszer is meghatározott, és az összes gőznyomás az elegy fölött a tiszta komponensek gőznyomásainak összegével egyenlő:

$$P=p_A^0+p_B^0$$

- ahol:
- P az a nyomás, amelyben a desztilláció történik
 - p_A^0 és p_B^0 a víz és az olaj gőznyomása közös forráspontjukon

Ez az összefüggés a vízgőzdesztilláció jellemzője, az ilyen keverék forráspontja alacsonyabb mint akár a vízé, akár az olajé. A komponensek gőznyomása kisebb a külső nyomásnál, tehát az adott nyomáson és hőmérsékleten önmagukban nem forrnának. Az azeotrop elegy gőznyomása eléri a külső nyomás értékét így a folyadék forrásba jön és a gőzök összetétele azonos lesz a folyadék összetételével. A kondenzátum két fázisra válik ezért hívjuk az elegyet heteroazeotropnak.

A komponensek arányát a párlatban a következő képlet írja le:

$$G_B/G_A=M_B/M_A+p_B/p_A$$

- ahol:
- G_B és G_A az olaj s a víz tömege a párlatban
 - M_B és M_A az olaj s a víz molekulatömege
 - p_B és p_A az olaj s a víz gőznyomása közös forráspontjukon

Ebből az összefüggésből számítható a fajlagos gőzfelhasználás, vagyis egy kilogramm illóolaj vízgőzdesztillációjához szükséges gőzmennyiség.

A művelet kezdetén a hideg növény a forró gőzzel érintkezve felmelegszik, közben felületére víz csapódik le. A hő hatására a sejtfal roncsolódik, és kapilláris méretű roncsok maradnak. Az illóolaj-részecskék e sejtfalkapillárisokon keresztül elmozdulnak. A vándorlás fő formája a diffúzió. Diffúzió alatt értjük egymással érintkező gázok, folyékony vagy szilárd anyagok fokozatosan bekövetkező elegyedését, külső erők behatása nélkül, amelyet az ionok, atomok, molekulák, kolloid részecskék hőmozgása okoz. A belső (gátolt) diffúzió a növénylepárlás sebességének a legfontosabb

meghatározója. Nagyságát befolyásolja egyebek között az illóolajos sejt külső felülettől mért távolsága, az illóolaj-komponens koncentrációja a sejtfalon belül és a felületi vízrétegben és a gőztér illóolaj-telítettsége. A sejtfalkapillárisok mérete az anyagi tulajdonságokon túl a növény előkészítésétől és a lepárlás körülményeitől függ. Befolyásolja a növény nedvességtartalma, előkészítés módja és mértéke, a lepárláshoz alkalmazott gőz nyomása és hőmérséklete. E tényezőket céltudatosan megválasztva, növelhető a kinyerés sebessége, és javítható az illóolaj-kihozatal [3].

A gyakorlatban az illóolajos növények lepárlásához vagy illóolajok ismételt desztillációjához az elméletileg számítható gőzmennyiségnél többre van szükség. Ennek fontosabb okai a következők:

1. Az áramló gőz a növényen áthatolva nem telítődik az illóolaj gőzével, így az egyensúlyi állapot nem következik be.

2. Az illóolaj a növényben sok esetben nem illékony anyagokban (főleg zsírokban) van oldva, ami csökkenteni gőznyomását.

3. A lepárolt növények olyan nem illékony anyagokat (gyanták, szaponinokat, stb.) is tartalmaznak, amelyek az olajfázis határán összegyűlnek, és az elpárolgást fékezik.

4. Az illóolaj a növényben a sejteken belül helyezkedik el, csak akkor desztillálható le, ha a sejtfal roncsolásával vagy diffúzió útján a felületre jut, és az áramló gőzzel érintkezik. 100°C-os vízben az oxigéntartalmú terpén származékok (alkoholok, ketonok) mintegy százszor jobban oldódnak, mint a szénhidrogének, így diffúziójuk is gyorsabb. Ez ad magyarázatot arra a megfigyelésre, hogy termések (kapor, édeskömény) desztillációjakor a magasabb forrponútú, de oxigént tartalmazó komponensek (karvon, anetol) hamarabb desztillálnak, mint az illékonyabb terpének.

Az illóolaj-komponensek koncentrációja a gőztérben főleg a gőz áramlási sebességétől függ. Lassú gőzáramláskor megközelíti a telítettséget, és így viszonylag kevés gőzzel nyerhető ki az illóolaj. Ez esetben azonban a diffúzió is lelassul, és a desztilláció időtartama hosszú. Gyors gőzáramláskor a gőztérben csökken az illóolaj-gőzök koncentrációja, az olaj kinyeréséhez több gőz szükséges, de gyorsabb a desztilláció is. Ekkor a desztilláció sebességét a diffúzió sebessége határozza meg, emiatt a gőz sebesség túlzott növelésével nem növelhető tovább az illóolaj-kinyerés sebessége [4]. Mivel kutatásunk témája a vízgőzdesztilláció továbbfejlesztett változata, ezért az alábbiakban a vízgőzdesztilláció fizikai- kémia alapjait, valamint az eddig alkalmazott változatait ismertetjük.

2.2.2. A hagyományos vízgőzdesztillációs módszerek ismertetése

A vízgőzdesztilláció négy hagyományos ipari módszere ismert:

- a. közvetlen fűtésű vízgőzdesztilláció
- b. atmoszférikus gőzfűtésű vízgőzdesztilláció
- c. nyomás alatt vízgőzdesztilláció
- d. vákuumos vízgőzdesztilláció

2.2.2.1. Közvetlen fűtésű vízgőzdesztilláció

A berendezés egy ezer liternél kisebb térfogatú fémtartályból áll, melyet egy tűzhely fölé helyeznek. Sok helyen ma is ezt a tűzhelyet szénrel, fával, vagy egyéb éghető anyaggal fűtik.

A kazán tetejét egy gömbölyű sapka fedi, mely egy hattyúnyaknak nevezett hajlított kivezetőcsővel van ellátva, mely a gőzök elvezetésére szolgál. A kivezetőcső átmérője folyamatosan szűkül a kazántól távolodva. Egyes esetekben a hattyúnyak a sapkához egy csőperemmel van hozzákötve, egy csőspirál kondenzátorban folytatódik, mely kívülről hideg vízzel hűtött. A kondenzátum egy szeparátoreredényben gyűlik, mely általában egy „florentin-edénynek” nevezett szedőtípus. A forrásban lévő vízből képződött gőz hajta ki a növényből az illóolajakat, melyek a hattyúnyakon keresztül a kondenzátorban csapodnak le, a „florentin-edényben” két fázisra válnak, és a felső fázisban lévő illóolaj egy oldalsó leeresztő csövön leválik. Ez az egyszerű felépítésű rendszer a következő hátrányokkal bír:

- a nyersanyag betöltése és az illóolaj mentesített növényi mátrix ürítése manuálisan történik ami időigényes,
- a növényi nyersanyag az edény túlhevített falával érintkezik, amely az illóolaj bomlástermékekkel történő szennyezését eredményezi,
- a kazán és a fej rossz tömítettsége következtében gőz valamint illóolajveszteség lép fel,
- hosszú felfűtési idő,
- vízkőlerakódás a kazán belső falán, ami a hőátadási tényezőt csökkenti,
- nem automatizálható és könnyen fellép a kazán a helyi túlmelegedése.

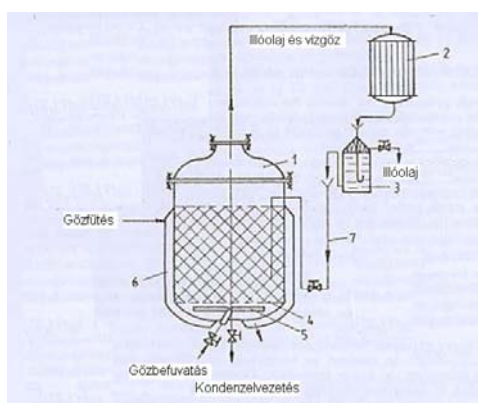
Több esetben a technológia javításával a fent említett hátrányok részben kiküszöbölhetők [5].

2.2.2.2. Atmoszférikus gőzfűtésű vízgőzdesztilláció

Az eljárásnak a fő jellemzője, hogy a szükséges gőz egy külső kazánban keletkezik, így könnyen szabályozható a növényi ág fűtése, és a növényt tartalmazó tartály nem melegedhet túl, jobb minőségű illóolaj nyerhető. A vízgőzdesztillálóban a növény vagy a berendezés lyukacsos

fenéklemezén vagy egy szitakosárban helyezkedik el, amely több tonnás terhelést bír. Ebben az esetben vagy közvetlen vagy közvetett gőzfűtéssel dolgozunk. Közvetlen gőzfűtésnél a vízgőzdesztilláló tartalmaz az alsó felébe szerelt, a két lemez között található lyuggatott spirálcövet, ami a gőz egyenletes elosztására szolgál. Közvetett gőzfűtést úgy érhetünk el, hogy a vízgőzdesztillálót dupla fallal látjuk el, melyben fűtőgőzt vezetünk. A vízgőzdesztillálót feltöltjük növényi anyaggal és az előre meghatározott mennyiségű vízzel. Itt a növényi alapanyag az előbb ismertetett módon van a berendezésben elhelyezve. A köpenyben áramló fűtőgőz felfűti és elpárolóztatja a berendezésben előre betöltött vízmennyiséget, ami átjárja a növényi anyagot, kihajtva belőlük az illóolajokat. Egyértelmű, hogy fűtőgőzként atmoszférikusnál nagyobb nyomású gőzt használunk.

A 2. ábrán az atmoszférikus gőzfűtésű vízgőz desztillációs rendszer vázlatos felépítése látható.



2. ábra: Atmoszférikus gőzfűtésű vízgőz desztillációs rendszer

- 1- vízgőzdesztilláló, 2- kondenzátor, 3- florentin-edény, 4- szitalemez, 5- gőzelosztó spirál,
6- fűtőköpeny, 7- kondenz recirkulációs vezeték

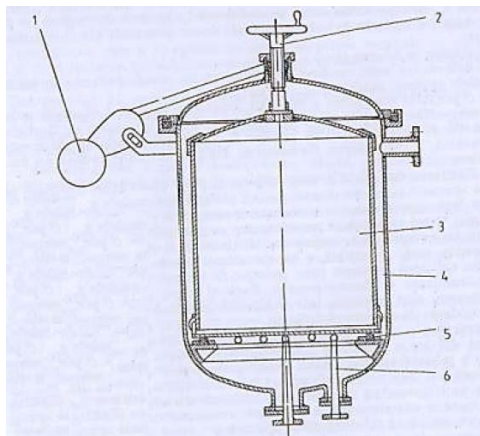
A közvetlen és a közvetett fűtésű vízgőzdesztilláló is gyakran használt rendszer, de a közvetlen fűtésű terjedt el jobban, annak ellenére, hogy valamivel lassabb felfűtést biztosít, de előnye a lépcsőzetesebb fűtés, ami egyes esetekben kiméletesebb módszert jelent az illóolaj kinyerésére. A rendszerek előnyei:

- könnyen megoldható a feltöltés és ürítés (gyorszáras fejek felhasználásával), melyek egyben nagyon jó tömítést is biztosítanak,
- automatizálható, így jól szabályozható a hőmérséklet,
- folytonosan visszavezethető a kondenzvíz a „florentin- edényből” így a kohobációs folyamat automatizálható,
- működtetése félfolytonos, így jobb hatásfokú [5].

2.2.2.3. Nyomás allatti vízgőzdesztilláció

Ez a rendszer maximum 0,253 MPa nyomású gőzzel működik, elveiben nem különbözik az előbb bemutatott készüléktől, csak felépítésében, mivel nyomásálló rendszer, ezért az előbbitől eltérő tömítési rendszert alkalmaznak. Kiemelten fontos a nyersanyagtartó kosár, és a lyuggatott fenéklemez jó tömítése, mert ellenkező esetben a gőz legkisebb ellenállási utat választva nem halad át a növényi anyagon, hanem a kosár és a fal közti térrészen át távozik, anélkül, hogy az illóolaj desztillálása végbemenne.

Egy ilyen rendszert mutatunk be a 3. ábra.



3. ábra. Nyomás allatti vízgőzdesztilláció

1-ellensúly, 2- kosárrögzítő csavar, 3- nyersanyagtartó kosár, 4- bepárlótest,
5- fenéklemeztömítés, 6- kondenzcsonk.

Ennek a kinyerési módszernek az előnyei:

- rövid kinyerési idő
- nagyobb illóolajkinyerés
- nagyobb forráspontú anyagok kinyerése
- energiatakarékosság.

Hátrányai közé tartozik, hogy csak nagy hőstabilitású illóolajat nyerhetünk ki. Abban az esetben alkalmazható, ha az illóolajok nagyobb mennyiségben szeszkviterpenoidokat tartalmaznak, és monoterpénekben szegények [5].

2.2.2.4. Vákuumos vízgőzdesztilláció

Azokban az esetekben mikor az illóolajok labilis komponensekből állnak, ajánlott a forráspont csökkentése, ami vákuum segítségével oldható meg. A berendezés hasonló az atmoszférikus változathoz, csak a tömítések minőségében különbözik, valamint abban, hogy a rendszerhez nyomáscsökkentés céljából vákuumszivattyút csatlakoztatunk.

A módszer előnyei:

- energiatakarékosság
- nagyobb tisztaságú illóolaj nyerhető, mert alacsonyabb hőmérsékleten kisebb a keletkezett műtermékek mennyisége
- nagyobb forráspontú szennyezők nem jutnak át az illóolajban
- a levegő (oxigén) kis mennyisége a rendszerben, így elkerülhetők az oxidatív folyamatok [5].

3. Anyag és módszer

3.1. Felhasznált növények

A vizsgált és feldolgozott növényeket úgy választottuk meg, hogy minden növényi részben vizsgáljuk az illóolajtartalmat és összetételt. Az általunk választott gyógy- illetve fűszernövények Romániában termesztethők. A kísérleteinkhez a három faj növény különböző részeit használtunk: az édeskömény (*Foeniculum vulgare* Mill.) termését, a cickafark (*Achillea millefolium* L.) virágzatát és leveles részeit valamint a lestyángyökeret (*Levisticum officinale* L.).

3.2. A felhasznált növények eredete

Az édeskömény termések magcserével beszerezett, helyi termesztésű populációk.

A cickafark virágzatát vadontermő populációkból, Csíkszereda-környéki legelőkről, kaszálókról gyűjtöttük be. A lestyángyökeret a Sapientia EMTE, Csíksomlyói Gyógy- és fűszernövény-kertből gyűjtöttük be.

3.2.1. Az édeskömény (*Foeniculum vulgare* Mill.)

Az édeskömény az *Araliales* (Aráliavirágúak) rendjén belül az *Apiaceae* (Ernyősök) családjába tartozik. Hazánkban többéves (H) lágyszárú növény. Húsos karószerű főgyökere 20-30 cm hosszú, 2-2,5 cm vastag, oldalán vékonyabb gyökérágak erednek, szürkésfehér színű, allorhizás gyökérzete raktározó jellegű. Földfeletti hajtásrendszere gazdagon elágazik, terebélyes, 1,5-2 m magasra nő, egy tő

több hajtást is fejleszt. Szára hengeres, finoman barázdált, tömött csomókra és üres internódiumokra tagolódik, kopasz vagy hamvas felületű [6].

A lomblevelek lemezei többszörösen (általában három-, négyszeresen) szárnyasan összetettek, a náduszokon egyesével, váltogatva, két átellenes sorban (orthostichonban) állnak, a levélállás $\frac{1}{2}$, ami 180° -os divergenciának felel meg [7]. A levelek levélhüvellyel ízesülnek a szárhoz, a kaporhoz hasonlóan az alsó leveleknél a levélhüvely a levélnyélnek kb. $\frac{1}{4}$ -et teszi ki, és a hajtás csúcsa felé haladva a levélhüvely javára rövidül, míg végül a levél szárnyainak elágazódása közvetlenül a levélhüvelytől indul [8]. Lapos ernyővirágzata a fajra jellemző, kétszeresen összetett, a főhajtás és a levélhónalji oldalhajtások csúcsán helyezkednek el, akár 15-20 cm átmérőjűek is lehetnek.

A termésfállal összenőtt maghéj száraz hasadótermést, ikerkaszatot alkot, mely érett állapotban a hasi felületen 2 egymagvú résztermésre esik szét a karpoforum mentén. A mag fejlett endospermiummal rendelkezik, amely zsírt- és fehérjét tartalmaz.

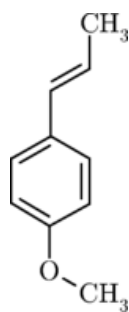
A beltartalmi anyagai közül az illóolaj a legjelentősebb, kiválasztása és tárolása minden vegetatív és reprodukív testtájban skizolizigén eredetű járatokban, váladéktartókban történik. A legnagyobb mennyiségben a termésekben halmozódik fel, ahol a 10%-ot is elérheti. Az illóolaj mellett megtalálhatóak továbbá egyéb terpenoidok, fehérjék, zsírsolajok, flavonoidok és más fenolszármazékok

Napjainkban az édeskömény termés és illóolaj felhasználása széleskörű, elsősorban a csecsemőgyógyászatban szélhajtó, görcsoldó hatása miatt használják. Gyakori alkotórésze a köptető, hashajtó, epehajtó, vesekőképződést gátló, tejelválasztást fokozó gyógytermékeknek [9]. Egyéb farmakológiai hatásai: emésztés- és étvágyjavító, enyhén antibakteriális. A növény drogjának vírus aktivitását gátló hatását is említik.

3.2.1.1. A növényi illóolaj kémiai összetétele

Az illóolaj fő vegyi összetevői a metal-kavikol, limonén, fenkon és transz-anetol. Továbbiakban a komponensek fizikai tulajdonságait mutatjuk be.

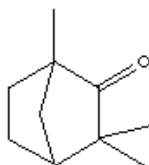
Transz-anetol ((E)-1-metoxi-4(prop-1-én-1-il) benzol)



A transz-anetol, az édeskömény tulajdonképpeni "hatóanyaga", 70% fölötti mennyiségben megtalálható, alkoholban jól oldódik, ám az alkohol és víz elegyében csak akkor, ha elég magas a keverék alkoholtartalma. Vízrel való hígításkor az anetol kiválik, és 1 µm átmérőjű golyócskákból álló emulzióvá alakul, melyek szórják a fényt, és a folyadék ettől válik zavarosan fehérre. A hőmérséklet emelkedésével a zavarosság csökken mert a golyócskák mérete növekszik, Kristályos anyag, amely 21,5°C-on olvad, sűrűség 0,988 g/cm³, molekula tömeg 148,20 g/mol.

Fenkon (1,3,3 trimetil biciklo [2.2.1] heptán-2-on)

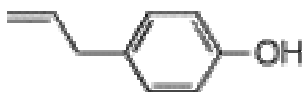
Egy biciklikus keton, egy királis szénatommal, két enantiomér formája ismeretes. Az édeskömény olajban a (+) enantiomer van többségben A fenkon sok ismert illóolajban megtalálható, pl.a tuja illóolajában (a (-) enantiomer a jellemző). Illata édeskés, a mentához hasonló. Az illóolajban megközelítőleg 3%-nyi mennyiségben található.



Sűrűsége 0,948 g/cm³, molekula tömeg 152,24 g/mol, forráspontja 193°C.

Metil-kavikol (4-allil-1-metoxibenzol)

Az esztragon 15-25%-ban található meg az édeskömény illóolajában, de ugyanakkor előfordul a tárkonyban is (60-70%). A metil-kavikol felhasználják az élelmiszeriparban, mint aromaanyag, tartósítós, likőrök aromájaként, és a parfümériában.

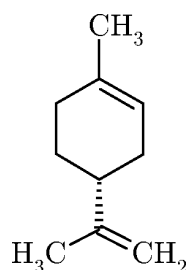


Forráspontja 241,6°C, sűrűsége 0.965 g/cm³, lobbanási hőmérséklete 81°C. Néhány kutató szerint rákkeltő hatása van, ezért nem ajánlatos a fogyasztása.

Limonén (1-metil-4-prop-1-én-2-il-ciklohexén)

Szintelen, jellegzetes szagu folyadék. 48°C felett robbanásveszélyes gőz/levegő keverékek keletkezhetnek. Hevesen reagál jód-pentafluorid és tetrafluoretilén keverékével, tűz és robbanásveszélyt okozva. Reagál oxidáló szerekkel.

Forráspontja 178°C, olvadáspont: -74°C, relatív sűrűség (víz = 1): 0,841, oldékonyság vízben 25°C-on nagyon csekély, gőznyomás, 0,19 kPa 20°C-on, lobbanáspontja 48°C, öngyulladási hőmérséklete 237°C, molekulatömege 136,2 g/mol.



3.2.2. Cickafark (*Achillea millefolium* L.)

A fészkesvirágzatúak (*Asteraceae* = *Compositae*) családjába tartozó, lágyszárú növény. Az "Achillea" nemzetségnév a görög hős, Achilles nevéből származik. A Millefolium szó a legfinomabban osztott levelekre utal, amelyek úgy néznek ki, mintha "ezren" lennének. Sokszor még a gyógynövényekben szegény házi patikákból sem hiányzik a cickafarkfűtea.

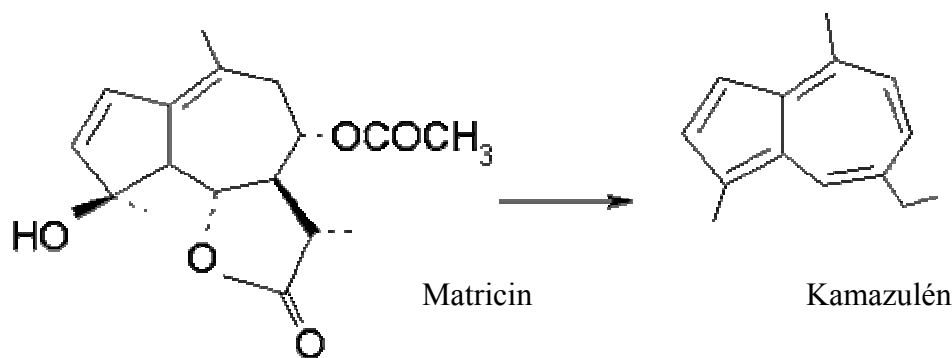
Termőhelye a dombvidékitől egészen az alhavasi övig bőhozamú réteken, legelőkön, szántóföldeken, talajrepedésekben, erdőkben, útszegélyeken, homokos gyepekben található. Az üdétől a mérsékelt száraz, tápanyagban dús, többnyire homokos, köves vagy tiszta vályogtalajokon él.

Egész Európában otthon van, nagyon igénytelen, és a hőséget épp úgy elviseli, mint a hideget; csak a nagyon nedves helyeket kerüli. Nagyobb tengerszint fölötti magasságban viszont már nem él meg.

Szára 30-60 cm magas, fűnemű, nem vagy csak ritkán kevésbé elágazó. Lomblevele lándzsás vagy szálalándzsás, két-háromszorosan szárnyasan összetett, mindkét oldalukon akár 50 levélke is kialakulhat. A végső szeletek cimpái keskeny lándzsásak. Meddő tölevélrózsái vannak. A gyérszörös levelek 2-4 mm szélesek. A szár kopasz, vagy gyéren szőrös. Más *Achillea*-fajok dúsan szőrözöttek. Virágai nagyon aprók, kisméretű fészkeket alkotnak, amelyek a szárvégeken sátorozó ernyős virágzatot alkotnak. Az egyes fészkek 3-5 mm átmérőjűek, a fészkek közepén elhelyezkedő csöves virágok sárgásfehérek, a nyelves vagy sugárvirágok viszont fehérek. A virágzat különálló összetett, ún.

fészkes sátor. A fészkek szárai különböző pontokból erednek a virágzati tengelyen, de maguk a sátorozó virágzaton egyetlen síkban helyezkednek el. A sugárvirágok (nyelvesvirágok) fehérek vagy rózsaszínűek, termősök, az elvirágzás után csak kevésbé konyulnak le. A csövesvirágok fehéresek, hímnősek, nincs sarkantyújuk. Rovar- és önmegporzású. A cickafarkkóró júniustól késő őszig (októberig) virágzik. Termésük legfeljebb 2 mm hosszú kaszattermések, lapos tojásdad alakúak, nincs fogas peremük, sem bóbitasertéjük. A szél és a hangyák terjesztik [1].

A cickafark illóolaja természetes körülmények között színtelen, de a kivonási folyamat során hidrolízis és gyűrű felszakadás következik be, melynek során a matricinból kék színű kamazulén képződik [10].



3.2.3. Lestyán (*Levisticum officinale* L.)

Az ernyősvirágzatúak (*Apiaceae*) családjában tartozó, termesztett évelő növény. Gyöktörzse függőleges és karószerűen megvastagodott, mely számos 15-20 cm-es gyökeret visel. Gyökérzete: vaskos gyökértörzsből, és a belőle eredő 10-30 cm hosszú, ujjnyi vastag, húsos, kívül sárgásbarn, belül fehéres színű gyökerekből áll. Szaga és színe a peterzsejemére emlékeztet. Szára 1-2 m magas, egyenes elágazó. A növény az első évben csak összetett levelekből álló tölevélrózsát nevel, második évtől virágzásra is fejleszt. Az egyes levélkéik sötétzöldek, jellegzetesen sima és fényes felületűek. Összetett ernyővirágzatában az egyes virágok sárgák, ezek kétivarúak, június-júliusban nyílnak. Termései sárgásbarna, lapított, szárnyas ikerkaszatok, melyek éretten pergésre hajlamosak [11].

Meleg fekvésű termőhelyeken, mélyrétegű, közép kötött, jó vízellátottságú, tápdús talajokon lehet eredményesen termesztani.

Kultúráit vetésforgón kívül helyezik, drognyerés céljából 1-2 évig, illóolaj előállítás esetén 3-4 évig tartják fenn. [11]. Ezermagtömege: 3-4 g [4]. A betakarítás és az elsődleges feldolgozás módja drogtípusonként eltérő. Levéldrog előállításakor a kifejlett állapotú töleveleket a vastag levélnyél felett vágják le kaszálvarakodó géppel, kisebb területen kaszakéssel vagy sarlóval. A leveleket betakarítás után azonnal szárítják 30-40°C-on. A beszáradási arány 6:1, a hektáronkénti drogmennyiség 1,5-1,8t.

Hektáronként 3000- 5000 kg friss levél takarítható be, amelyből 2-3 kg illóolaj állítható elő. A teljes földfeletti rész értékesítésénél a zöld hektárhozam 10000-15000 kg, amelyből 8-15 kg illóolaj nyerhető. A nyers gyökérből hektáronként 6000-7000 kg gyűjthető be, amiből 4-5 kg illóolaj nyerhető [12]. A lestyán régóta használt fűszer- és gyógynövényünk, melynek minden növényi része értékes. Leveleinek erős íze van, ezért keveset használunk belőle. Leveleivel sülteket, leveseket ízesítenek. Lereszelt nyers gyökerét salátákba teszik, savanyítják. Magját péksüteményekre szórják. Krumplileves, gulyás, saláták, mártások, diétás ételek fűszere. Ízesítőszószok, ízesítőmártások alkotóeleme. A román konyha kedvelt fűszernövénye. A gyógyászatban vizelethajtó és emésztést segítő hatása miatt használják. Teakeverékeket és tinktúrákat készítenek belőle. Teája nagyon jó gyomorerősítő, méregtelenítő; torokgyulladás, légcső- és hólyaghurut esetén nyálkaoldó hatása segít. Gyomorégésre az egyik legjobb gyógynövény. A lestyánt elsődlegesen vizelethajtóként ödémák levezetésére használják. Vesekő és vesehomok kialakulásának megelőzésére alkalmas. A népi gyógyászatban gyomorerősítőként, feregűzőként használják [13]. Túlzott lestyán fogyasztása vesekárosodást, rosszulétet okozhat. Használata ellenjavalt elégtelen veseműködés, húgyúti gyulladások esetén [14]. Az aromás ízű részekből előállított illóolajat a likőr- és konzervipar használja.

3.2.3.1. A növény vegyi összetétele

Az egész növény illóolajat tartalmaz, de szervenként eltérő mennyiségben. A gyökérzet (*Levistici rhizoma et radix*) illóolajtartalma 0,4-1,7%, alkil-ftalid főkomponenssel, míg a levél (*Levistici folium*) 0,1-0,25%, az érett termésé (*Levistici fructus*) pedig 0,5-1,5%. Legértékesebb a gyökérzetből kinyerhető illóolaj (*Aetheroleum levistici*) [14]. A levélből kinyert illóolaj főkomponense az α -terpinil-acetát, és a gyökér illatát adó vegyület a ligustilid (3-butilidén-4,5-dihidroftalid) [15]. Az illóolaj átlagosan 70%-ban ftalidokat (n-butilftalid, n-butilénftalid), terpeneolt, eugenolt, karvakolt, szeszkviterpéneket tartalmaz[4].

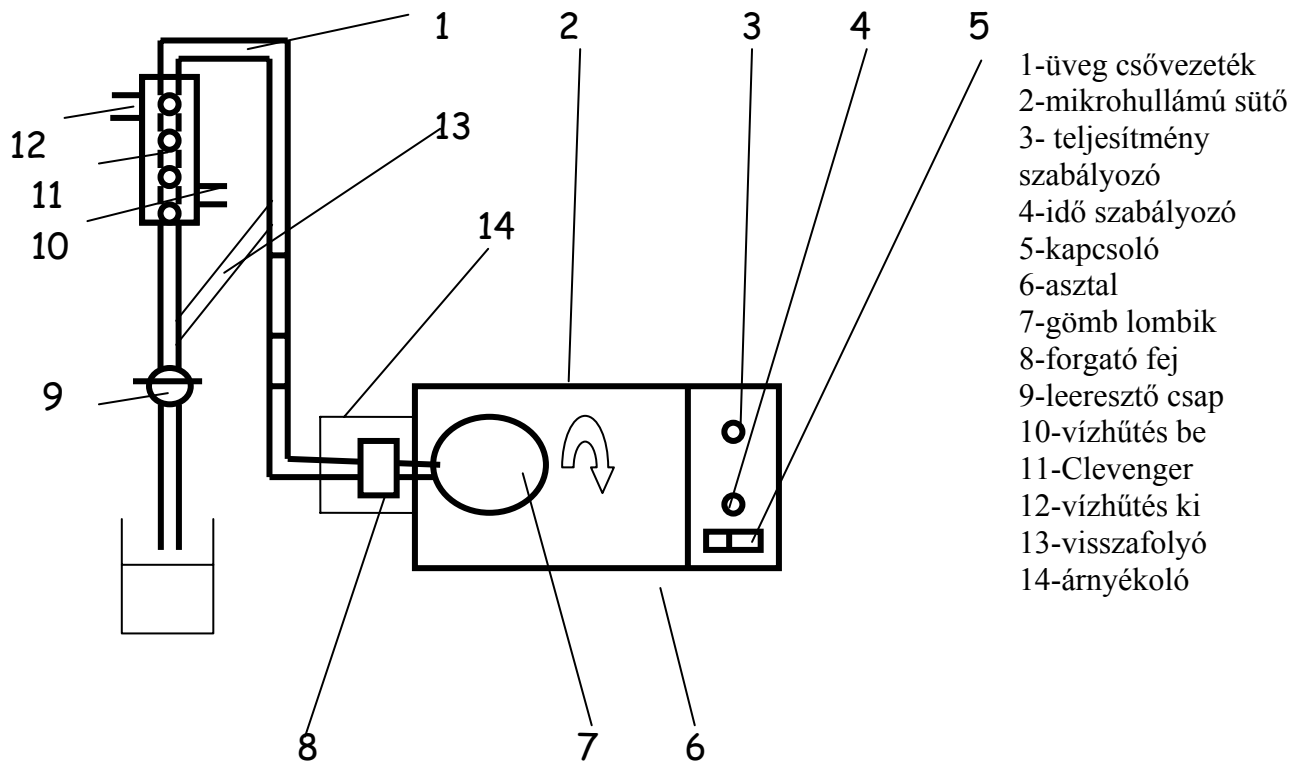
A gyökér illóolaja viszonylag gazdagabb α -pinén, β -pinén, α -fellandré, β -fellandré és γ -terpinénben [12]. Az illóolajok mellett kumarinokat (pszoralen, xantotoxin, izopimpinellin, umbelliferon, bergaptén), furokumarinokat, cukrokat, aromás (angelikasav) és alifás savakat illetve alma-, kávéssavat, izovalériánsavat, ferulasavat, valamint poliacetiléneket tartalmaz kis mennyiségben.

3.3. Mikrohullám fűtésű vízgőz-desztillációs készülék

Az általunk alkalmazott berendezés újításnak számít, hisz a szakirodalomban leírt berendezésekkel szemben több módosítást tartalmaz. A Gyógyszerkönyvi leírásban a gömblombik rögzített, ezzel

szemben az általunk alkalmazott berendezésnél a lombik forgást végez szabályozható fordulatszámmal.

A berendezés elvi vázlata 4. ábrán látható:



4. ábra. Mikrohullám fűtésű vízgőz-desztilláló

3.4. A mikrohullámú vízgőzdesztilláció elve

A poláris molekulák, oldatban, elektromos tér hatására a dipólusmomentumuk következtében az elektromos tér irányába próbálnak beállni. A nagyfrekvenciás mikrohullámú gerjesztés hatására a molekulák rezgőmozgásba kezdenek a térnek megfelelő frekvenciával, de a belső súrlódás miatt ez a mozgás energia veszteséggel jár, ami hőfejlődést eredményez az oldatban. Így alakul át a nagyfrekvenciás elektromos tér energiája hőenergiává, poláros anyagokban. A 2,455 GHz frekvenciájú mikrohullámú sugárzás a vizes oldatok felfűtéséhez a legalkalmasabb. A fűtési mechanizmus elvét megfigyelve nyilvánvaló, hogy a fűtés a folyadék egész térfogatában történik majdnem egyenlő intenzitással (az intenzitás csökken, ahogy egyre nő a folyadékréteg vastagsága). A fémek melegedése az örvényáramok képződésével magyarázható. A mikrohullámú fűtés nemcsak poláros folyadékok fűtésére alkalmas, hanem bármilyen anyag melegítésére, amely nedvességet tartalmaz. A friss növényi

szövet, nagy mennyiségű vizet tartalmaz. Ennek következtében egyértelmű, hogy mikrohullámú térrel fűthető. A szárított növényi rostokban is találhatók poláros molekulák, de ezek gerjesztése nem lenne elegendő a növény felfűtéséhez. Az illóolajak kivonására a legismertebb módszer, a vízgőzdesztilláció, és mivel a víz jól fűthető mikrohullámmal, ésszerű dolog e két technika összekapcsolása. Mint ismeretes, vízgőzdesztillációkor a szárított, vagy friss növényi anyagba gőzt vezetnek, hogy az illóolajat kinyerjék a fent ismertetett mechanizmus szerint. Az általunk alkalmazott rendszerben a gőz a növényi nyersanyagot és vizet tartalmazó térben fejlődik, tehát a klasszikus vízgőzdesztillációval mutat rokon vonásokat. Ennél az illóolaj kinyerési módszernél a nyers növényből egyes esetekben további vízadagolás nélkül is kinyerhető az illóolaj, míg száraz növény felhasználásakor vizet kell adagolni a rendszerhez. Utóbbi esetben a száraz növény duzzad, újra felvéve az eredeti vízmennyiség egy részét. A mikrohullámos melegítésnél a rendszerben lévő víz nagyon gyorsan felmelegszik, gőzzé alakulva. A gőzzé alakulás nemcsak a felületen megy végbe, hanem az egész térfogatba, megnövelve a növényi sejtekben a nyomást, egészen a sejtfa megrepedéséig [16]. Így az illóolajt tartalmazó növényi sejtekből, vagy sejtservecskékből könnyebben szabadul fel az illóolaj, mivel a belső diffúziós tényező a sejtfa felrepedésével, illetve a szövetek fellazításával megnöveltük, és ismert, hogy az esetek többségében az illóolajkinyerés sebességmeghatározó tényezője a belső diffúzió. Az ezt követő folyamatok teljesen azonosak a hagyományos vízgőzdesztillációval ismertekkel.

3.5. Kísérleti módszerek

A megfelelő mennyiségű előzetesen megőrölt növényi részeket gömblombikba adagoltuk, majd desztillált vizet öntöttünk hozzá. Ezután a lombikot behelyeztük a mikrohullámú készülékbe és csatlakoztattuk a Clevenger fejhez, melyet desztillált vízzel feltöltöttünk a túlfolyóig, majd elindítottuk a vízűtést. A fordulatszámot 90 ford./perc-re állítottuk be, mely biztosította a nedves növényi örlemény egyenletes eloszlását a lombik falán. A mikrohullámú teljesítményt maximumra (900 W) és az időzítést 15 percre állítottuk. A desztilláció befejeztével a Clevenger-fejből leengedtük a vizet, közben a leereszkedő illóolaj mennyiségét a 0,01 ml beosztású skáláról olvastuk le. Az illóolajat 2 cm³-es Eppendorf tubusba engedték, melyben előzetesen vízmentes nátrium-szulfát kristályokat tettünk. A berendezés lehetővé teszi a gömblombikban lévő mintára jutó mikrohullám teljesítmény változtatását, valamint a növényi minta és a víz arányát. A megfelelő paraméterek kiválasztására előkísérleteket végeztünk.

3.6. A hagyományos vízgőz desztilláció Gyógyszerkönyvi (X.PhRo) leírása

A gömblombikba bemérünk 10 g megőrölt mintát, 200 cm³ desztillált víz hozzá adagolásával. A berendezés összeállítása után, megindítjuk a hűtést. A gömblombikot az elektromos üstre helyezzük, a fűtést maximumra állítjuk, forni hagyjuk 3 órán keresztül. Az idő leteltével leállítjuk a fűtést és 30 percig hagyjuk áramolni a gőzőket, egészen a berendezés lehűléséig. 30 perc eltelte után lemérjük a kapott illóolaj mennyiséget. A kapott mintákat üveg fiolákban tároljuk és vízmentes nátrium-szulfát adunk hozzá. A mintákat elemzésig 0°C alatt tároljuk [17].

3.7. Előkísérletek

3.7.1. A teljesítmény szabályozása

Az átalakított mikrohullám sütő nem szabályozható teljesítményű, nominális teljesítménye az irodalmi adatok szerint 900 W, sokkal nagyobb energiasűrűséget ad át a növényi mintának, mint a szokásosan alkalmazott, ezért módszert kerestünk a mikrohullám teljesítményének szabályozására. A desztilláló lombikba mindig azonos vízmennyiséget töltöttünk, változtatva a mikrohullámú berendezésben külön Berzelius pohárba behelyezett víz mennyiségét. A desztillációt addig végeztük, amíg azonos mennyiségű desztillátum gyűlt össze (20 ml), így szabályozni és becsülni tudtuk a fajlagos teljesítményt (4.1. fejezet, 1. táblázat).

3.7.2. Az őrlési idő meghatározása

Irodalmi adatok hiányában az őrlési időt kísérleti úton határoztuk meg. Egy mintából ismételt 20 gramot bemértünk, és 15 másodpercenként növeltük az őrlési időt, majd mikrohullám fűtésű vízgőzdesztillációnak vetettük alá, azonos paraméterek mellett. Az így nyert adatokat kiértékeltek (4.2. fejezet, 2. táblázat), és az eredményeket felhasználtuk a további kísérletekben.

3.7.3. A fűtési idő meghatározása

Az őrölt mintát az előre meghatározott őrlési idő figyelembe vételével mikrohullám fűtésű vízgőzdesztillációnak vetettük alá, a fűtés idejét 3 percenként növeltük. A kapott értékeket elemeztük annak függvényében, hogy a kinyert illóolaj mennyisége változott-e (4.3. fejezet, 3. táblázat). A további kísérletekben az így meghatározott fűtési időt alkalmaztuk.

3.7.4. A szárazanyagtartalom meghatározása

Az illóolaj mennyiségeket 100 g szárazanyagra vonatkoztatjuk, ezért az alábbi módon meghatároztuk a mintáink szárazanyagtartalmát.

Üveg tégelybe bemértünk 5 g mintát, és szárítószekrénybe 105 °C-on, tömeg állandóságig szárítottuk (4.4. fejezet, 4. táblázat) [17].

3.8. Gázkromatográfia

A minőségi összehasonlításhoz az illóolajakat előkészítettük gázkromatográfiás analízisre, a mintákat kivesszük a hűtőszekrényből és megvárjuk, amíg eléri a szobahőmérsékletet, majd 0,5 cm³ illóolajat 3 cm³ etil-acetáttal felhígítottuk. A kapott oldatból Hamilton fecskendővel 0.5 µl-t injektálunk a gázkromatográfba. A gázkromatográfiás körülményeket az alábbiakban foglaltuk össze.

Készülék: *Varian CP-3380* gázkromatográf;

Kolonna: 100 m x 0,25 mm kvarc kapilláris, *CP-Sil 88 (FAME)* állófázis;

Detektor: FID, 270 °C;

Injektor: splitter, 270 °C;

Vivőgáz: hidrogén, 235 kPa;

Hőmérsékletprogram: 50 °C 1 percig, 5°C/perc gradiens 210 °C-ra;

Injektált oldat térfogata: 0,5 µl;

4. Eredmények és az eredmények értékelése

4.1. A teljesítmény szabályozása

Az 1-es táblázat tartalmazza a fajlagos teljesítmény szabályozására kapott eredményeket. A fajlagos teljesítmény alatt 1 g mintára eső teljesítményt értjük.

1. táblázat. A teljesítmény szabályozás eredményei

Lombikba bemért vízmennyiség [ml]	Pohárba bemért vízmennyiség [ml]	Az első kondenzcsepp megjelenési ideje (s)	20 ml víz desztillációs ideje (s)	Lombikban maradt víz mennyisége [ml]	Pohárban maradt víz mennyisége [ml]
100	0	202	430	80	0
100	50	295	705	80	30
100	100	345	825	80	75
100	150	425	1100	80	115
100	200	445	1285	80	160
100	250	465	1375	80	200

A fenti adatok szerint az általunk használt módszerrel megoldható a fajlagos teljesítmény szabályozása, mivel a mikrohullámú készülékbe a pohárból elpárolgott víz mennyisége és az idő között lineáris összefüggést kaptunk.

4.2. Az őrlési idő meghatározása (édeskömény esetén)

A növényi minták őrlési idejét 15 másodperces lépcsővel változtattuk, ezután elvégeztük a mikrohullámos vízgőzdesztillációt, és mértük a kinyert illóolaj mennyiséget.

2. táblázat. Az őrlési idő hatása a kinyerhető illóolaj mennyiségre

A bemért növény tömege (g)	Őrlési idő (s)	Illóolaj mennyiség (ml)
20	15	0,82
20	30	0,96
20	45	0,98
20	60	1,10
20	75	1,08

A fenti adatok alapján megállapítható, hogy a mikrohullámú vízgőzdesztillációhoz a legmegfelelőbb őrlési idő 60 másodperc, mert már a 75 másodpercig tartó őrlési idő alatt a minta felmelegedett, és illóolaj veszteséget tapasztaltunk. A mikrohullámú vízgőzdesztilláció 15 percig tartott.

4.3. A fűtési idő meghatározása

Az előkészített mintákat mikrohullám fűtésű vízgőzdesztillációval feldolgoztuk, a fűtési időt 3 percenként növelve. Az eredményeket az 3. táblázatban foglaltuk össze.

3. táblázat. A kinyert illóolaj mennyiség változása a műveleti idő függvényében

Bemért minta mennyisége (g)	Fűtési idő (min)	Kapott illóolaj mennyiség (ml)
20	6	0,84
20	9	0,85
20	12	0,90
20	15	0,91
20	18	0,91

A legmegfelelőbb kinyerési időnek a 15 perc bizonyult, mert a fűtési idő további növelésével a kinyert illóolaj mennyiség nem változott.

4.4. Szárazanyag tartalom

A növényi minták szárazanyag tartalmát a 4. táblázatban foglaltuk össze.

4. táblázat. Növényi minták szárazanyagtartalma

Növény minta		Szárazanyag tartalom (%)
Édeskömény termés		92,8
Cickafark virágzat	friss	37,7
	szárított	88,2
Lestyán gyökér		26,5

A kisebb szárazanyag tartamú növénynél a vízgőzdesztillációnál hozzáadott víz mennyisége kevesebb.

4.5. A hagyományos- és mikrohullámú fűtésű vízgőzdesztilláció mennyiségi eredményei

A fenti előkísérletekre alapozva édeskömény termékkel elvégeztük a hagyományos vízgőzdesztillációt (H.v.g.d.) és a mikrohullám fűtésű vízgőzdesztillációt (M.v.g.d.) is. Az így kapott illóolajokat mennyiségileg és minőségileg is összehasonlítottuk. A kapott eredményeket az 5. táblázat tartalmazza.

5. táblázat. A két módszer eredményei

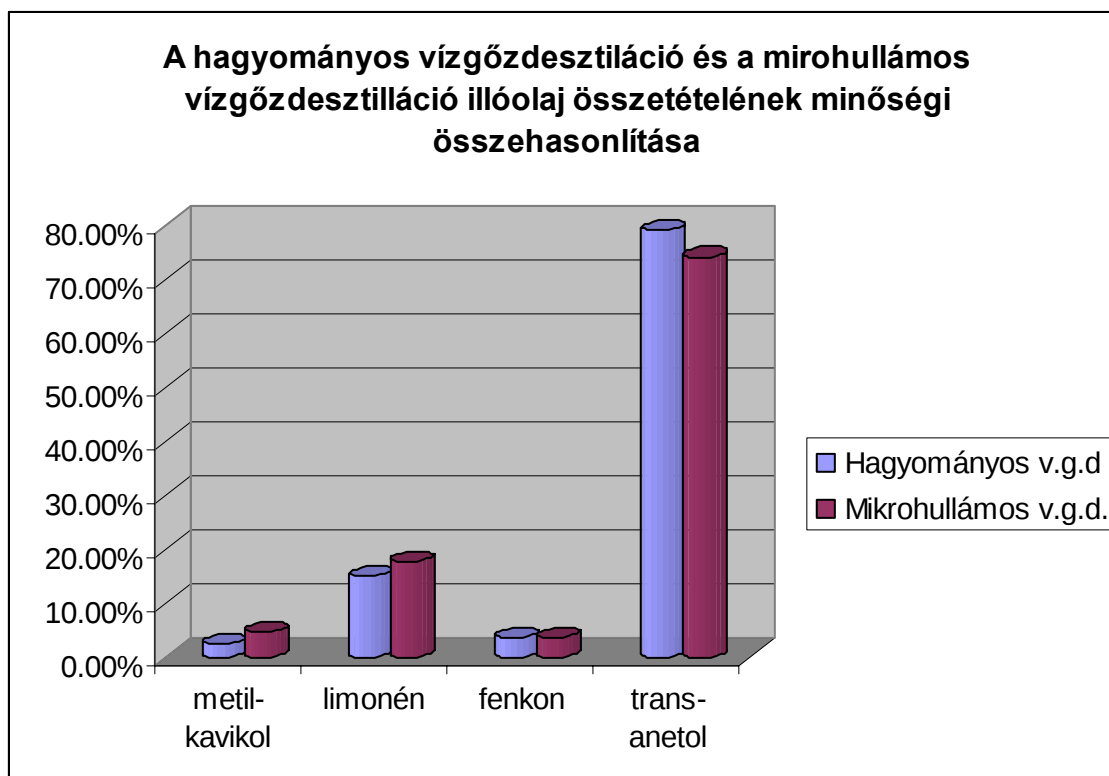
Növényi minta	Eljárás	Bemért mennyiség (g)	Őrlési idő (s)	Adagolt víz mennyisége (ml)	Fűtési idő (min)	Illóolaj mennyisége (ml)	Illóolaj menny. (ml/100 g sz.a.)
Édeskömény*	M.v.g.d.	20	60	20	15	0,98	5,28
	H.v.g.d.	10	60	200	180	0,50	5,38
Cickafark friss*	M.v.g.d.	40	manuális	50	15	0,16	0,42
Cickafark száraz*	M.v.g.d.	40	morzsolt	160	15	0,08	0,20
Lestyán*	M.v.g.d.	100	manuális	100	15	0,60	2,26

*A táblázatba beírt illóolaj mennyiségek háromszoros ismételtes átlagértékei.

Az M.v.g.d és H.v.g.d. összehasonlítását csak az édeskömény esetén végeztük el. Az adatokból kiderült, hogy a kihozatalban az eltérés 1.07%, ami a mérési hibahatáron belül van. A művelet ideje ezzel szemben 7,14 %-a a Gyógyszerkönyvi leírásban megadottnak. Cickafark esetén a szárítás folyamán az illóolajveszteség 52,38%-os. A lestyán gyökér illóolaj tartalma megfelel az irodalmi adatoknak.

4.6. A hagyományos- és mikrohullámú fűtésű vízgőzdesztilláció minőségi eredményei

A gázkromatográfiás vizsgálatokat csak édeskömény illóolajára végeztük el. A kapott kromatogramokon az illóolaj komponenseket az irodalmi adatokban megtalálható retenciós idő alapján azonosítottuk, és ezután a kromatográfiás százalékok alapján mennyiségileg is értékeltük az illóolaj összetételt. A kapott eredményeket az 5. ábrán szemléltetjük.



5. ábra. Az illóolaj összetétel hagyományos vízgőzdesztillációval

A mikrohullámú vízgőzdesztilláció során a metil-kavikol és limonén mennyisége nőtt (2,49 % ról 4,62 %-ra valamint 14,95 %-ról 17,68 %-ra), a fenkon tartalom változatlan maradt, míg a transz-anetol esetében csökkenés tapasztalható (78,88 %-ról 74,02 %-ra). Valószínűsíthető, hogy az illóolaj összetevők más és más mértékben alakulnak egymásba a két módszer során.

5. Következtetések

A bemutatott két módszer között a legfontosabb eltérés a minta felfűtésének kivitelezése, a felfűtéséhez szükséges energia mennyisége és az illóolaj kivonásához szükséges idő. Friss növények esetén elégséges a minimális vízadagolás az illóolaj kinyeréséhez, ezért a mikrohullámos módszer energia igénye sokkal kisebb. Megállapítottuk, hogy a mikrohullámos vízgőzdesztillációval kapott illóolaj mennyisége hibahatáron belül egyezik (1,07%-s eltérés) a hagyományos vízgőzdesztillációval nyert illóolaj mennyiséggel, a kinyerési idő 7,14%-a a gyógyszerkönyvi módszernek.

A két módszer közti különbség a főkomponensek kromatográfiás százalékos eloszlásában mutatkozik, de ez is közel van a mérési hibahatárhoz, ezért további vizsgálatok szükségesek.

5.1. Elért célok

1. működőképes új berendezést állítottunk össze és üzemeltünk be;
2. a berendezés működtetésére alkalmazható új módszert dolgoztunk ki;
3. bebizonyítottuk, hogy a berendezés alkalmas felgyorsítani az illóolajkinyerést, közel azonos kihozattal elérve, mint a Gyógyszerkönyvi leírásnak megfelelő Clevenger-készülékkel, az idő töredéke alatt;

5.2. További célok

1. az illóolajkinyerés paramétereinek optimalizálása kísérlet terv módszerrel;
2. a lestyán és a cickafark illóolajának kinyerése hagyományos vízgőzdesztilláció-val és a kapott eredmények összehasonlítása;
3. annak elméleti megvizsgálása, hogy az édesköményben található illóolaj komponensek milyen feltételezhető módon alakulhatnak át egymásba a kinyerés során;

6. Melléklet

1. melléklet: A hagyományos vízgőzdesztillációs minta kromatogrammjá.
2. melléklet: A mikrohullámos vízgőzdesztillációs minta kromatogrammjá.

7. Irodalom

- [1] Hornok, L.: Gyógynövények termesztése és feldolgozása. Mezőgazda Kiadó, Budapest 1990 .
- [2] Kiss, B.: Olajnövények, növényolajgyártás, Mezőgazda Kiadó, Budapest., 2006.
- [3] Kékedy, L.: Műszeres analitikai kémia, Erdélyi Múzeum Egyesület, Kolozsvár, 1995.
- [4] Rápoti, J., Romváry, V.: Gyógyító növények, tizenegyedik kiadás, Medicina Könyvkiadó, Budapest, 1996.
- [5] Ceașescu, V. E., Rădoiaș Gh., Cădariu T.: Ordonante si aromatizante, Chimie, technologie, alpicatii, Editura Tehnica, Bucuresti, 1988.

- [6] Farrell, K. T.: Condiments and Seasonings. AVI Publishers Westport, pp. 106- 109. Spices, 1988.
- [7] Fathy, M., S. Afaf. H. Shehata, A. E. Kaleel and S. M. Ezzhat: An acylated Kaempferol Glycoside from Flavones of *Foeniculum vulgare* and F. Dulce. Molecules, 7, 245-251. 2002.
- [8] Gulfranz, M., M. Arshad, N., Nayyar, N., Kanwalj and Nair, U.: Investigation of Bioactive compounds of Berberis lycium Royal and Justicia adhatoda L. Ethnobotanical. Leaflet. world wide web, 1-10 .2004.
- [9] Leung, A.Y and Foster, S.: Encyclopedia of common Natural Ingredients used in food, 1996.
- [10] Bauer, K., Garbe, D., Surburg, H. Common Fragrance and Flavor Materials, VCH Publishers, New York, 1990.
- [11] Sattler, K.: Termikus elválasztási módszerek, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1983.
- [12] Bognár, J.: Elemző kémia, Tankönyvkiadó, Budapest, 1979.
- [13] Petri, G.: Gyógynövény- és drogismeret, második bővített és átdolgozott kiadás, Egyetemi Tankönyv, Medicina Kiadó, 1991.
- [14] Kéry, Á., Lemberkovics, É., Marczal, G., Nagy, É.: Gyógynövényekkel az egészségért. Képzőművészeti Kiadó és Nyomda, Budapest, 2000.
- [15] Bernáth, J.: *Foeniculum vulgare* Mill. In: Gyógy- és Arománövények, Mezőgazda Kiadó, Budapest, 2000.
- [16] Lucchesi, M., E., Chemat, F., Smajda, J.: Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation, J. Chrom. A, 1043, 343, 2004.
- [17] ***: Farmacopeea Română X, Editura Medicală, București, 1993.