Levendula illóolaj előállítása – a funkcionális változások értékelése kemometriai módszerekkel

DOKTORI (PhD) ÉRTEKEZÉS TÉZISEI

Készítette:
Preiner Sára

Témavezetők:
Dr. Pethő Dóra
Dr. habil Miskolczi Norbert

Pannon Egyetem
Vegyészmérnöki- és Anyagtudományok Doktori Iskola
Veszprém
2026

1. Bevezetés, célkitűzés

Az illóolajok a növényi eredetű termékek fontos csoportját alkotják, amelyeket széles körben alkalmaz az élelmiszeripar, a kozmetikai ipar, a gyógyszeripar és az aromaterápia. Alkalmazhatóságuk szempontjából meghatározó a minőségük, amely szoros kapcsolatban áll kémiai összetételükkel. A levendula (*Lavandula angustifolia*) illóolaja az egyik legismertebb és legszélesebb körben alkalmazott illóolaj. Kémiai profilját elsősorban monoterpének és oxigéntartalmú származékaik alkotják; a komponensek arányát és ezáltal a termék minőségét azonban számos tényező befolyásolja, többek között a növény fajtája, a termesztési körülmények, az éghajlati jellemzők, a betakarítás, a tárolás és a kinyerési technológia.

Az illóolajok ipari kinyerésének hagyományos és ma is széles körben alkalmazott módszere a vízgőzdesztilláció. A technológia mellett egyre nagyobb figyelmet kapnak az alternatív kinyerési eljárások, köztük a szuperkritikus fluidum extrakció, amely szén-dioxid alkalmazásával, viszonylag alacsony hőmérsékleten és szabályozható oldóképesség mellett teszi lehetővé az illó komponensek kinyerését. A szuperkritikus extrakció eredményességét a műveleti paraméterek - a nyomás, a hőmérséklet, az oldószer térfogatárama és a koszolvens mennyisége - mellett az alapanyaghoz kötődő tényezők is befolyásolják. A termőhely, az időjárási körülmények és a szüretelés óta eltelt idő együttes hatása miatt a kinyert illóolaj mennyisége és összetétele komplex rendszerként értelmezhető.

Doktori munkám célja a levendula illóolaj előállítása során bekövetkező funkcionális változások átfogó vizsgálata volt szuperkritikus fluidum extrakció és vízgőzdesztilláció alkalmazása mellett. A több, egymással összefüggő változó hatásának feltárására és rangsorolására kemometriai módszereket alkalmaztam. A korrelációs elemzések, regressziós modellek és változófontossági eljárások segítségével nemcsak az egyes tényezők és a vizsgált válaszváltozók kapcsolatát, hanem a paraméterek egymáshoz viszonyított szerepét is értékeltem. Meghatároztam és rangsoroltam a szuperkritikus extrakció fő műveleti paramétereinek hatását a kihozatalra és az összetételre, vizsgáltam az alapanyag származási helyének, a szüretelés óta eltelt időnek és az aggregált meteorológiai indikátoroknak a szerepét, illetve összehasonlítottam e tényezők jelentőségét a két kinyerési technológia esetén. A vízgőzdesztilláció során emellett nagy mennyiségben keletkezik levendulavíz, amelynek gyors minőségellenőrzése a melléktermék további felhasználása szempontjából fontos feladat. Ennek érdekében UV-Vis spektroszkópián és kemometriai modellezésen alapuló gyors becslési módszert dolgoztam ki a levendulavíz illékony komponenseinek vizsgálatára.

2. Kísérletek és mérési módszerek

2.1. Felhasznált levendula alapanyag

A vizsgálatokhoz *Lavandula angustifolia* típusú levendulát használtam, amelyet Tihanyban és Tamásiban 2021 és 2025 között minden év júliusában, a reggeli órákban szüreteltem. A növényeket a betakarítást követően csokrokba kötve, árnyékos és jól szellőző helyen tömegállandóságig szárítottam. Az alapanyaghoz kapcsolódó környezeti tényezők vizsgálatához a növény érési időszakára, március-július hónapokra vonatkozó átlagos hőmérsékletet és teljes csapadékmennyiséget használtam aggregált meteorológiai indikátorként.

2.2. Vízgőzdesztilláció

A levendula illóolaj kinyerését vízgőzdesztillációval laboratóriumi és ipari méretben végeztem. A laboratóriumi berendezésben 100-200 g/sarzs növényi alapanyagot dolgoztam fel. A szárított levendulát 1-2 cm-es darabokra aprítottam, majd a desztilláló üstbe helyeztem. A 2 bar nyomású vízgőzt az üst alján vezettem be. A növényi tölteten áthaladó gőz magával ragadta az illó komponenseket, amelyek a kondenzátorban lecsapódtak. A kondenzált termékáramot fázisszeparátorban gyűjtöttem, ahol az illóolajat és a levendulavizet elválasztottam. A laboratóriumi desztillációs idő 30 perc volt. A Tihanyban végzett ipari kísérletek során 250-350 kg/sarzs nagyságrendű friss levendulát dolgoztunk fel, így a laboratóriumi eredményeket ipari körülmények között keletkezett mintákkal is össze tudtam vetni.

2.3. Szuperkritikus fluidum extrakció

A szuperkritikus extrakciós vizsgálatokat laboratóriumi berendezésben végeztem szén-dioxid oldószer és etanol koszolvens alkalmazásával. Az extrakciós oszlopot 400-2000 µm szemcseméretű darált levendulával töltöttem meg. A kísérletekben a hőmérsékletet 40-60 °C, a nyomást 100-200 bar, az oldószer térfogatáramát 4-8 ml/perc, a koszolvens mennyiségét pedig 1-3 V/V% tartományban változtattam. Az extrakciós idő minden mérésnél 60 perc volt. A bemért alapanyag és a kinyert termék tömegéből határoztam meg az illóolaj-kihozatalt.

2.4. Analitikai módszerek

A levendula illóolajok kémiai összetételét gázkromatográfiával és tömegspektrometriával (GC-MS) vizsgáltam Agilent 5975C típusú készülékkel, HP5 kolonnán. Referenciaként gyógyszerkönyvi minőségű levendula illóolajat, valamint linalool-, linalil-acetát- és 4-terpineol-standardeket használtam. A tömegspektrumok és a standardek alapján 19 komponenst azonosítottam. A paraméterváltoztatások összetételre gyakorolt hatását a beazonosított kromatográfiás csúcsok alatti területek változása alapján értékeltem. Kiegészítő, gyors minőségi vizsgálatokhoz vékonyréteg-kromatográfiát is alkalmaztam.

2.5. Kemometriai és statisztikai módszerek

Az adatelemzés során a levendula illóolaj kihozatalát és összetételét befolyásoló technológiai, környezeti és alapanyag-jellemzők kapcsolatát vizsgáltam, valamint rangsoroltam a prediktor változók relatív fontosságát. Az előzetes összefüggések feltárására Pearson-korrelációt és Spearman-féle rangkorrelációt, valamint p-érték elemzést alkalmaztam. A bemeneti változók hatását lineáris regresszióval értékeltem, a változók relatív fontosságának rangsorolására LMG-indexet, a változószelekció és a regresszió együttes megvalósítására LASSO regressziót használtam. A számításokat a MathWorks MATLAB R2021a szoftverben végeztem.

2.6. Levendulavíz UV-Vis/PLS vizsgálata

A vízgőzdesztilláció során melléktermékként keletkező levendulavíz vizsgálatához UV-Vis spektrofotometriát alkalmaztam 200-600 nm hullámhossztartományban, százszoros hígítással. Az illékony komponenseket folyadék-folyadék extrakcióval nyertem ki, összetételüket GC-MS módszerrel határoztam meg. A kromatográfiás koncentrációadatok és az UV-Vis spektrumok alapján PLS-regressziós modellt építettem a levendulavíz olajos komponenseinek mennyiségi becslésére.

3. Tézispontok

I. Megvizsgáltam a *Lavandula angustifolia* szuperkritikus extrakciója során alkalmazott műveleti paraméterek - a nyomás, az extrakciós hőmérséklet, az oldószer térfogatárama és a koszolvens mennyisége - hatását a kinyert illóolaj kihozatalára és összetételére. Pearson- és Spearman-korreláció, p-érték elemzés, LMG-index és LASSO regresszió alkalmazásával megállapítottam, hogy a vizsgált kísérleti tartományban a kihozatal alakulásában a nyomás és az oldószer térfogatárama a legfontosabb változók; mindkét paraméter növelése pozitívan befolyásolta a hozamot. Az illóolaj összetételének szempontjából a nyomás és az extrakciós hőmérséklet mutatta a legjelentősebb kapcsolatot az egyes komponensek mennyiségével. A nyomás növekedése a linalool mennyiségével pozitív, a linalil-acetát mennyiségével negatív összefüggést mutatott, míg az extrakciós hőmérséklet a linalool mennyiségével gyengébb negatív tendenciát jelzett. Az oldószer térfogatáramának összetételre gyakorolt hatása kisebb volt, a koszolvens mennyisége pedig a vizsgált tartományban nem bizonyult meghatározó változónak. Eredményeim alapján a műveleti paraméterek eltérő mértékben járulnak hozzá a levendula illóolaj mennyiségi és összetételi jellemzőinek kialakulásához, így a változófontossági rangsor felhasználható a technológiai paraméterek célorientált megválasztásához.

II. Megvizsgáltam a *Lavandula angustifolia* alapanyag jellemzőit befolyásoló tényezők - az időjárási körülmények, a termőterület és a szüretelés óta eltelt idő - kapcsolatát a szuperkritikus extrakcióval nyert illóolaj kihozatalával és összetételével. Az alkalmazott korrelációs, regressziós és változófontossági módszerek alapján megállapítottam, hogy a vizsgált adathalmazban az alapanyag változékonyságát leíró tényezők sok esetben a műveleti paramétereknél nagyobb változófontosságot mutattak. A nyomás pozitív kapcsolatban állt a kihozatallal, míg az extrakciós hőmérséklet ebben az adathalmazban nem bizonyult meghatározó változónak. A termőterület a kihozatallal, valamint az α-pinén és a linalool mennyiségével mutatott kapcsolatot, a szüretelés és a feldolgozás között eltelt idő pedig negatív összefüggést jelzett a linalil-acetát mennyiségével. Az aggregált meteorológiai indikátorok közül a csapadékmennyiség a linalool és a 4-terpineol arányával, az átlagos hőmérséklet pedig a β-cisz- és β-transz-ocimén mennyiségével korrelált. Megállapítottam, hogy a szuperkritikus extrakcióval nyert levendula illóolaj kihozatala és kémiai profilja a vizsgált adathalmazban nem kizárólag a műveleti paraméterekkel magyarázható, hanem az alapanyag eredete, állási ideje és termesztési időszakának meteorológiai jellemzői is fontos szerepet játszanak.

III. Megvizsgáltam a *Lavandula angustifolia* illóolaj vízgőzdesztillációval történő kinyerése során az alapanyagot befolyásoló tényezők, különösen a szüretelés óta eltelt idő és a meteorológiai indikátorok kapcsolatát a kinyert illóolaj kihozatalával és összetételével. Megállapítottam, hogy a vizsgált adathalmazban a szüretelés óta eltelt idő negatív irányú kapcsolatot mutatott az illóolaj-kihozatallal, továbbá egyes komponensek, különösen a linalool és a 4-terpineol mennyiségével. A linalil-acetát esetében nem lineáris jellegű változást figyeltem meg, amely egy kedvező állási időtartomány lehetőségére utal. Az aggregált meteorológiai indikátorok közül az átlagos hőmérséklet pozitív összefüggést mutatott a linalool mennyiségével, míg a csapadékmennyiség a kihozatallal és a linalool mennyiségével is pozitív korrelációt jelzett. A vízgőzdesztillációs és a szuperkritikus extrakciós eredmények összehasonlításával megállapítottam, hogy az állási időhöz és a meteorológiai indikátorokhoz kapcsolódó tendenciák nem minden esetben azonos irányban és mértékben jelentkeznek a két kinyerési technológia esetén. Eredményeim alapján az alapanyag előéletének és környezeti jellemzőinek a kinyert illóolaj mennyiségére és összetételére gyakorolt hatása technológiafüggő.

IV. Kidolgoztam egy UV-Vis spektrofotometrián és PLS-regresszión alapuló gyors, egyszerű és költséghatékony becslési módszert a levendula illóolaj vízgőzdesztillációja során melléktermékként keletkező levendulavíz illékony komponenseinek vizsgálatára. A módszerfejlesztéshez különböző származású, ipari és laboratóriumi körülmények között keletkezett levendulavíz-mintát használtam. A minták folyadék-folyadék extrakcióját követően az extraktumok összetételét GC-MS módszerrel határoztam meg, majd az extraktumok és raffinátumok UV-Vis spektrumaiból és a kromatográfiás adatokból kalibrációs adatbázist hoztam létre. Megállapítottam, hogy a kidolgozott UV-Vis/PLS-alapú modell a kalibrációs adatbázis által lefedett mintatípusok, koncentrációtartományok és mérési körülmények között alkalmas a levendulavízben található egyes értékes komponensek mennyiségének gyors becslésére. A módszer előzetes szűrő- és minőségellenőrzési célra alkalmazható, támogatva a minták gyors összehasonlítását és a további részletes kromatográfiás vizsgálatok szükségességének megítélését.

4. Publikációk

Folyóiratban megjelent cikkek

1. Preiner, S.; Tarcsay, B. L.; Juhász, C. J.; Pethő, D.; Miskolczi, N. Identifying key parameters to maximize lavender essential oil components during supercritical extraction using machine learning models. Chemical Engineering and Processing - Process Intensification, 2025, 110523. DOI: 10.1016/j.cep.2025.110523
2. Preiner, S.; Tarcsay, B. L.; Pethő, D.; Miskolczi, N. Lavender hydrosol analysis using UV spectroscopy data and partial least squares regression. MethodsX, 2025, 14, 103304. DOI: 10.1016/j.mex.2025.103304
3. Preiner, S.; Petho, D.; Miskolczi, N. Effect of the Supercritical Extraction Parameters on Lavender Essential Oil Yield and Composition. Chemical Engineering Transactions, 2025, 117, 937-942. DOI: 10.3303/CET25117157

Konferencia részvételek

1. Preiner S., Pethő D., Miskolczi N.: Levendula illóolaj előállítás szuperkritikus extrakcióval, Műszaki Kémiai Napok, Veszprém, 2022. április 26-28.
2. Preiner S., Pethő D., Miskolczi N.: Paraméterváltoztatás hatása a szuperkritikus extrakcióval kinyert levendula illóolaj mennyiségére és minőségére, PhD hallgatók anyagtudományi napja XXII., Veszprém, 2022. november 14.
3. Preiner S., Pethő D., Miskolczi N.: A levendula illóolaj-tartalmának és minőségének változása a betakarítást követően, Műszaki Kémiai Napok, Veszprém, 2023. április 18-20.
4. Preiner S., Pethő D., Miskolczi N.: Effect of the environmental phenomena and elapsed time since harvesting on the quality and quantity of extracted lavender oil, SSCHE, Tatranské Matliare, Szlovákia, 2024. május 20-24.
5. Preiner S., Pethő D., Miskolczi N.: Levendula illóolaj kinyerése különböző módszerekkel, PhD hallgatók anyagtudományi napja XXIV., Veszprém, 2024. november 18.
6. Preiner S., Pethő D., Miskolczi N.: A kinyerés módjának és a környezeti körülményeknek a hatása a levendula illóolajra, Műszaki Kémiai Napok, Veszprém, 2025. április 15-17.
7. Preiner S., Pethő D., Miskolczi N.: A vízgőzdesztilláció és a szuperkritikus extrakció hatékonyságának vizsgálata levendula illóolaj kinyerésére, XVIII. Szent-Györgyi Albert konferencia, Budapest, 2025. május 9-10.

8. Preiner S., Pethő D., Miskolczi N.: Optimization of lavender essential oil extraction: Method comparison and identification of key parameters, 51st International Conference of SSCHE, Hotel DRUŽBA, Jasná, Demänovská Dolina, Szlovákia, 2025. május 27-30.
9. Preiner S., Pethő D., Miskolczi N.: Effect of the supercritical extraction parameters on lavender essential oil yield and composition, iCheaP 17, Firenze, Olaszország, 2025. június 29. - július 2.