



WPLYW OBRÓBKI ULTRADŹWIĘKOWEJ NA PROCES POZYSKIWANIA OLEJKÓW ETERYCZNYCH Z NASION KMINKU ZWYCZAJNEGO

Zbigniew Kobus^{a*}, Rafał Nadulski^a, Tomasz Guz^a, Marian Panasiewicz^a, Leszek Rydzak^a, Ryszard Kulig^b

^aKatedra Inżynierii i Maszyn Spożywczych, Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie

^bKatedra Eksploatacji Maszyn Przemysłu Spożywczego, Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie

* Adres do korespondencji: ul. Doświadczalna 44, 20-280 Lublin, e-mail: zbigniew.kobus@up.lublin.pl

INFORMACJE O ARTYKULE

Historia artykułu:

Wpłynął: listopad 2013

Zrecenzowany: grudzień 2013

Zaakceptowany: styczeń 2014

Słowa kluczowe:

kminek zwyczajny

olejki eteryczne

destylacja

ultradźwięki

STRESZCZENIE

W pracy przedstawiono wyniki badań dotyczące wpływu wstępnej obróbki ultradźwiękowej na proces destylacji olejków eterycznych z nasion kminku zwyczajnego. Badania przeprowadzono w dwóch wariantach. W pierwszym procesowi destylacji poddano całe nasiona, zaś w drugim nasiona rozdrobnione. Do generowania ultradźwięków wykorzystano procesor ultradźwiękowy (Sonic VC 750) z głowicą o średnicy 19 mm, pracujący z częstotliwością 20 kHz. Zastosowano następujące parametry wstępnej sonifikacji nasion: czas obróbki od 20 do 60 minut, natężenie ultradźwięków: 28 i 42 W·cm⁻². Stwierdzono, że wstępna obróbka ultradźwiękowa nasion kminku znacząco przyspiesza tempo pozyskiwania olejków oraz zwiększa końcową wydajność procesu. W zależności od czasu i natężenia ultradźwięków zanotowano wzrost wydajności od 9 do 40%. Zaobserwowano także istotny wpływ rozdrobnienia nasion na kinetykę procesu destylacji.

Wprowadzenie

Kminek zwyczajny jest jedną z ważniejszych roślin zielarskich. W Polsce uprawiany jest na powierzchni ok. 8000 hektarów (Seidler-Łożykowska i in., 2010). Jego nasiona są surowcem leczniczym, a także znaną powszechnie przyprawą dietetyczną. Wykorzystuje się go jako dodatek do chleba i innego pieczywa, potraw mięsnych, zup, warzyw, sałatek, niektórych gatunków sera oraz wyrobów alkoholowych takich jak: wódki i likiery (Peter, 2006). Swoje właściwości lecznicze kminek zawdzięcza przede wszystkim dużej zawartości olejku eterycznego (od 2 do 8%), w którym głównymi substancjami czynnymi są karwon i linomen (Bailer i in., 2001; Chemat i in., 2004). Olejek eteryczny z kminku podaje się doustnie jako środek żółciotwórczy i żółciopędny oraz regulujący wypróżnienia. Stosuje się go także w przypadkach powierzchniowych zakażeń bakteryjnych, grzybiczych i pasożytniczych. Służy jako dodatek do mydeł, płynów odkażających, kremów kosme-

tycznych, past do zębów i perfum (Ożarowski i Jaroniewski, 1987). Może być wykorzystany także jako środek grzybobójczy i zapobiegający kiełkowaniu ziemniaków (Oosterhaven i in., 1996).

Olejki eteryczne pozyskuje się najczęściej w drodze destylacji z parą wodną. Z uwagi na małą zawartość tych substancji w surowcu poszukuje się metod, które mogłyby zwiększyć efektywność procesu destylacji (Kowalski i Wawrzykowski, 2009). Jedną z nich może być zastosowanie wstępnej obróbki ultradźwiękowej. Pole ultradźwiękowe wywołuje wiele efektów fizycznych, które znacząco wpływają na transport masy w układzie ciec-ciało stałe. Zaliczyć tu należy przede wszystkim kawitację i mikroprzepływy. Zjawiska te przyczyniają się do zwiększonej penetracji cieczy, niszczenia tkanek roślinnych oraz uwalniania zawartości komórek do dyfundującego rozpuszczalnika. Zastosowanie ultradźwięków pozwala pozyskiwać substancje biologicznie aktywne w niższej temperaturze, co zapobiega ich degradacji (Kimbaris i in., 2006).

Cel pracy

Celem pracy było zbadanie wpływu parametrów wstępnej obróbki ultradźwiękowej na kinetykę pozyskiwania i końcową wydajność destylacji olejków eterycznych z nasion kminku zwyczajnego.

Material i metodyka badań

Surowcem badawczym były nasiona kminku zwyczajnego (*Carum carvi L.*) odmiany Kończewicki zakupione w lokalnej aptece. Badania przeprowadzono w dwóch wariantach. W pierwszym procesowi destylacji poddano całe nasiona, zaś w drugim nasiona rozdrobnione. Dezintegracji surowca dokonano za pomocą rozdrabniacza laboratoryjnego typu WŻ-11 w czasie 12 sekund. Następnie rozdrobniony materiał przesiano za pomocą wytrząsarki laboratoryjnej wyposażonej w sita z okrągłymi otworami. Do dalszych badań użyto cząstek, które zostały przesiane przez sito o średnicy oczek 250 μm , a zatrzymały się na sicie o średnicy oczek 150 μm .

Do generowania ultradźwięków wykorzystano procesor ultradźwiękowy (Sonic VC 750) z głowicą o średnicy 19 mm, pracujący z częstotliwością 20 kHz (rys. 1). Zastosowano następujące parametry obróbki ultradźwiękowej: czas obróbki: 20, 40 i 60 minut, natężenie ultradźwięków: 28 i 42 $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$.

Wstępną obróbkę ultradźwiękową przeprowadzono w kolbie destylacyjnej o pojemności 1000 ml, w której umieszczono 25g surowca i zalewano 600 ml wody. Po obróbce ultradźwiękowej kolbę łączono z aparatem Derynga i prowadzono proces destylacji z parą wodną przez okres 3 godzin. W trakcie procesu destylacji odczytywano, co 10 minut ilość uzyskanego olejku.



Rysunek 1. Generator ultradźwięków Sonic VC 750

Figure 1. Ultrasounds generator Sonic VC 750

Zawartość procentową olejku (X) obliczano według wzoru:

$$X = \frac{a \cdot 100}{m} (\%) \quad (1)$$

gdzie:

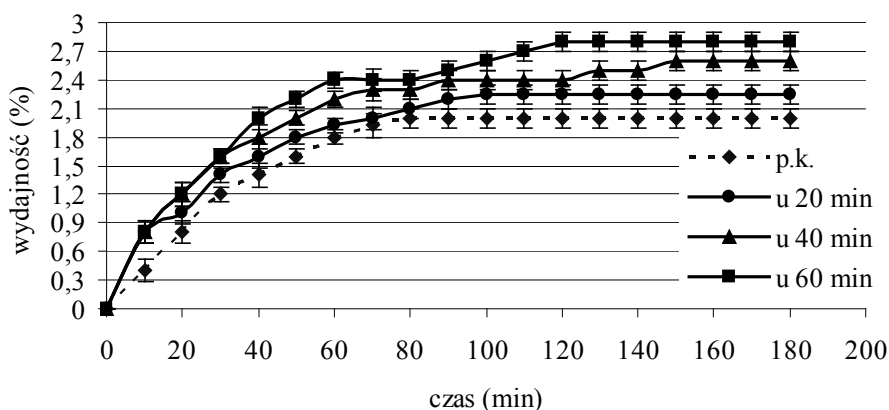
- m – naważka próbki, (g)
- a – objętość olejku, (cm³)

Dla celów porównawczych przeprowadzono proces destylacji według standardowej procedury oznaczania olejków eterycznych (Farmakopea Polska, 2002), tj. bez poprzedzania jej wstępną obróbką ultradźwiękową. Wszystkie badania wykonano w trzech powtórzeniach. Do oceny istotności różnic pomiędzy czynnikami mającymi wpływ na wydajność destylacji wykorzystano test Tukeya. Analizę przeprowadzono na poziomie istotności $\alpha=0,05$ w programie Statistica 6.0.

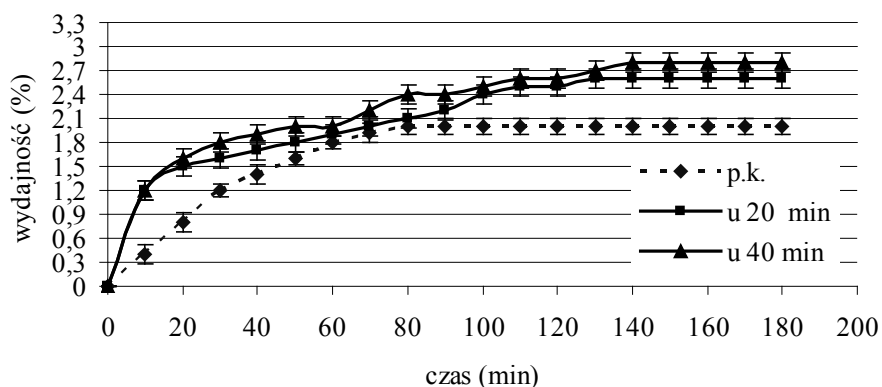
Wyniki badań

Na rysunkach 2-3 przedstawiono wpływ wstępnej obróbki ultradźwiękowej na proces pozyskiwania olejków eterycznych z całych nasion kminku zwyczajnego.

Zastosowanie wstępnej obróbki ultradźwiękowej miało znaczący wpływ na przebieg krzywych destylacji olejków eterycznych. We wszystkich badanych przypadkach sonifikacja nasion kminku przyczyniła się do zwiększenia szybkości pozyskiwania olejków eterycznych oraz korzystnie wpłynęła na końcową wydajność destylacji. Otrzymane wyniki pokazały, że wstępna 20-minutowa sonifikacja o natężeniu 28 W·cm⁻² (rys. 2) pozwala już po 70 minutach uzyskać tę samą wydajność procesu, co 180-minutowa destylacja nasion nieobrobionych, oraz zwiększa o 12% końcową wydajność destylacji.



Rysunek 2. Wpływ wstępnej obróbki ultradźwiękowej o natężeniu $28 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ na proces pozyskiwania olejków eterycznych z całych nasion kminku zwyczajnego
 Figure 2. Influence of the ultrasound pre-treatment of intensity $28 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ on the process of obtaining essence from whole caraway seeds

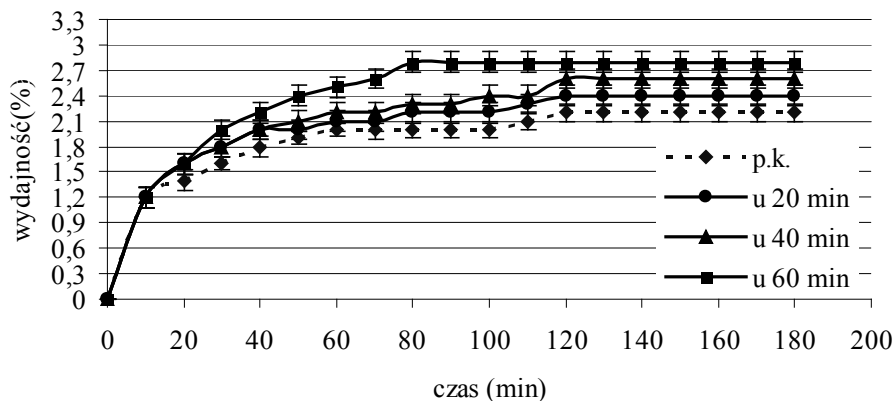


Rysunek 3. Wpływ wstępnej obróbki ultradźwiękowej o natężeniu $42 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ na proces pozyskiwania olejków eterycznych z całych nasion kminku zwyczajnego
 Figure 3. Influence of the ultrasound pre-treatment of intensity $42 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ on the process of obtaining essence from whole caraway seeds

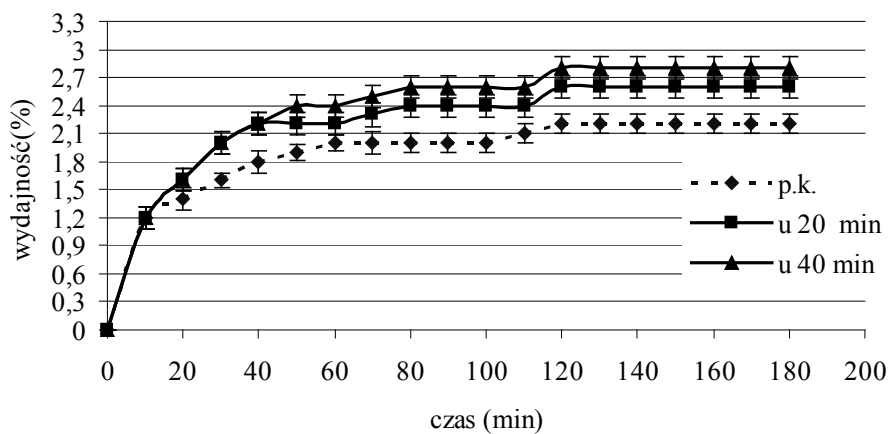
Zmiany wydajności procesu destylacji były zależne od czasu trwania oraz natężenia wstępnej obróbki ultradźwiękowej. Wydłużenie wstępnej obróbki ultradźwiękowej do 60 minut spowodowało wzrost końcowej wydajności procesu o 40%. Wzrost natężenia ultradźwięków skutkowało przyspieszeniem procesu pozyskiwania olejków eterycznych oraz zwiększeniem końcowej wydajności destylacji. Sonifikacja nasion w polu o natężeniu

42 W·cm⁻² umożliwiła już po 40 minutach obróbki osiągnięcie tych samych przyrostów wydajności procesu destylacji, co 60-minutowa obróbka o natężeniu 28 W·cm⁻².

Na rysunkach 4-5 przedstawiono wpływ wstępnej obróbki ultradźwiękowej na proces pozyskiwania olejków eterycznych z rozdrobnionych nasion kminku zwyczajnego.



Rysunek 4. Wpływ wstępnej obróbki ultradźwiękowej o natężeniu 28 W·cm⁻² na proces pozyskiwania olejków eterycznych z rozdrobnionych nasion kminku zwyczajnego
Figure 4. Influence of the ultrasound pre-treatment of intensity 28 W·cm⁻² on the process of obtaining essence from fragmented caraway seeds



Rysunek 5. Wpływ wstępnej obróbki ultradźwiękowej o natężeniu 42 W·cm⁻² na proces pozyskiwania olejków eterycznych z rozdrobnionych nasion kminku zwyczajnego
Figure 5. Influence of the ultrasound pre-treatment of intensity 42 W·cm⁻² on the process of obtaining essence from fragmented caraway seeds

Rozdrobnienie nasion kminku miało znaczący wpływ na przebieg krzywych procesu destylacji. W przypadku destylacji klasycznej rozdrobnienie nasion przyczyniło się do zwiększenia tempa pozyskiwania olejków eterycznych oraz zwiększenia końcowej wydajności procesu. Wzrost wydajności w porównaniu do nasion nierozdrobnionych wyniósł 10%. W przypadku destylacji poprzedzonej wstępną obróbką ultradźwiękową obserwowano tylko zwiększenie tempa pozyskiwania olejków eterycznych, nie zanotowano natomiast wpływu rozdrobnienia na końcową wydajność procesu. Końcowe wydajności procesu destylacji olejków eterycznych w zależności od stopnia rozdrobnienia i parametrów wstępnej obróbki ultradźwiękowej zestawiono w tabeli 1.

Tabela 1

Zestawienie końcowych wydajności destylacji olejku eterycznego z kminku zwyczajnego w zależności od stopnia rozdrobnienia i rodzaju obróbki wstępnej

Table 1

The list of the final efficiencies of distillation of essence from caraway depending on the degree of fragmentation and the type of pre-treatment

Surowiec/ Parametry obróbki	Natężenie ultradźwięków (W·cm ⁻²)	Czas obróbki (min)	Wydajność (%)	Odchylenie standardowe (%)
Kminek nierozdrobniony	0 (próba kontrolna)	0	2	0,05
	28	20	2,24	0,05
		40	2,6	0,05
		60	2,8	0,05
	42	20	2,6	0,06
		40	2,8	0,06
Kminek rozdrobniony	0 (próba kontrolna)	0	2,2	0,05
	28	20	2,4	0,06
		40	2,6	0,06
		60	2,8	0,06
	42	20	2,6	0,06
		40	2,8	0,06

Mechanizm wpływu ultradźwięków na proces pozyskiwania olejków eterycznych z nasion kminku zwyczajnego jest ściśle związany z ich oddziaływaniem mechanicznym. Sonifikacja nasion powoduje niszczenie ścian komórkowych i uwalnianie zawartości komórek do dyfundującego rozpuszczalnika. Przyczynia się to do zwiększenia szybkości procesu destylacji w porównaniu z nasionami nie poddanymi wstępnej obróbce ultradźwiękowej oraz może wpływać na końcową wydajność całego procesu. Potwierdzeniem mechanicznego oddziaływania ultradźwięków są zmiany strukturalne w nasionach kminku przed i po obróbce ultradźwiękowej (Chemat i in., 2004). Zmiany kinetyki destylacji zależą w dużym stopniu od wielkości zastosowanego natężenia ultradźwięków. Assami i in. (2012) badając wpływ wstępnej obróbki ultradźwiękowej o natężeniu 1 W·cm⁻² uzyskali znaczne przyspieszenie procesu destylacji, ale nie zaobserwowali zwiększenia końcowej wydajności procesu. Zastosowanie wyższych natężeń ultradźwięków powoduje, że rozmiar uszkodzeń i liczba zerwanych komórek jest znacznie większa, co skutkuje wzrostem wydajności procesu destylacji (Kowalski i Wawrzykowski, 2009).

Wnioski

1. Wstępna obróbka ultradźwiękowa przyspiesza pozyskiwanie olejków eterycznych z nasion kminku zwyczajnego oraz zwiększa końcową wydajność procesu. W zależności od czasu obróbki i natężenia ultradźwięków przyrosty wydajności wynoszą od 9% do 40%.
2. Rozdrobnienie nasion kminku zwyczajnego zwiększa szybkość pozyskiwania i końcową wydajność uzyskanego olejku eterycznego tylko w przypadku destylacji klasycznej. W przypadku destylacji poprzedzonej wstępną obróbką ultradźwiękową rozdrobnienie nasion wpływa tylko na tempo pozyskiwania olejku, nie ma natomiast wpływu na końcową wydajność procesu.

Literatura

- Assami, K.; Pingret, D.; Chemat, S.; Meklati, B.Y.; Chemat, F. (2012). Ultrasound induced intensification and selective extraction of essential oil from *Carum carvi L.* seeds. *Chemical Engineering and Processing*, 62, 99-105.
- Bailer, J.; Aichinger, T.; Hackl, G.; de Hueber, K.; Dachler, M. (2001). Essential oil content and composition in commercially available dill cultivars in comparison to caraway. *Industrial Crops and Products*, 14, 229-239.
- Chemat, S.; Lagha, A.; AitAmar, H.; Bartels, P.V.; Chemat F. (2004). Comparison of conventional and ultrasound-assisted extraction of carvone and limonene from caraway seeds. *Flavour and Fragrance Journal*, 19, 188-195.
- Farmakopea Polska VI (2002). Polskie Towarzystwo Farmaceutyczne, Warszawa. *Oznaczanie zawartości olejku*, 58-59.
- Kimbaris, A.C.; Siatis, N.G.; Daferera, D.J.; Tarantilis, P.A.; Pappas, C.S.; Polissiou, M.G. (2006). Comparison of distillation and ultrasound-assisted extraction methods for the isolation of sensitive aroma compounds from garlic (*Allium sativum*). *Ultrasonic Sonochemistry* 13, 54-60.
- Kowalski, R.; Wawrzykowski, J. (2009). Effect of ultrasound-assisted maceration on the quality of oil from the leaves of thyme *Thymus vulgaris L.* *Flavour and Fragrance Journal*, 24, 69-74.
- Oosterhaven, K.; Leitao, A.C.; Gorris, L.G.M.; Smid, E.J. (1996). Comparative study on the action of S-(+)-carvone, in situ, on the potato storage fungi *Fusarium solani* var. *coeruleum* and *F. sulphureum*. *Journal of Applied Bacteriology*, 80, 535-539.
- Ożarowski, A.; Jaroniewski, W. (1987). *Rośliny lecznicze i ich praktyczne zastosowanie*. Instytut Wydawniczy Związków Zawodowych, Warszawa, ISBN 83-202-0472-0.
- Peter, K.V. (2006). *Handbook of Herbs and Spices*, Tom 3. Woodhead Publishing Company, UK and CRC USA, ISBN 13: 978-1-84569-017-5.
- Seidler-Łożykowska, K.; Król, D.; Bocianowski J. (2010). Zawartość olejku eterycznego i jego skład w owocach pochodzących z kolekcji kminku zwyczajnego (*Carum carvi L.*). *Rośliny Oleiste – Oilseed Crops*, 31, 145-157.

INFLUENCE OF ULTRASOUND TREATMENT ON THE PROCESS OF OBTAINING ESSENCE FROM CARAWAY SEEDS

Abstract. The paper presents research results concerning the influence of ultrasound pre-treatment on the process of distillation of essence from caraway seeds. Tests were carried out in two variants. In the first one, whole seeds were subjected to distillation process, and in the second one ground seeds. An ultrasound processor (Sonic VC 750) with a head of 19 mm diameter operating with frequency 20 kHz was used for generating ultrasounds. The following parameters of initial sonification of seeds were applied: treatment time from 20 to 60 minutes, intensity of ultrasounds: 28 and 42 W·cm⁻². It was found out that the initial ultrasound treatment of caraway considerably speeds up the rate of obtaining essence and increases the final efficiency of the process. Depending on the time and intensity of ultrasounds the increase of efficiency from 9 to 40% was reported. Moreover, a significant impact of seeds fragmentation on the kinetics of the distillation process was reported.

Key words: caraway, essence, distillation, ultrasounds