



ETEERISTEN ÖLJYJEN TALTEENOTTO KASVEISTA

Lappeenrannan – Lahden teknillinen yliopisto LUT

Kemiantekniikan kandidaatintyö

2024

Essi Merkkiniemi

Tarkastaja: Yliopisto-opettaja, TkL Katja Kuukka

TIIVISTELMÄ

Lappeenrannan – Lahden teknillinen yliopisto LUT

LUT Teknis-luonnontieteellinen

Kemiantekniikka

Essi Merkkiniemi

Eteeristen öljyjen talteenotto kasveista

Kemiantekniikan kandidaatintyö

2024

30 sivua, 7 kuvaa, 2 taulukkoa ja 1 liite

Tarkastaja: Yliopisto-opettaja, TkL Katja Kuukka

Avainsanat: eteerinen öljy, piparminttuöljy, vesihöyrytislus

Eteeriset öljyt koostuvat ensisijaisesti terpenoideista. Kemiallisen koostumuksensa vuoksi eteerisillä öljyillä on monia farmakologisia (antioksidanttisia, tulehdusta ehkäiseviä, antibakteerisia, antifungaalisia jne.) ja aistittavia ominaisuuksia. Näiden ominaisuuksien ansiosta eteerisillä öljyillä on sovelluksia eri teollisuuden aloilla. Eteerisiä öljyjä käytetään muun muassa kosmetiikka- ja elintarviketeollisuudessa, saippuoissa ja pesuaineissa, hajuvesissä, sekä aromaterapiassa. Eteeristen öljyjen yleisimpiä talteenottotapoja ovat vesihöyrytislus, kylmäpuristus ja uutto.

Työn kokeellisessa osassa piparminttuöljyn talteenottoa tutkittiin vesihöyrytislauksella. Työn tavoitteena oli löytää sopivat olosuhteet, joissa eteerisen öljyn erottaminen onnistuu luotettavasti ja tehokkaasti niin, että työ voidaan suorittaa toistettavasti. Lisäksi haluttiin löytää paras piparminttuöljyn massa ja saanto valituissa olosuhteissa. Kokeissa tutkittiin kiintoaineen massan, tislauksajan, kiintoaine/nestesuhteen ja tislauksolvin täyttöasteen vaikutusta eteerisen öljyn massa ja saantoprosenttiin. Tutkittavat kiintoaineen massat olivat 25 g, 40 g ja 55 g. Tislauksolvin tilavuus oli 500 mL ja tislauksissa käytetyt veden tilavuudet 300 mL ja 400 mL. Suurin eteerisen öljyn massa $m_{öljy}$ saatiin, kun kiintoaineen massa m_{ka} oli 55 grammaa ja tislauksaika t oli 90 minuuttia. Suurimmaksi piparminttuöljyn saantoprosentiksi saatiin 0,55 %, kun kiintoaineen massa oli 40 grammaa ja tislauksaika t oli 90 minuuttia. Myös kiintoaine/nestesuhteella ja tislauksolvin täyttöasteella huomattiin olevan vaikutuksia tislatus piparminttuöljyn massa ja saantoon. Kokeiden tulosten perusteella suunniteltiin, millaisissa olosuhteissa samanlaisen työn pystyisi suorittamaan opetuksessa.

Sisällysluettelo

Tiivistelmä

Symboli- ja lyhenneluettelo

1	Johdanto.....	4
	Kirjallisuusosa	6
2	Eteeristen öljyjen talteenotto	6
2.1.	Vesihöyrytisläus.....	7
2.2.	Kylmäpuristus	9
2.3.	Uutto	9
3	Eteeristen öljyjen ominaisuudet	10
3.1.	Kemiallinen koostumus	10
3.2.	Aistittavat ominaisuudet	11
3.3.	Antioksidanttiset ominaisuudet.....	12
3.4.	Tulehdusta ehkäisevät ominaisuudet	12
3.5.	Antibakteeriset ja -fungaaliset ominaisuudet.....	13
4	Eteeristen öljyjen käyttökohteita	14
4.1.	Kosmetiikkateollisuus.....	14
4.2.	Elintarviketeollisuus	15
4.3.	Aromaterapia	15
	Kokeellinen osa.....	16
5	Materiaalit ja menetelmät	16
5.1.	Käytetty materiaali ja laitteisto	16
6	Tulokset ja niiden tarkastelu.....	20
7	Johtopäätökset	24
	Lähteet	26

Liitteet

Liite I Piparminttuöljyn kemialliset ainesosat

1 Johdanto

Eteeriset öljyt ovat seos haihtuvia rasvaliukoisia ainesosia. Yleisesti niitä valmistetaan kasvien eri osista, kuten lehdistä, kukista, kuoresta tai hedelmistä. Eteeristen öljyjen yleisimpiä talteenottotapoja ovat vesihöyrytisläus, kylmäpuristus ja uutto. Eteerisiä öljyjä käytetään muun muassa kosmetiikka- ja elintarviketeollisuudessa, saippuoissa ja pesuaineissa, hajuveissä, sekä hoitomuotona joidenkin sairauksien oireisiin niiden aistittavien ja farmakologisten ominaisuuksien vuoksi.

Piparminttu (*Mentha × piperita*) on vesimintun (*Mentha aquatica*) ja vihermintun (*Mentha spicata*) välinen risteymä. Se on monivuotinen kasvi, joka kasvaa Euroopassa ja Pohjois-Amerikassa. (Chumpitazi et al. 2018) Piparminttuöljy koostuu pääosin mentolista (33–38 %) ja mentonista (21–25 %) (Wu et al. 2019; Desam et al. 2017; Yang et al. 2010). Laajempi lista piparminttuöljyn kemiallisista ainesosista on esitetty Liitteestä I Kuvassa 1.

Eteerisiä öljyjä on tutkittu laajassa mittakaavassa. Tutkimuskohteita ovat muun muassa olleet erilaiset eteeristen öljyjen talteenottotavat ja niiden optimointi, talteenottotavan vaikutus eteerisen öljyn koostumukseen, sekä prosessin ympäristövaikutukset. Myös eteeristen öljyjen ominaisuudet ovat laajasti tutkittu alue. Eteeristen öljyjen antioksidanttiset, tulehdusta ehkäisevät, antibakteeriset ja -fungaaliset ominaisuudet kiinnostavat tutkijoita mahdollisten sovellusten vuoksi eri teollisuuden aloilla. (Cannon et al. 2013; Kant & Kumar, 2022)

Eteerisiä öljyistä on saatavilla paljon tutkimustietoa englanniksi, mutta tutkimustietoa suomeksi on vähän. Tutkimukset ovat suurilta osin suurista teollisuuden mittakaavan prosesseista. Aihetta ei ole toistaiseksi juuri tutkittu laboratorio-olosuhteissa. Tutkimustietoa laboratorio-olosuhteissa pystyttäisiin hyödyntämään teollisten prosessien havainnollistamisessa, sekä prosessin yksikköoperaatioiden ymmärtämisessä opetusympäristössä.

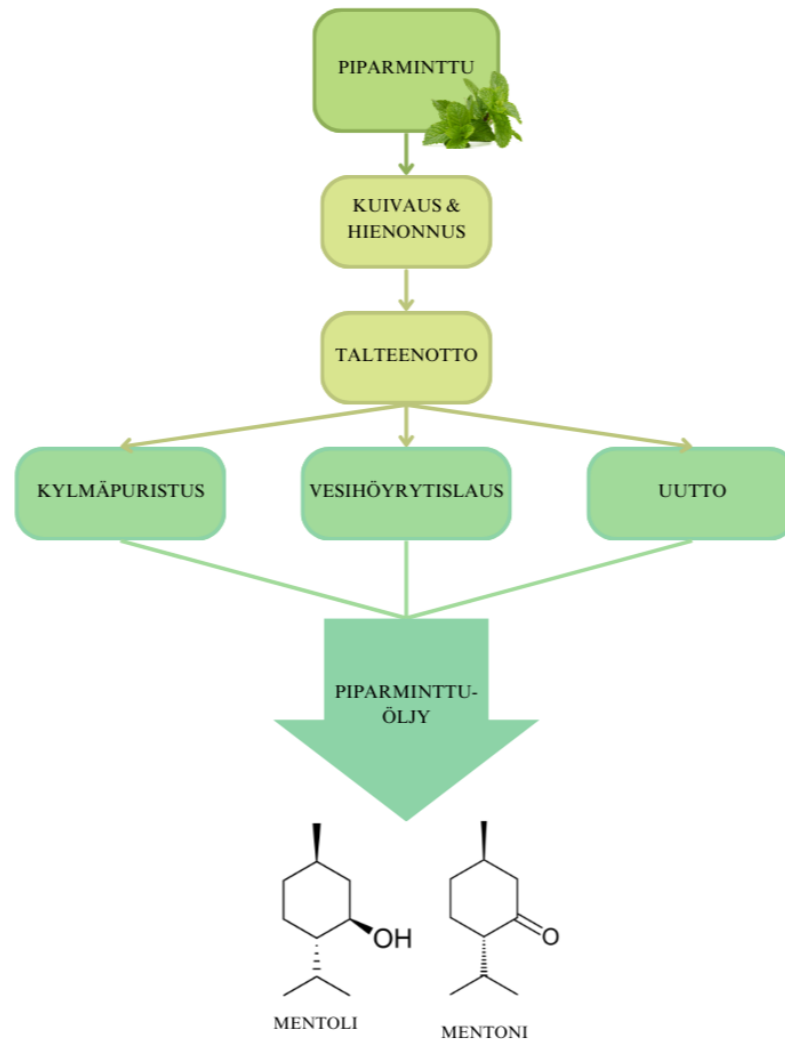
Tämän työn kirjallisuusosassa perehdytään eteeristen öljyjen talteenottomenetelmiin, ominaisuuksiin ja käyttökohteisiin. Työn kokeellisessa osassa piparmintun eteerisen öljyn vesihöyrytislaukusta tutkitaan laboratorio-olosuhteissa. Työn tarkoituksena on löytää olosuhteet, joissa eteerisen öljyn massa ja saanto on optimoitu, sekä eteerisen öljyn erottaminen onnistuu luotettavasti ja tehokkaasti. Työn tarkoituksena on vastata seuraaviin kysymyksiin: Mikä on piparminttuöljyn massa ja saanto vesihöyrytislauksella laboratorio-olosuhteissa? Miten kiintoaineen massa, tislusaika, kiintoaine/nestesuhde ja kolvin täyttöaste vaikuttavat saantoon? Onko piparminttuöljyn vesihöyrytislaukusta soveltuva opetusympäristöön?

Kirjallisuusosa

2 Eteeristen öljyjen talteenotto

Ennen talteenottoa piparminttu kuivataan ja hienonnetaan. Tämän jälkeen valitaan kasville tai kasvin osalle sopiva talteenottomenetelmä. Eteeristen öljyjen yleisimpiä talteenottomenetelmiä ovat vesihöyrytislauus, uutto ja kylmäpuristus. Piparminttuöljyn talteenottomenetelmiä on havainnollistettu Kuvassa 1. Eri menetelmät vaikuttavat eteerisen öljyn saantoon, koostumukseen ja laatuun. Eteeristen öljyjen talteenottomenetelmiä kehitetään edelleen, ja tämä voi aiheuttaa sekaannusta terminologiassa. Yksi väittämä on, että jos öljyjen keräämiseen käytetään muuta prosessia kuin tislauusta, kuten mekaanista puristusta, tuotetta ei tulisi kutsua eteeriseksi öljyksi, vaan puristetuksi öljyksi. (Sadgrove & Jones, 2015) Uuttamalla tuotettua öljyä kutsutaan englannin kielessä nimellä absolute (Das, 2020).

Uusia erotus- ja talteenottomenetelmiä tutkitaan jatkuvasti. Näitä menetelmiä pyritään kehittämään siten, että eteeristen öljyjen saanto paranisi, öljyjen laatu säilyisi ja menetelmät kuluttaisivat vähemmän energiaa. Samalla halutaan välttää mahdollisia haittavaikutuksia, kuten öljyjen kemiallisten ominaisuuksien muuttumista. (Ferhat et al. 2007)



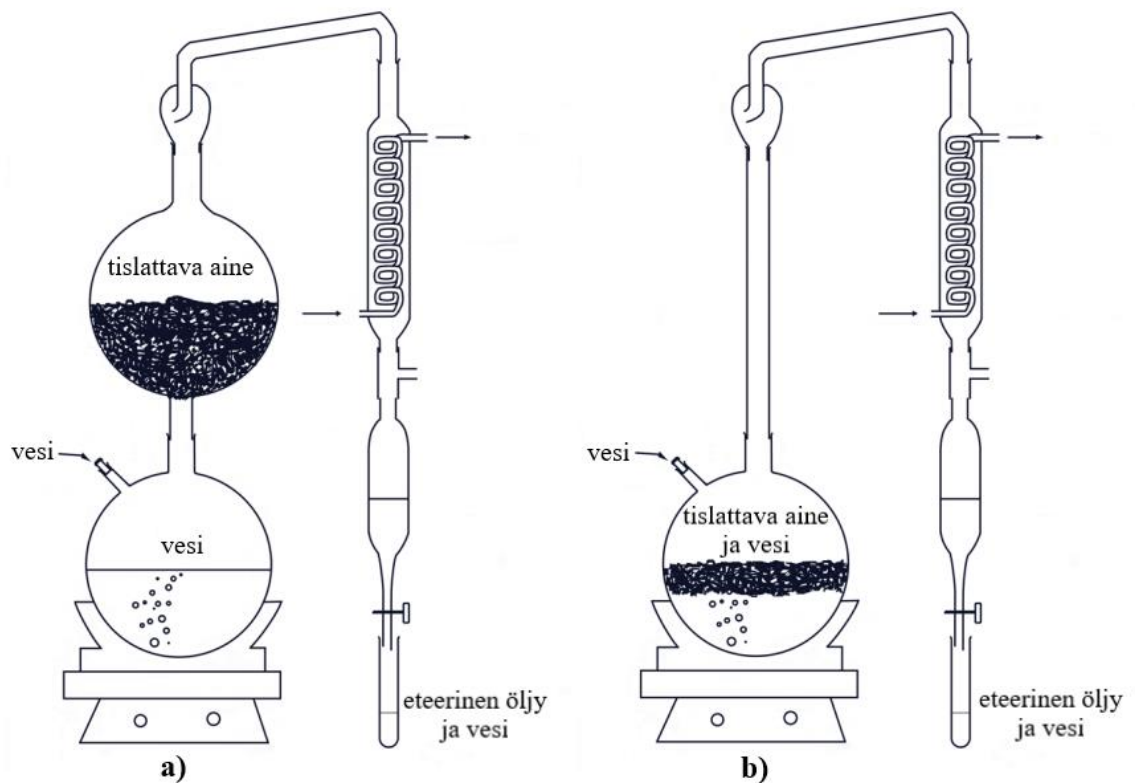
Kuva 1. Piparminttuöljyn talteenoton eri vaiheita.

2.1. Vesihöyrytislaus

Yleisin eteeristen öljyjen talteenottomenetelmä on vesihöyrytislaus. Vesihöyrytislauksen osuus eteeristen öljyjen valmistuksessa on 93 %. Vesihöyrytislauksen avulla voidaan tislata veteen liukenemattomia aineita. Tislusprosessissa tislattava aine altistetaan kiehuvalle vedelle ja/tai vesihöyrylle. Kiehuvan veden ja vesihöyryn aiheuttama lämpö saa kasvin vapauttamaan eteerisiä öljyjä vesihöyryn mukana. Vesihöyry ja sen mukana kulkevat eteeriset öljyt johdetaan jäähdyttimeen, jossa ne tiivistyvät takaisin nestemäiseen muotoon. Nestemäinen eteerinen öljy ja vesi kerätään keräysastiaan. Eteeriset öljyt tyypillisesti

nousevat veden pinnalle, josta ne voidaan helposti kerätä talteen. Kerätyn eteerisen öljyn määrä riippuu tislauksajasta ja tislattun materiaalin tyypistä ja laadusta. (Ferhat et al. 2007)

Englannin kielessä vesihöyrytislauksesta käytetään kahta termiä: steam distillation (SD) ja hydro distillation (HD). Näiden kahden menetelmän ero on se, miten tislattava aine altistetaan vedelle ja vesihöyrylle. SD-menetelmässä vesi on erillisellä astiassa, jota kuumentamalla syntyy vesihöyryä. Vesihöyry sitten johdetaan tislattavaa ainetta sisältävään astiaan. (Kant & Kumar, 2022) HD-menetelmässä tislattava aine ja vesi kuumennetaan samassa astiassa. Tislattava aine on siis kontaktissa sekä veden että vesihöyryn kanssa. (Ferhat et al. 2007) Näiden menetelmien eroja on havainnollistettu Kuvassa 2.



Kuva 2. Vesihöyrytislauksen eroja a) SD-menetelmä, b) HD-menetelmä (Chi & Mak, 2022).

2.2. Kylmäpuristus

Kylmäpuristus on menetelmä, jota käytetään etenkin sitrushedelmien kuorien öljyjen keräämiseen. Sitruksissa eteeriset öljyt sijaitsevat pienissä öljysäkeissä tai rauhasissa hedelmän kuorikerroksessa. Kylmäpuristuksessa sitrushedelmien kuoret puristetaan mekaanisesti, jolloin öljyt saadaan irtoamaan. Prosessissa syntyy vesiemulsio, joka koostuu vedestä ja eteerisesta öljystä. Tämän jälkeen eteerinen öljy erotetaan vedestä sentrifugoinnilla. (Ferhat et al. 2007)

2.3. Uutto

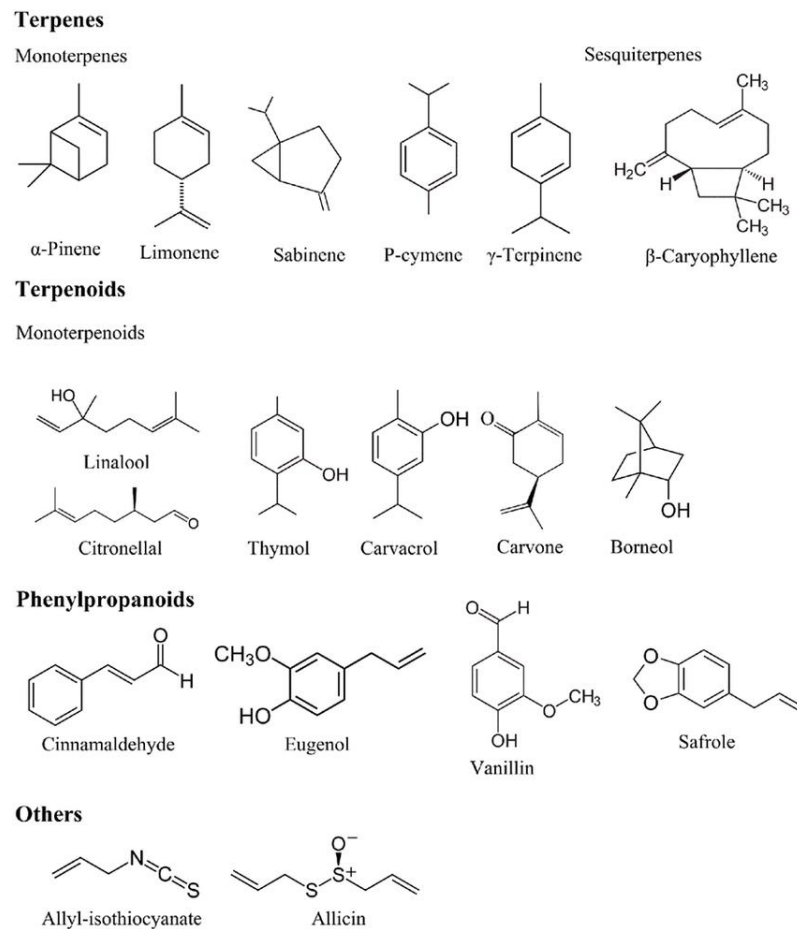
Eteeriset öljyt voidaan ottaa talteen käyttämällä liuottimia kuten petrolieetteriä, metanolia, etanolia tai heksaania. Menetelmää käytetään kun eteeristä öljyä halutaan kasvin osasta, joka ei kestä vesihöyrytislausta tai kylmäpuristusta. Tällaisia herkkiä kasvin osia ovat esimerkiksi kukan terälehdet. Tällä menetelmällä voidaan ottaa talteen esimerkiksi ruusu- ja jasmiiniöljyä. Uutettu öljy on hyvin voimakkaan tuoksuinen. (Das, 2020)

3 Eteeristen öljyjen ominaisuudet

Eteerisiä öljyjä voidaan lajitella ja markkinoida niiden aistittavien ominaisuuksien perusteella. Näiden ominaisuuksien ansiosta eteerisiä öljyjä käytetään laajasti aromaterapiassa. Kasvava määrä tutkimuksia osoittaa, että eteerisillä öljyillä on antioksidanttisia, tulehdusta estäviä, antibakteerisia ja -fungaalisia ominaisuuksia. Näiden ominaisuuksien ansiosta eteerisiä öljyjä pystytään hyödyntämään muun muassa hiustuotteissa, kosmetiikkateollisuudessa, säilöntäaineina ja torjunta-aineina elintarviketeollisuudessa, sekä saippuoissa ja pesuaineissa.

3.1. Kemiallinen koostumus

Eteeriset öljyt koostuvat orgaanisista ja haihtuvista yhdisteistä. Eteeriset öljyt liukenevat alkoholeihin ja eettereihin, mutta eivät liukene veteen. Eteeristen öljyjen komponentit kuuluvat pääosin terpeenien aineryhmään. Terpeenit ovat tyydyttymättömiä hiilivetyjä, joiden molekyylikaava on $(C_5H_8)_n$. Terpeenejä, joiden rakenteessa on hiilen ja vedyn lisäksi muita funktionaalisia ryhmiä, kutsutaan terpenoideiksi. Terpenoidit eli isoprenoidit, ovat suuri ja monipuolinen luokka luonnossa esiintyviä yhdisteitä. Eteeriset öljyt voivat sisältää alkoholeja, eettereitä tai oksideja, aldehydejä, ketoneja, estereitä, amiineja, amideja tai fenoleita. Alkoholit, aldehydit ja ketonit antavat eteerisille öljyille laajan kirjon erilaisia tuoksuja. Eteeristen öljyjen yhdisteille ominaista on syklinen rakenne. Eteeriset öljyt sisältävät myös terpeenien lisäksi muita orgaanisia yhdisteitä, kuten eugenolia, kanelialdehydiä ja safrolia. Kuvassa 3 on esitetty erilaisia eteeristen öljyjen yhdisteiden kemiallisia rakennekaavoja. (Dhifi et al. 2016)



Kuva 3. Eteeristen öljyjen yhdisteiden kemiallisia rakennekaavoja (Hyltdgaard et al. 2012).

Eteeristen öljyjen koostumus vaihtelee paljon. Öljyjen koostumukseen voi vaikuttaa muun muassa kasvin lajike, kasvuympäristö ja kasvin kasvuvaihe. Myös eteerisen öljyn talteenotomenetelmällä on vaikutus öljyn koostumukseen. (Dhifi et al. 2016)

3.2. Aistittavat ominaisuudet

Laventeliöljyn sanotaan olevan tasapainottava ja rauhoittava, sekä lihaksia ja mieltä rentouttava. Laventeliöljyn sanotaan myös auttavan nukahtamisesta. Eukalyptusöljy ja piparminttuöljy ovat virkistäviä ja raikastavia, sekä hengitysteitä avaavia ja flunssan oireita helpottavia. Rosmariiniöljyn sanotaan tuovan virkeyttä muistille ja mielialalle. (Puhdasplus, 2024) Kosmetiikkateollisuudessa tuotteen aistittavia ominaisuuksia on tutkittu suurilta osin vain

kyselylomakkeiden avulla. Aistinvaraisten kosmeettisten testien arvioimiseen ei myöskään ole olemassa virallista menetelmää. Parkin et al. (2019) tutkimuksessa laventelin, piparmintun ja kahvin tuoksujen vaikutusta mitattiin EEG- eli elektroenkefalografiatutkimuksella. Tutkimuksen tulokset osoittivat, että laventelin tuoksulla oli tasapainottava vaikutus. Piparmintulla ja kahvilla oli virkistävä vaikutus. (Park et al. 2019)

3.3. Antioksidanttiset ominaisuudet

Vapaat radikaalit ovat aineenvaihdunnassa muodostuvia reaktioherkkiä sivutuotteita. Vapailla radikaaleilla on keskeinen rooli erilaisten kroonisten sairauksien ja ennenaikaisen ikääntymisen synnyssä ja kehityksessä, pääasiassa lipidiperoksidaation eli rasvojen härskiintymisen kautta. Antioksidantit toimivat estämällä tai hidastamalla kemikaalien hapettumista kehossa. (Chaudhary et al. 2023) Piparminttuöljyllä ja muilla minttulajeilla on osoitettu olevan merkittäviä antioksidanttisia ominaisuuksia (Wu et al. 2019).

Eteeristen öljyjen antioksidanttisia vaikutuksia on tutkittu laajasti, koska niillä on potentiaalisia sovelluksia elintarvike- ja kosmetiikkateollisuudessa. Kuudelle yleiselle eteeriselle öljylle suoritettiin vertaileva tutkimus, jonka tavoitteena oli selvittää niiden antioksidanttisia vaikutuksia. Vertailun kohteena olivat laventeli, piparminttu, rosmariini, sitruuna, greippi ja frankinsensi. Muihin eteerisiin öljyihin verrattuna laventeliöljy oli huomattavasti tehokkaampi rasvojen hapettumista vastaan. Laventeliöljy koostuu pääasiassa linalolista ja linalyylasetaatista. (Yang et al. 2010)

3.4. Tulehdusta ehkäisevät ominaisuudet

Eteerisiä öljyjä, joita on käytetty anti-inflammatorisissa eli tulehdusta ehkäisevissä valmisteissa, ovat esimerkiksi eukalyptus, rosmariini, laventeli, mänty, neilikka ja mirha. Piparminttuöljyllä ja etenkin mentolilla, on useissa tutkimuksissa osoitettu olevan anti-inflammatorisia ominaisuuksia. (Kazemi et al. 2024) Eläintutkimuksessa oraalinen lääkitys

piparminttuöljyllä lievensi rottien akuuttia paksusuolentulehdusta. Syynä pidetään mentolin viilentävää vaikutusta. (Ghasemi-Pirbaluti et al. 2017)

3.5. Antibakteeriset ja -fungaaliset ominaisuudet

Piparminttuöljyllä on osoitettu olevan antibakteerisia ja antifungaalisia vaikutuksia monenlaisia bakteerikantoja, hiivoja ja sieniä vastaan. Kangin et al. (2019) tutkimuksessa piparminttuöljyn antibakteerista vaikutusta tutkittiin *Staphylococcus aureus* -bakteerilla (*S. aureus*). Kyseinen bakteeri on patogeeni, joka voi helposti saastuttaa proteiinipitoisia ruokia, kuten maitoa, lihaa, munia ja kalaa. Piparminttuöljyn yhdisteet rikkovat bakteerien solukalvon, mikä lisää kalvon läpäisevyyttä ja lopulta bakteerit kuolevat.

4 Eteeristen öljyjen käyttökohteita

Eteerisiä öljyjä voidaan käyttää kosmetiikka- ja elintarviketeollisuudessa, sekä hoitomuotona sairauksien oireissa. Useat tutkimukset osoittavat, että, kuten monet eteeriset öljyt, piparminttuöljy soveltuu näihin käyttötarkoituksiin monipuolisten ominaisuuksiensa vuoksi.

4.1. Kosmetiikkateollisuus

Eteeriset öljyt ovat kasvattaneet suosiota hiusten kasvun edistämisessä. Eteeriset öljyt ovat olleet etenkin afrikkalaisissa kulttuureissa keskeisessä osassa hiustenhoitoa ja kasvua. Useat tutkimukset ovat osoittaneet eteeristen öljyjen kliinisen tehon ja hiusten kasvun edistämisen. Tällaisia eteerisiä öljyjä ovat muun muassa rosmariiniöljy, piparminttuöljy, laventeliöljy ja teepuuöljy. (Dinkins et al. 2023) Mentolia sisältävällä piparminttuöljyllä on verisuonia laajentavia vaikutuksia. Hiirillä suoritetussa tutkimuksessa 3 % piparminttuöljyn havaittiin edistävän hiirten karvan kasvua huomattavasti. Piparminttuöljyä voitaisiin käyttää ihmisillä terapeuttisena tai ehkäisevänä vaihtoehtoisena lääkkeenä hiustenlähtöön. (Oh et al. 2014) Zhaon et al. (2022) tutkimuksessa havaittiin, että piparminttuöljyn transdermaalinen eli ihon kautta annettu lääkitys paransi merkittävästi psoriaasin oireita hiirillä. Ihon kutina ja punoitus laskivat, sekä ihon kimmoisuus ja melaniinitaso paranivat.

Satunnaistetussa kontrolloidussa ihmistutkimuksessa selvitettiin rosmariiniöljyn, sekä hiustenkasvua stimuloivan ja hiustenlähtöä hidastavan lääkkeen minoksidiilin kliinistä tehoa hiustenlähdön hoitoon miehillä. Molemmissa ryhmissä hiusten määrä oli lisääntynyt merkittävästi kuuden kuukauden kuluttua verrattuna lähtötilanteeseen. Kuitenkin minoksidiilin ryhmässä päänahan kutina oli yleisempää. (Panahi et al. 2015)

Eteerisiä öljyjä käytetään kosmetiikkateollisuudessa myös paljon tuoksujen ja hajuvesien valmistuksessa. Kukan terälehdistä valmistetut eteeriset öljyt, kuten ruusu- ja jasmiiniöljy, ovat paljon käytettyjä tuoksuissa ja hajuvesissä. (Das, 2020) Myös sitrushedelmien eteeriset

öljyt ovat suosittuja tuoksuja ja niitä käytetään laajasti myös saippuoiden ja pesuaineiden hajusteina

4.2. Elintarviketeollisuus

Elintarviketeollisuudessa eteerisiä öljyjä on laajalti käytetty makuaineina elintarvikkeissa. Piparminttuöljyä käytetään myös joissakin hammastahnoissa ja suuvesissä makuaineina. (Wu et al. 2019) Elintarvikkeissa eteerisiä öljyjä käytetään esimerkiksi makeisten, maitotuotteiden, virvoitusjuomien ja alkoholijuomien, kuten liköörien makuaineina. Yleisimmät elintarvikkeissa käytetyt eteeriset öljyt ovat sitrushedelmien öljyt (appelsiini, sitruuna, lime, greippi, mandariini), mintut (piparminttu ja viherminttu), korianteri, neilikka, anis, basilika, inkivääri, kaneli ja rosmariini. (Tsitlakidou et al. 2023)

4.3. Aromaterapia

Eteeristen öljyjen yleinen käyttökohde on aromaterapia. Suosittuja eteerisiä öljyjä aromaterapiaan ovat muun muassa teepuu, kaneli, neilikka, eukalyptus, timjami, rosmariini, laventeli ja mänty. Aromaterapiaa voidaan käyttää stressin lieventämiseen ja rentoutumiseen. Eteerisiä öljyjä voidaan käyttää aromaterapiassa kylvyssä, hengittämällä tai hieronnan avulla. Satunnaistetun vertailukokeen mukaan eteeristen öljyjen käyttö aromaterapiassa alensi koettua stressiä ja masennusta, sekä paransi unen laatua. Aromaterapian ei kuitenkaan todettu vaikuttavan fysiologisiin parametreihin, kuten stressi-indeksiin tai immuunitilaan. (Lee et al. 2017) Efe Ertürkin & Tascin (2021) tutkimuksessa aromaterapiaa käytettiin kemoterapiahoidoissa käyvillä potilailla. Tutkimuksessa arvioitiin piparminttuöljyn vaikutusta syöpäpotilaiden pahoinvointiin ja oksenteluun hoitojen aikana. Tippa piparminttuöljyä ylähuulen ja nenän väliin kolme kertaa päivässä kemoterapian jälkeen vähensi potilaiden pahoinvointia, oksentelua ja ahdistusta.

Kokeellinen osa

5 Materiaalit ja menetelmät

Työn kokeellisessa osassa piparminttuöljyn talteenottoa tutkittiin vesihöyrytislauksella. Työn tarkoituksena oli tutkia, miten tislauksen eri olosuhteet vaikuttivat tislatus piparminttuöljyn massaan ja saantoon. Vesihöyrytislauksen muuttujat työssä olivat kuivan kiintoaineen eli piparmintun massa (m_{ka}), tislausaika (t_{min}) ja kiintoaine/nestesuhde. Työssä tutkittiin myös, miten tislauskolvin täyttöaste vaikutti seoksen ylikiehumiseen. Työtä voidaan soveltaa ja hyödyntää esimerkiksi orgaanisen kemian laboratoriotyökurssilla. Työn tavoitteena on löytää sopivat olosuhteet, joissa eteerisen öljyn erottaminen onnistuu luotettavasti ja tehokkaasti niin, että työ voidaan suorittaa toistettavasti.

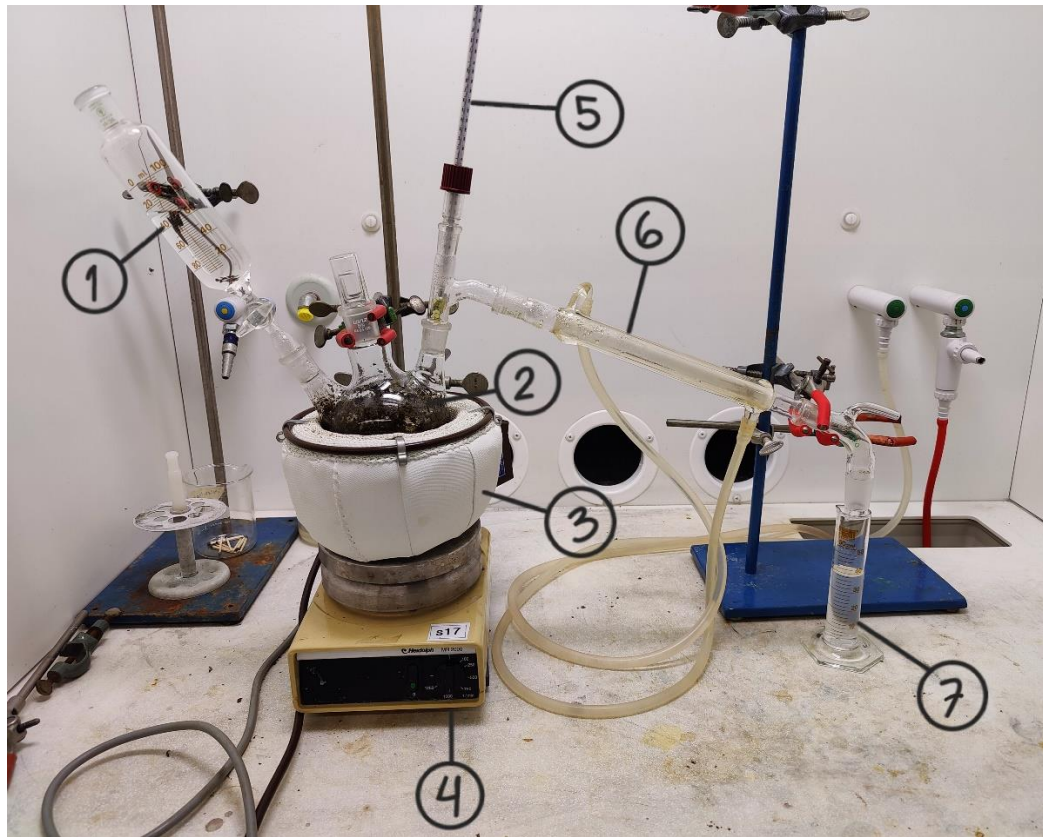
5.1. Käytetty materiaali ja laitteisto

Tässä työssä käytetty 100 % piparminttu oli valmiiksi kuivattu ja hienonnettu. Piparminttu oli Nordic Horsen valmistama hevosille tarkoitettu täydennysrehu. Kuivattujen lehtien lisäksi valmiste sisälsi piparmintun varsia. Piparmintun koostumus on esitetty Kuvassa 4.



Kuva 4. Työssä käytetyn piparmintun koostumus.

Koska tislattavan kiintoaineen määrä oli pieni, laitteistoksi valittiin perinteinen tisluslaitteisto. Tislauskolvina ($V=500$ mL) käytettiin monikaulaista kolvia, jonka yhteen kaulaan laitettiin tiputussuppilo. Tiputussuppilon avulla pystyttiin korvaamaan kolvista poistunut vesi. Työssä käytetty laitteisto on esitetty Kuvassa 5.



Kuva 5. Työssä käytetty tisluslaitteisto. 1 tiputussuppilo, 2 tislaukolvi, 3 lämmitys-
haude, 4 magneettisekoitin, 5 lämpömittari, 6 jäädytyn, 7 keräysastia.

Tislaukolviin lisättiin sauvamagneetti, jotta piparminttu ei palaisi tislaukolvin pohjaan. Punnittu kuiva piparminttu ja 300 mL puhdasta vettä lisättiin tislaukolviin. Yhdessä kokeessa vettä lisättiin 400 mL. Kuivan piparmintun massat olivat 25 g, 40 g ja 55 g. Linnunpesälämmitin oli täyden tehon asetuksella (max), kunnes vesi saatiin kiehumään. Tämän jälkeen lämmitystä laskettiin (min), jotta vesi ei kiehuisi jäädyttimeen. Tislauksen aikana kolvista poistunut vesi korvattiin tiputussuppilosta aina kun keräysastiaan oli keräytynyt noin 20 mL tislettä. Tarvittaessa seosta sekoitettiin, kun piparminttu oli turvonnut. Cannonin et al. (2013) mukaan parhaat piparminttuöljyn saannot saadaan, kun tislusaika on 40–160 minuuttia. Tässä työssä tislusajoiksi valittiin 60, 90 ja 120 minuuttia. Tislauksia suoritettiin 10 kappaletta, joista yksi mittaus suoritettiin sarjassa. Piparminttuöljyn massa siis punnittiin 60, 90 ja 120 minuutin kohdalla samassa tislauksessa. Muissa kokeissa punnitus suoritettiin kerran kokeen lopussa.

Tislauksen päätyttyä saatu tisle siirrettiin erotussuppiloon. Erotussuppiloon lisättiin noin 5 mL dikloorimetaania, jonka avulla eteerinen öljy saatiin erotettua tisleestä uuttamalla. Keräysastiaan lisättiin myös noin 5 mL dikloorimetaania, jotta astian seinille jäänyt eteerinen öljy saatiin irrotettua mahdollisimman hyvin. Tämä seos lisättiin myös erotussuppiloon tisleen joukkoon. Erotussuppiloa ravisteltiin hetki, jonka jälkeen faasien annettiin tasaantua. Kun selvä faasiraja havaittiin, pohjalle vajonnut liuotinfraasi valutettiin suppilosta haihdutusmaljaan. Haihdutusmalja laitettiin 60 C° uuniin noin 10–15 minuutiksi, jotta liuotin saatiin haihdutettua. Jäljelle jäänyt eteerinen öljy punnittiin ja varmistettiin piparminttuöljyksi IR-spektrometrillä. Kokeessa, jossa mittauksia tehtiin 3 yhdestä tislauskerrasta, liuottimen haihdutus ja eteerisen öljyn punnitus suoritettiin samalla tavalla. 60 minuutin tislausajan jälkeen haihdutuksesta saatu eteerinen öljy punnittiin ensin ja sen jälkeen samaan haihdutusmaljaan lisättiin 90 minuutin jälkeen saatu eteerisen öljyn ja liuottimen seos.

Tislatun eteerisen öljyn ja käytetyn kiintoaineen massasta voidaan laskea saantoprosentti yhtälöllä (1).

$$saanto - \% = \frac{m_{öljy}}{m_{ka}} * 100\% \quad (1)$$

jossa	$m_{öljy}$	eteerisen öljyn massa	[g]
	m_{ka}	kiintoaineen massa	[g]

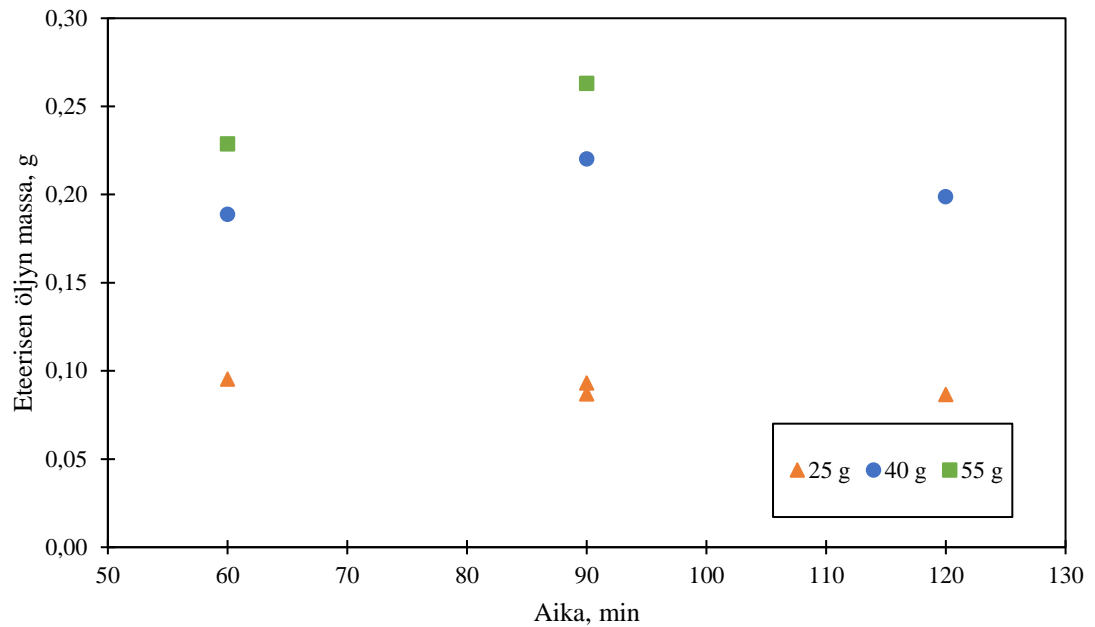
6 Tulokset ja niiden tarkastelu

Tislatun eeerisen öljyn saantoprosentti laskettiin eeerisen öljyn massan $m_{öljy}$ ja kiintoaineen eli kuivan piparmintun massan m_{ka} avulla yhtälöllä (1). Tulokset on esitetty Taulukossa 1.

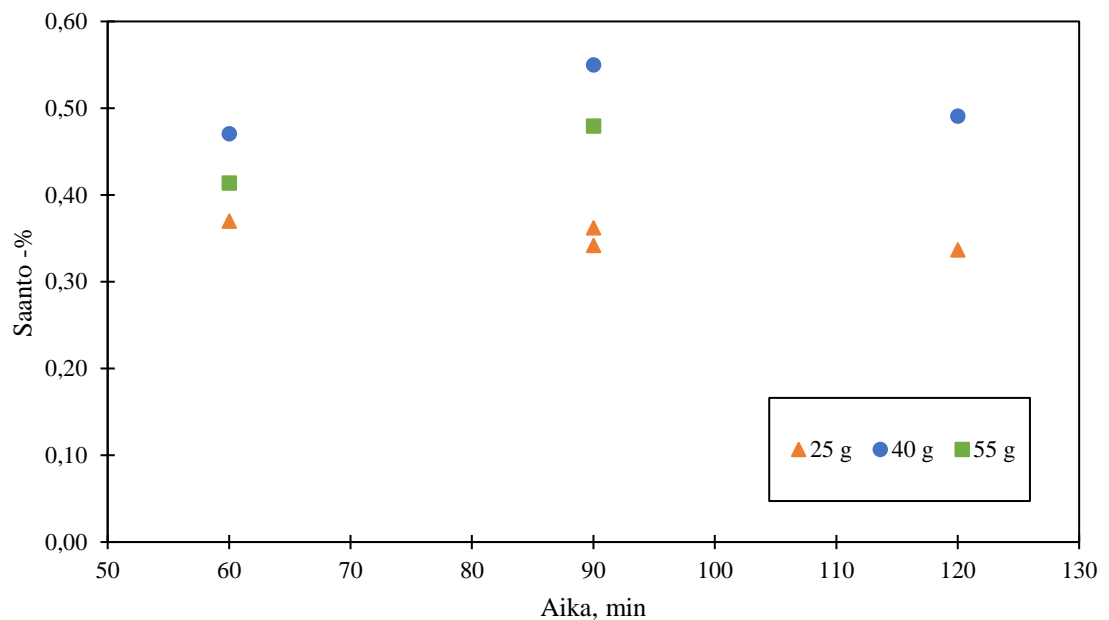
Taulukko 1 Tislauskoikeista saatujen eeeristen öljyjen massat $m_{öljy}$ ja saantoprosentit eri kiintoaineiden massoista m_{ka} ja tislusajoista t .

m_{ka} (g)	Koe	t (min)	$m_{öljy}$ (g)	saanto -%
25	1.1	60	0,10	0,37
	1.2	90	0,09	0,36
	1.3	120	0,09	0,34
	2	90	0,09	0,34
40	3	60	0,19	0,47
	4	90	0,22	0,55
	5	120	0,20	0,49
55	6	60	0,23	0,41
	7	90	0,26	0,48

Kokeiden 1.1, 1.2 ja 1.3 mittaukset suoritettiin samasta tisluskerrasta eri ajanhetkinä. Muiden kokeiden mittaukset on suoritettu tislauksen päätyttyä. Koe, jossa vettä lisättiin 400 mL on jätetty pois taulukosta ja kuvista, koska se kiehui yli ja koe keskeytettiin. Tulokset on havainnollistettu Kuvissa 6 ja 7.



Kuva 6. Eteerisen öljyn massa piparmintun vesihöyrytislauksessa. Tislaus tehty laboratorio-olosuhteissa 500 mL pyörökolvissa. Nesteen määrä 300 mL, kuiva-ainesten massat 25 g, 40 g ja 55 g.



Kuva 7. Eteerisen öljyn saanto piparmintun vesihöyrytislauksessa. Tislaus tehty laboratorio-olosuhteissa 500 mL pyörökolvissa. Nesteen määrä 300 mL, kuiva-ainesten massat 25 g, 40 g ja 55 g.

Kuvasta 6 nähdään, että suurin eteerisen öljyn massa saadaan suurimmasta kiintoaineen massasta ($m_{ka} = 55$ g), kun tislusaika t on 90 minuuttia. Pienin eteerisen öljyn massa saatiin, kun kiintoaineen massa oli 25 g ja tislusaika oli 120 minuuttia. Tislusajan kasvaessa ($t = 120$ min) huomataan, että eteerisen öljyn massa pienenee jokaisessa kiintoaineen massassa.

Sama huomataan kokeessa 1. Tislausta jatkettaessa pienellä eteerisen öljyn määrällä, eteerisen öljyn massa pienenee. Kokeessa 1 massan pieneneminen lisäksi myös tislusaikojen 60 ja 90 minuutin välillä voi johtua siitä, että eteerisen öljyn ja liuottimen seos on ollut uunissa enemmän. Tästä voidaan päätellä, että myös eteeristä öljyä haihtuu liuotinta haihduttaessa. Samalla siis myös saantoprosentti pienenee.

Kuvasta 7 nähdään, että suurin saantoprosentti 0,55 % saadaan, kun kiintoaineen massa on 40 g ja tislusaika t on 90 minuuttia. Syy tähän voi olla kiintoaine/nestesuhteessa. Kiintoaine/nestesuhteet on esitetty Taulukossa 2. Pienin saantoprosentti saadaan, kun kiintoaineen massa on 25 g ja tislusaika on 120 minuuttia.

Taulukko 2 Vesihöyrytislauksessa käytetyt kiintoaine/nestesuhteet.

m_{ka} (g)	V_{vesi} (mL)	Kiintoaine/nestesuhde
25	300	1:12
40	300	1:7,5
40	400	1:10
55	300	1:5,45

Kiintoaine/nestesuhteen ollessa 1:5,45 piparmintun ja veden seos oli melko paksua. Kun kuiva piparminttu turposi, pinnalle muodostui kerros. Kun seosta sekoitti, se tasaantui hetkeksi, mutta yleensä kerros muodostui uudestaan. Kiintoaine/nestesuhteen ollessa 1:7,5 ja 1:12 samaa ongelmaa ei ollut. Seos pysyi tasaisena koko tislauksen ajan ja piparmintulla oli tilaa liikkua vedessä.

Paksummassa kiintoaine/nestesuhteessa ei ollut vaaraa, että vesi kiehuisi jäähdyttimeen. Pinnalla oleva kerros esti vettä nousemasta liian korkealle. Tällä tavalla pienessä tislauskolvissa pystyttiin tislaamaan suurempi määrä piparminttua. Pienemmissä kiintoaine/nestesuh-teissa (1:12 ja 1:10) vedellä oli tilaa kuplia. Tällöin tislauskolvin täyttöasteen täytyi olla pie-nempi, jotta vesi ei kiehuisi jäähdyttimeen. Sopiva täyttöaste kiintoainenesuhteen ollessa 1:12 oli noin 2:3. Tapauksessa, jossa kiintoaine/nestesuhde oli 1:10 ja täyttöaste oli suu-rempi, vesi kiehui jäähdyttimeen ja koe keskeytettiin.

Työssä haluttiin tutkia kokeiden toistettavuutta. Kuvista 6 ja 7 nähdään, että tulokset ovat yhdenmukaisia. Työssä suoritettiin myös yksi rinnakkaiskoe tislausajan t ollessa 90 minuut-tia ja kiintoaineen massan m_{ka} ollessa 25 g. Rinnakkaiskokeiden tulokset ovat lähellä toisi-aan, joten kokeen voidaan sanoa olevan toistettava.

7 Johtopäätökset

Työn tavoitteena oli perehtyä eteeristen öljyjen talteenottomenetelmiin, ominaisuuksiin ja käyttökohteisiin. Työn kokeellisessa osassa piparmintun eteerisen öljyn vesihöyrytislausta tutkittiin laboratorio-olosuhteissa. Työn tarkoituksena oli löytää olosuhteet, joissa eteerisen öljyn massa ja saanto on optimoitu, sekä eteerisen öljyn erottaminen onnistuu luotettavasti ja tehokkaasti. Kokeissa tutkittiin miten kiintoaineen massa, tislusaika, kiintoaine/nestesuhde ja kolvin täyttöaste vaikuttivat eteerisen öljyn saantoon, ja tavoitteena oli saada selville, onko piparminttuöljyn vesihöyrytislauksoveltuva opetusympäristöön.

Tutkittavat kiintoaineen massat olivat 25 g, 40 g ja 55 g. Tislauskolvin tilavuus oli 500 mL ja tislauksissa käytetyt veden tilavuudet olivat 300 mL ja 400 mL. Suurin eteerisen öljyn massa saatiin, kun kiintoaineen massa m_{ka} oli 55 g ja tislusaika t oli 90 minuuttia ja pienin massa saatiin, kun kiintoaineen massa oli 25 g ja tislusaika oli 120 minuuttia. Eteerisen öljyn määrät kokeissa ovat hyvin pieniä ja helposti haihtuvia, sekä massa pienenee tislauksen kasvaessa jokaisessa kiintoaineen massassa. Tästä voidaan päätellä, että öljyä ehtii haihtua jo tislauksen aikana. Pieniä piparmintun määriä tislatessa onkin siis hyvä käyttää tislauksen aikana 60–90 minuuttia. Tislausajalla ei pitäisi olla vaikutusta piparminttuöljyn kemiallisiin ainesosiin. Cannonin et al. (2013) mukaan mentolin ja mentonin pitoisuus piparminttuöljyssä pysyy samana tislauksajasta riippumatta, kun tislusaika oli 1,25–160 minuuttia.

Suurin piparminttuöljyn saantoprosentti 0,55 % saatiin, kun kiintoaineen massa oli 40 g ja tislusaika t oli 90 minuuttia ja pienin saantoprosentti saatiin, kun kiintoaineen massa oli 25 g ja tislusaika oli 120 minuuttia. Syy siihen, miksi 90 minuutin tislauksajalla 40 g kiintoaineesta saatiin parempi saantoprosentti kuin 55 g kiintoaineesta, voi olla kiintoaine/nestesuhde. Saantoprosentin ollessa 0,55 % ($m_{ka} = 40$ g) kiintoaine/nestesuhde oli 1:7,5 ja saantoprosentin ollessa 0,48 % ($m_{ka} = 55$ g) kiintoaine/nestesuhde oli 1:5,45. Jälkimmäisessä seos oli huomattavasti paksumpaa ja seoksen pinnalle muodostui kerros turvonneesta piparmintusta. Jos vesihöyry ei ole päässyt kunnolla kerroksen läpi, tislettä ei ole kertynyt yhtä paljon.

Toisaalta paksummassa kiintoaine/nestesuhteessa ei ollut vaaraa, että vesi kiehuisi jäähdyttimeen. Tällä tavalla pienessä tislauskolvissa pystyttiin tislaamaan suurempi määrä piparminttua ja täyttöaste voi olla suurempi kuin 2:3. Täyttöasteen ei kuitenkaan tule olla niin suuri, että seos yltää kolvin jäähdyttimen kaulaan. Koska pienemmissä kiintoaine/nestesuhteissa vedellä oli tilaa kuplia, tislauskolvin täyttöasteen täytyy olla pienempi, jotta vesi ei kiehu jäähdyttimeen. Sopiva täyttöaste kiintoainenesuhteen ollessa 1:12 oli noin 2:3.

Jos kokeen tuloksia halutaan hyödyntää opetusympäristössä, veden kiehumisen vaara jäähdyttimeen voi olla ongelma. Tällöin nestesuhteen tulisi olla 1:7,5 tai suurempi. Täyttöaste on myös hyvä olla korkeintaan 2:3. Näyte olisi hyvä analysoida kokeen jälkeen sen puhtauden analysointia varten. Jos näytteen analysointiin käytetään IR-spektrometriä, pieni määrä eteeristä öljyä riittää. 0,2 g piparminttuöljyä riittää analysointiin hyvin. Näiden kriteerien perusteella parhaat olosuhteet 500 mL:n tislauskolvissa ovat kokeessa 4.

Lähteet

Cannon, J.B. & Cantrell, C.L. & Astatkie, T. & Zheljazkov, V.D. 2013. Modification of yield and composition of essential oils by distillation time. Elsevier BV.

Chaudhary, P. & Janmeda, P. & Docea, A.O. & Yeskaliyeva, B. & Abdull Razis, A.F. & Modu, B. & Calina, D. & Sharifi-Rad, J. 2023. Oxidative stress, free radicals and antioxidants: potential crosstalk in the pathophysiology of human diseases. Frontiers Media SA.

Chi, W. & Mak, K. 2022. Comparisons between the Hydro Distillation and the Steam Distillation in the Extraction of Volatile Compounds from and the Anti-oxidative Activity of *Prunella Vulgaris*. Cold Spring Harbor Laboratory.

Chumpitazi, B.P. & Kearns, G.L. & Shulman, R.J. 2018. Review article: the physiological effects and safety of peppermint oil and its efficacy in irritable bowel syndrome and other functional disorders. *Alimentary Pharmacology & Therapeutics*. Vol. 47. No. 6. pp. 738-752.

Das, K. 2020. *Essential Oils And Their Applications*. New India Publishing Agency (NIPA).

Desam, N.R. & Al-Rajab, A.J. & Sharma, M. & Mylabathula, M.M. & Gowkanapalli, R.R. & Albratty, M. 2017. Chemical constituents, in vitro antibacterial and antifungal activity of *Mentha×Piperita* L. (peppermint) essential oils. Elsevier BV.

Dhifi, W. & Bellili, S. & Jazi, S. & Bahloul, N. & Mnif, W. 2016. Essential Oils' Chemical Characterization and Investigation of Some Biological Activities: A Critical Review. MDPI AG.

Dinkins, J. & Iwuala, C. & Akintilo, L. & Ugonabo, N. & Shapiro, J. & Sicco, K.L. & Adotama, P. 2023. Commonly used hair oils in the Black community: a narrative review in their use to treat androgenetic alopecia. *International journal of dermatology*. Vol. 62. No. 8. pp. 980-985.

Efe Ertürk, N. & Tasci, S. 2021. The Effects of Peppermint Oil on Nausea, Vomiting and Retching in Cancer Patients Undergoing Chemotherapy: An Open Label Quasi–Randomized Controlled Pilot Study. *Complementary therapies in medicine*. Vol. 56.

Ferhat, M.A. & Meklati, B.Y. & Chemat, F. 2007. Comparison of different isolation methods of essential oil from Citrus fruits: cold pressing, hydrodistillation and microwave 'dry' distillation.

Ghasemi-Pirbaluti, M. & Motaghi, E. & Bozorgi, H. 2017. The effect of menthol on acute experimental colitis in rats. *European journal of pharmacology*. Vol. 805. pp. 101-107.

Hyldgaard, M. & Mygind, T. & Meyer, R. 2012. Essential Oils in Food Preservation: Mode of Action, Synergies, and Interactions with Food Matrix Components. *Frontiers in microbiology*.

Kang, J. & Jin, W. & Wang, J. & Sun, Y. & Wu, X. & Liu, L. 2019. Antibacterial and anti-biofilm activities of peppermint essential oil against *Staphylococcus aureus*. *Food science & technology*. Vol. 101. pp. 639-645.

Kant, R. & Kumar, A. 2022. Process optimization of conventional steam distillation system for peppermint oil extraction. Informa UK Limited.

Kazemi, A. & Iraj, A. & Esmaealzadeh, N. & Salehi, M. & Hashempur, M.H. 2024. Peppermint and menthol: a review on their biochemistry, pharmacological activities, clinical applications, and safety considerations. *Critical reviews in food science and nutrition*. pp. 1-26.

Lee, M. & Lim, S. & Song, J. & Kim, M. & Hur, M. 2017. The effects of aromatherapy essential oil inhalation on stress, sleep quality and immunity in healthy adults: Randomized controlled trial. *European journal of integrative medicine*. Vol. 12. pp. 79-86.

Oh, J.Y. & Park, M.A. & Kim, Y.C. 2014. Peppermint Oil Promotes Hair Growth without Toxic Signs. *Toxicological research (Seoul)*. Vol. 30. No. 4. pp. 297-304.

Panahi, Y. & Taghizadeh, M. & Marzony, E.T. & Sahebkar, A. 2015. Rosemary oil vs minoxidil 2% for the treatment of androgenetic alopecia: a randomized comparative trial. *Skinmed*. Vol. 13. No. 1. pp. 15-21.

Park, K.H. & Kim, H.J. & Oh, B. & Seo, M. & Lee, E. & Ha, J. 2019. Evaluation of human electroencephalogram change for sensory effects of fragrance. *Skin research and technology*. Vol. 25. No. 4. pp. 526-531.

Puhdasplus (2024) Eteeriset öljyt. Saatavilla: <https://puhdasplus.fi/collections/eteeriset-oljyt>. [Viitattu: 2.3.2024]

Sadgrove, N. & Jones, G. 2015. *A Contemporary Introduction to Essential Oils: Chemistry, Bioactivity and Prospects for Australian Agriculture*. MDPI AG.

Tsitlakidou, P. & Tasopoulos, N. & Chatzopoulou, P. & Mourtzinos, I. 2023. Current status, technology, regulation and future perspectives of essential oils usage in the food and drink industry. *Journal of the science of food and agriculture*. *J Sci Food Agric*. Vol. 103. No. 14. pp. 6727-6751.

Wu, Z. & Tan, B. & Liu, Y. & Dunn, J. & Martorell Guerola, P. & Tortajada, M. & Cao, Z. & Ji, P. 2019. Chemical Composition and Antioxidant Properties of Essential Oils from Peppermint, Native Spearmint and Scotch Spearmint. MDPI AG.

Yang, S. & Jeon, S. & Lee, E. & Shim, C. & Lee, I. 2010. Comparative study of the chemical composition and antioxidant activity of six essential oils and their components. *Natural product research*. Vol. 24.

Zhao, H. & Ren, S. & Yang, H. & Tang, S. & Guo, C. & Liu, M. & Tao, Q. & Ming, T. & Xu, H. 2022. Peppermint essential oil: its phytochemistry, biological activity, pharmacological effect and application. *Biomedicine & pharmacotherapy*. Vol. 154.

Liitteet

LIITE I Piparminttuöljyn kemialliset ainesosat (1 sivu)

Liite I – Piparminttuöljyn kemialliset ainesosat

RI	Chemical Constituents	% of Constituent
980	β -pinene	2.08
993	β -myrcene	1.22
1031	β -Phellandrene	1.52
1025	1,8 -cineole	5.13
1083	Terpinolene	2.02
1149	Menthol	36.02
1127	Menthone	24.56
1156	Menthofuran	6.88
1294	Menthyl acetate	8.95
1082	Linalool	0.39
1212	Pulegone	1.35
1220	Trans-carveol	1.69
1203	Cis-carveol	3.49
1645	Cubenol	0.56
1576	Spathulenol	0.10
1392	Eugenol	0.30
1632	τ -cadinol	0.12
1254	Carvone	2.30
1373	β - elemene	1.30
	Total	99.98

Kuva 1. Lista piparminttuöljyn kemiallisista ainesosista. (Desam et al. 2017)