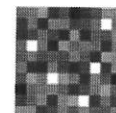




Fondo europeo agricolo
per lo sviluppo rurale:
l'Europa investe nelle zone rurali



Assessorato Agricoltura



PSR14-20
Campania

Tipologia di intervento Misura 16.1. Azione 2

"Sostegno per costituzione e funzionamento dei GO del PEI in materia di produttività e sostenibilità dell'agricoltura"

PROGETTO VALORI



Valorizzazione di specie orticole ed aromatico/ officinali proprie della biodiversità campana destinate alla produzione di nuovi alimenti e spezie ad alto valore attraverso nuove tecnologie di processo

Relazione sullo svolgimento delle attività del secondo anno 2020/2021

Il progetto “Valori - Valorizzazione di specie orticole ed aromatico-officinali proprie della biodiversità campana destinate alla produzione di nuovi alimenti e spezie ad alto valore attraverso nuove tecnologie di processo” ha avuto inizio il 24 settembre 2019.

Nel corso del secondo anno di attività da un lato sono state approfondite le tematiche relative alle rese quali-quantitative delle specie già oggetto di studio nel primo anno di attività, d'altra parte si è cominciata la domesticazione di nuove specie appartenenti alla flora spontanea. Inoltre, nonostante le criticità relative alla pandemia da Covid-SARS in atto, si è finalmente conclusa la realizzazione del prototipo previsto dal progetto.

Relativamente al WP 1 “Censimento del patrimonio di biodiversità campana, per l'identificazione di orticole e aromatiche da destinare alla trasformazione; scelta di nuove specie e loro domesticazione”, nel corso del secondo anno di attività si è posta l'attenzione su alcune specie del genere *Allium*, su una accessione di *Salvia officinalis*, caratterizzata dall'assenza di fioritura, e su *Portulca oleracea*.

Genere *Allium*:

Ai fini della domesticazione, da popolazioni spontanee sono stati raccolti:

- Piante e bulbi di *Allium urisnum*, prelevati in due stagioni distinte nella faggeta di Lago Laceno.

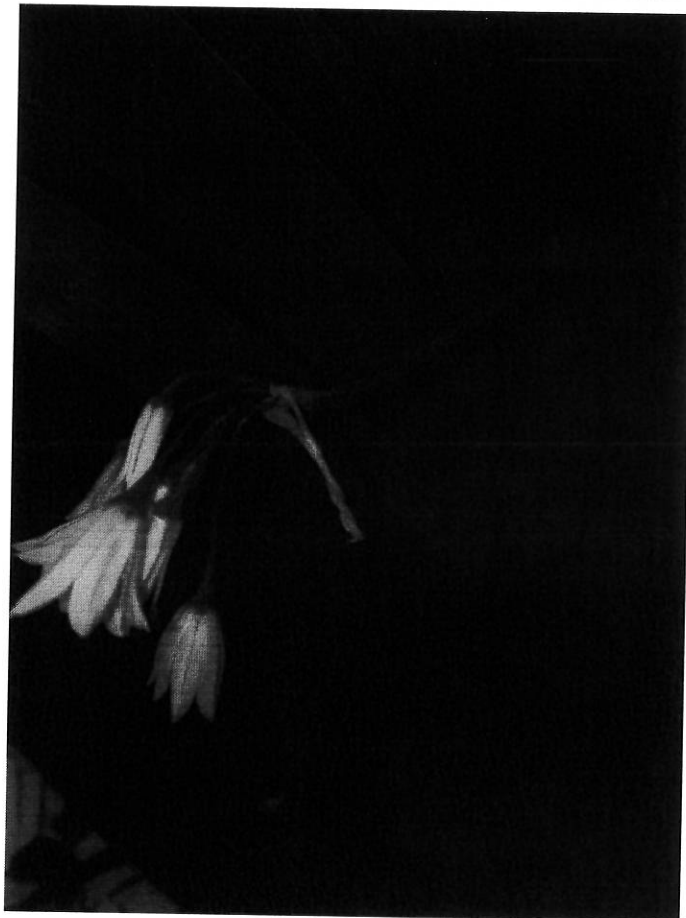


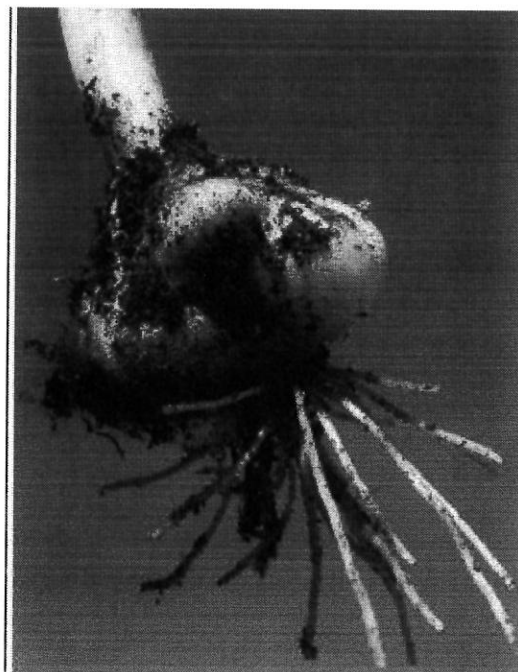


Sia le piante intere che i bulbi sono attualmente in coltivazione presso il partner Caselle e presso l'Azienda Improsta.

Dato che si tratta di specie a vegetazione primaverile le attività relative alle analisi fitochimiche e biologiche sono previste per la prossima annualità.

- Piante e bulbi di *Allium triquetrum*, prelavati da una vegetazione spontanea del comune di Minori.





I bulbi sono in fase di domesticazione presso il partner Caselle e presso l'Azienda Improsta.

Trattandosi di specie a vegetazione primaverile, le analisi fitochimiche e di attività biologica sono previste nella prossima primavera.

Bulbi di *Allium neapolitanum*, prelevati da una popolazione spontanea del comune di Fisciano.



I bulbi sono in fase di domesticazione presso il partner Caselle e presso l'Azienda Improsta. Trattandosi di specie a vegetazione primaverile, le analisi fitochimiche e di attività biologica sono previste nella prossima primavera.

Il consulente agronomico dell'Azienda Caselle, dr. Antonio Pignataro, ha collaborato nella selezione delle specie autoctone spontanee e nel relativo studio delle tecniche di propagazione. Successivamente si è provveduto alla domesticazione delle specie selezionate con tecniche applicabili sotto serra, in pieno campo e in agricoltura intensiva. Nella fase vivaistica, sono stati individuati i protocolli più adeguati per la replicazione delle specie di interesse. Successivamente sono stati realizzati dei campi sperimentali sotto serra comparando varie prove di coltivazione adottando diverse pratiche agronomiche. Il fine è stato quello di ottimizzare i flussi e rendere riproducibile su scala aziendale i protocolli di coltivazione ottenuti e al tempo stesso cercando di ridurre l'usi di fitofarmaci.

Sono state svolte attività per un totale di 45 giornate.

Il consulente per attività di trasformazione ha collaborato con il partner Unisa nella realizzazione del WP1, in particolare nella selezione e raccolta delle specie spontanee della Regione Campania. Successivamente in sinergia con il consulente agronomico sono state definite e implementate le adeguate pratiche agronomiche mirate a ottimizzare il potenziale aromatico e fitochimico delle specie selezionate.

E' stata inoltre intrapresa la conservazione in olio dei culmi di *Allium ampeloprasum*, da una popolazione precedentemente allocata presso il partner Caselle.

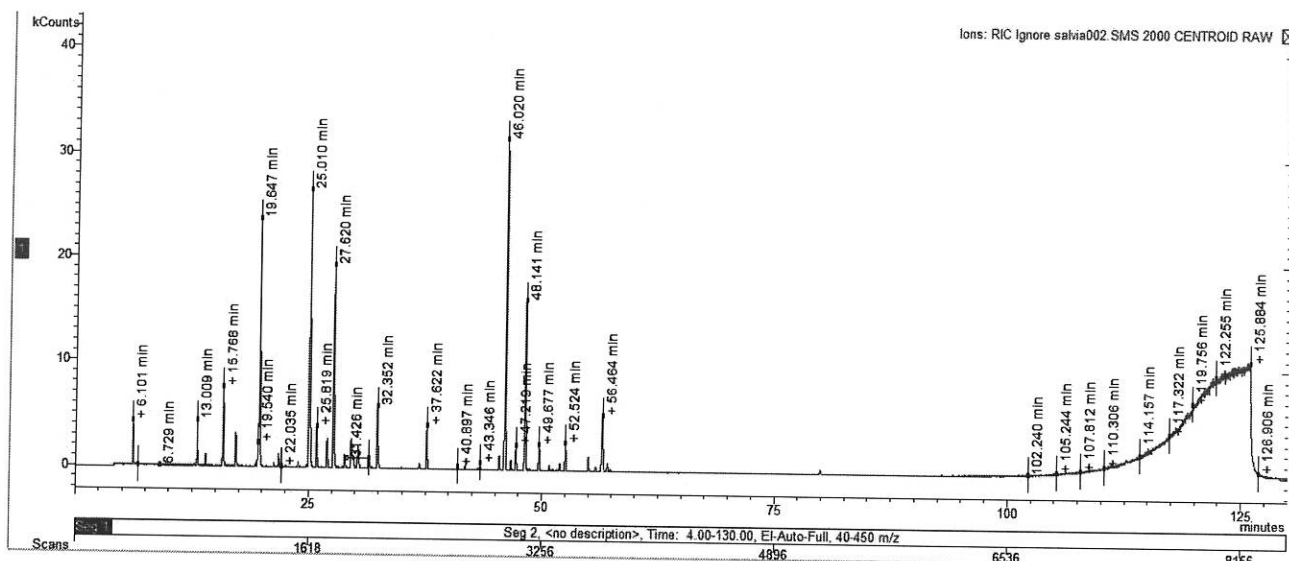


Questa attività è propedeutica agli obiettivi del WP2, in quanto per le innovazioni di prodotto sono previste analisi che valorizzino le specie oggetto dello studio in base al loro profilo nutrizionale e/o nutraceutico.

A completamento delle attività previste dal WP1 è stata selezionata una varietà orticola di *Salvia officinalis*, particolarmente interessante da un punto di vista agro-industriale.

Infatti, nelle condizioni colturali impiegate, questa accessione non fiorisce, aumentando in maniera significativa il periodo utile per la raccolta.

Le parti aeree di questa accessione, denominata provvisoriamente 'Caselle', sono state sottoposte a distillazione in corrente di vapore e l'olio essenziale ottenuto è stato sottoposto ad analisi GC e GC-MS.



L'olio essenziale appare di buona qualità composizionale con percentuali elevate di tujone, canfora, cineolo, β -cariofillene e limonene.

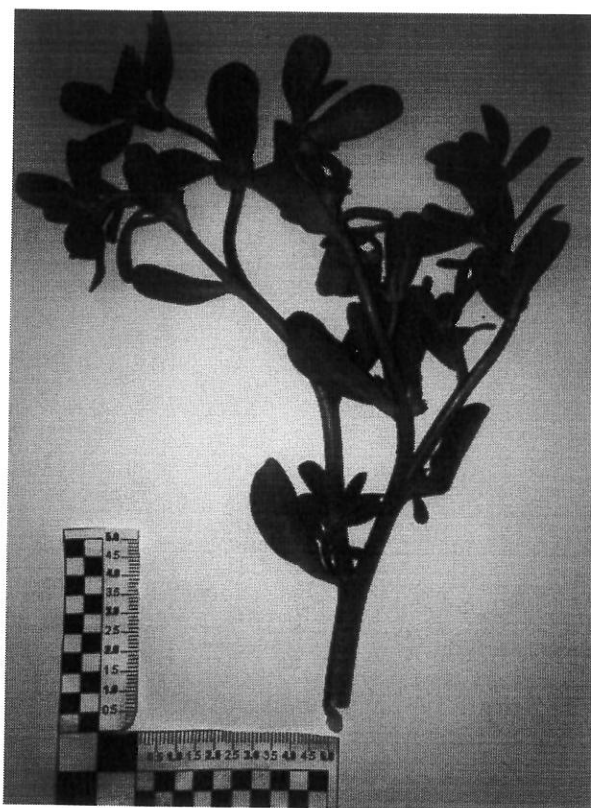
Le attività svolte del gruppo di Botanica Farmaceutica di UNISA si sono avvalse della collaborazione del borsista Dr. Giovanni Forte.

A completamento delle attività previste dal WP1 è stato intrapreso uno studio tecnologico relativo a *Portulaca oleracea*.

E' stato raccolto materiale spontaneo presente nell'Azienda Caselle in larga quantità. La portulaca, infatti, è una importante infestante estiva.

La pianta può essere consumata ad esempio in insalate, ma il severo limite del suo impiego è costituito dalla consistente presenza di acqua nelle parti aeree che ne riduce fortemente la shelf life (la matrice vegetale si degrada in tempi molto brevi) e che rende difficoltoso il processo di disidratazione.

La pianta è una ricca di fonte di vitamine e di acidi grassi poliinsaturi omega 3 e quindi potenzialmente importante sul mercato dei prodotti nutraceutici e degli integratori alimentari. Per questo motivo risultano di grande interesse studi per la messa a punto di trattamenti essiccativi che permettano sia di incrementare la shelf life della pianta sia di disporre di ingredienti di origine vegetale di elevato valore nutritivo per la produzione di supplementi alimentari.



Portulaca (campione tal quale)

Sono state condotte per scopi di disidratazione prove di essiccamento con metodi tradizionali convettivi (in stufa termostata e a condizioni ambiente, vedere tabella sotto) che hanno portato a prodotti non ben essiccati e degradati (presenza di parti fortemente imbrunite, sviluppo di insetti).

<i>campione /(codice)</i>	<i>condizioni operative</i>	<i>note</i>
Portulaca tal quale (Tq)	----	86,63% ± 2,51 base umida
Portulaca essiccata a condizioni ambientali (CD1-P)	Essiccamento all'ombra 5 giorni	Umidità poco al di sotto dell'80%
Portulaca essiccata a condizioni ambientali (CD1-P)	Essiccamento all'ombra 10 giorni	Matrice fortemente deteriorata
Portulaca essiccata in stufa (CD2a-P)	50° C 24 ore	Umidità circa del 70%
Portulaca essiccata in stufa (CD2b-P)	50° C 168 ore (7 giorni)	Umidità sotto il 10%



*Portulaca posta ad essiccare in stufa (a sinistra); portulaca essiccata (a destra).
Condizioni operative: 50°C 24 h.*

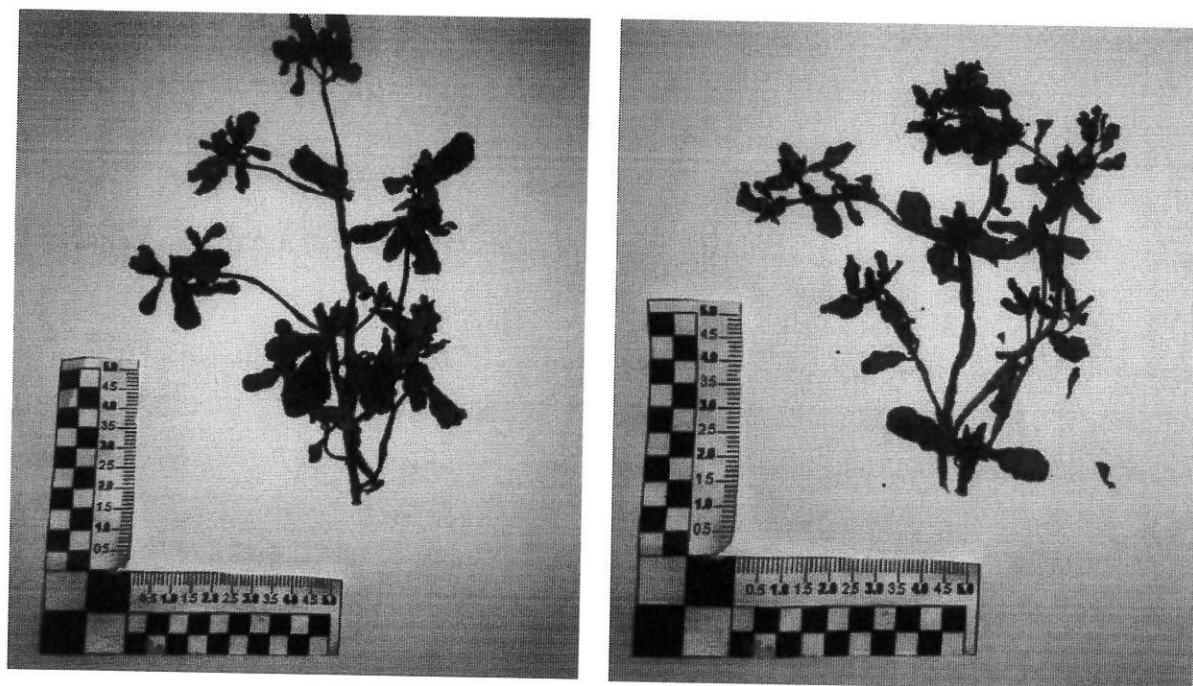


Portulaca posta ad essiccare a condizioni ambientali dopo 5 giorni.

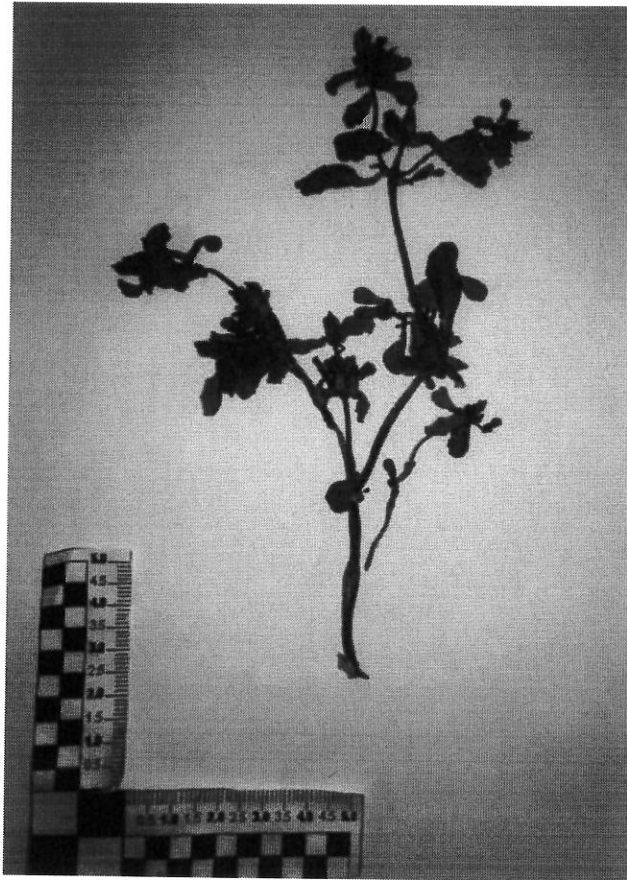
Per perseguire lo scopo della messa a punto di nuove tecnologie di processo attraverso trattamenti radiativi assistiti da microonde, attività prevista dal WP3, sono stati condotti, su scala di laboratorio, test sperimentali al variare della potenza e dei tempi di esposizione (vedere tabella sotto).

<i>campione /(codice)</i>	<i>condizioni operative</i>	<i>note</i>
Portulaca tal quale (Tq)	----	86,63% ± 2,51 base umida
Portulaca essiccata in microonde al 100% della potenza (MW1-P)	2300W 30 min	Umidità sotto il 10%
Portulaca essiccata in microonde al 50% della potenza (MW2-P)	1150W 40 min	Umidità sotto il 10%
Portulaca essiccata in microonde al 20% della potenza (MW3-P)	460W 100 min	Umidità sotto il 10%

Per la ricca composizione in acqua, tutte le parti della portulaca sono estremamente interagenti con le microonde per cui i trattamenti di disidratazione sono davvero competitivi, osservando in questa fase di ricerca solo efficacia e tempi di essiccamento. Le osservazioni visive dei campioni dopo essiccamento hanno permesso di concludere che le matrici trattate presentano effetti di *shrinkage* più ridotti rispetto alle matrici trattate per via convettiva in stufa, e una colorazione meno bruna sempre rispetto alle matrici trattate per via convettiva in stufa.



Portulaca essiccata a microonde (2300 W per 30 min a sinistra; 1150 W per 40 min a destra)



Portulaca essiccata a microonde (460 W per 100 min)

E' stata eseguita l'analisi fitochimica sui campioni sottoposti ai trattamenti sopra riportati. In prima istanza, il contenuto di acidi grassi omega 3 appare conservato, per cui si può ipotizzare l'utilizzo di questi trattamenti al fine di ottenere una polvere che possa trovare facile collocazione nei processi di trasformazione dei settori nutraceutico e degli integratori alimentari.

Sempre nell'ambito delle attività previste nel WP3, durante il secondo anno - nei limiti per lavoro di ricerca in presenza nei laboratori sperimentali per emergenza sanitaria COVID 19 -, è stato dedicato tempo allo sviluppo di nuovi protocolli di processo per la stabilizzazione con metodi fisici di alcune specie orticole/aromatiche disponibili post-coltivazione.

In particolare, con la fruizione della borsa da parte dell'ing. Dalmoro (titolo: "Processi di stabilizzazione mediante applicazione di potenza delle microonde di matrici agroalimentari" bando Decreto Rep. n. 251/2020 Prot. n.100942 del 22.04.2020 - Periodo 16 giugno 2020 – 24 settembre 2020: fruizione 3 mesi) sono state sviluppate attività mirate alla ricerca bibliografica e sperimentale del comportamento dielettrico della matrice basilico. Dette

attività sono rientrate in quelle definite nel WP3 (sia 3.1 che 3.2) e sono state svolte in sinergia con i partner del progetto, l'azienda Caselle Società Agricola, che ha fornito campionature della matrice, e con il gruppo di ricerca di Botanica Farmaceutica del DIFARMA. In particolare, sono stati eseguiti studi sulle caratteristiche macroscopiche e fitochimiche del basilico in batch quali: tal-quale e processati (cioè sottoposti a diversi tipi di trattamenti di disidratazione) ai fini della stabilizzazione. Ai fini dei test di sensibilità per trattamenti assistiti da microonde, è stato sviluppato l'approccio del trattamento non combinato per osservare il solo ruolo (effetto) dell'irraggiamento a microonde sulle parti aeree del basilico e aspetti sensoriali (analisi soggettive e oggettive). Come atteso, l'uso di potenze elevate nei trattamenti radiativi consente di ridurre drasticamente i tempi di disidratazione. Valori di potenze più contenuti (dell'ordine del 20% di quella massima applicata) consentono comunque di ottenere matrici ben essiccate sempre in tempi molto più contenuti rispetto alle tecniche più classiche come l'essiccamento convettivo all'aria in condizioni d'ombra – tempo: ordine dei giorni – o in stufa a temperature controllate – tempo: ordine di ore). Le caratterizzazioni fitochimiche degli oli estratti dalle matrici trattate attraverso idrodistillazione, sono in fase di completamento ma i riscontri preliminari mettono in luce che il trattamento essiccativo ha un ruolo non secondario sulla composizione (numero) e abbondanza (%) dei metaboliti estratti che hanno un ruolo nutraceutico.

Sempre durante il secondo anno di attività, in seguito alla rinuncia della fruizione della borsa da parte dell'ing. Dalmoro, è stato ribandito il residuo di importo della borsa per attività di ricerca (bando del 18 gennaio 2021, Decreto Rep. n. 4/2021 Prot. n.0001363 del 5.1.2021) - Periodo 16 febbraio 2021 – 20 maggio 2021 – fruizione: 3 mesi). Il borsista vincitore di concorso, ing. Gianmaria Cantarella, ha continuato le attività sempre nell'ambito del contesto di ricerca WP3. In particolare, si è occupato della definizione di protocolli di irraggiamento e caratterizzazione dell'erba aromatica dell'origano. Anche per questa matrice è stata sviluppata una attività di ricerca in collaborazione dei partner di progetto (l'azienda Caselle Società Agricola per la fornitura di campionature della matrice, e con il gruppo di ricerca di Botanica Farmaceutica del DIFARMA per la caratterizzazione fitochimica). Ai trattamenti convenzionali (essiccamento a condizione ambiente e in stufa), eseguito come trattamenti "paragone" o "controllo", sono stati affiancati trattamenti assistiti da microonde. Anche in questo caso ai fini dei test di sensibilità sono stati applicati diversi protocolli, diversificati sostanzialmente per la potenza erogata (da 2300 W a 460 W). Come atteso, essendo le matrici ricche in acqua, sono risultate fortemente interagenti e idonee quindi a processi di essiccamento assistiti da microonde. Le caratterizzazioni fitochimiche,

eseguite sempre sugli oli estratti dalle matrici trattate, hanno confermato che il trattamento essiccativo ha impatto sul profilo qualitativo degli oli e sulle rese estrattive.

E' stato altresì predisposto un metodo per controllare i danni tissutali dei trattamenti termici sia per il basilico che per l'origano, attraverso una osservazione indiretta, ovvero attraverso la misurazione delle perdite di minerali, per via conduttometrica, dai prodotti essiccati (e tal quali come controllo) in mezzi di dissoluzione a conducibilità elettrica costante e nota. I risultati ottenuti evidenziano che le temperature di processo, più elevate per i trattamenti assistiti da microonde (ad elevata potenza), hanno un ruolo rilevante inducendo un maggiore stress meccanico alle strutture vegetali per più repentina perdita di umidità. Di fatto, i campioni più stressati termicamente sono quelli che rilasciano minerali in tempi più brevi.

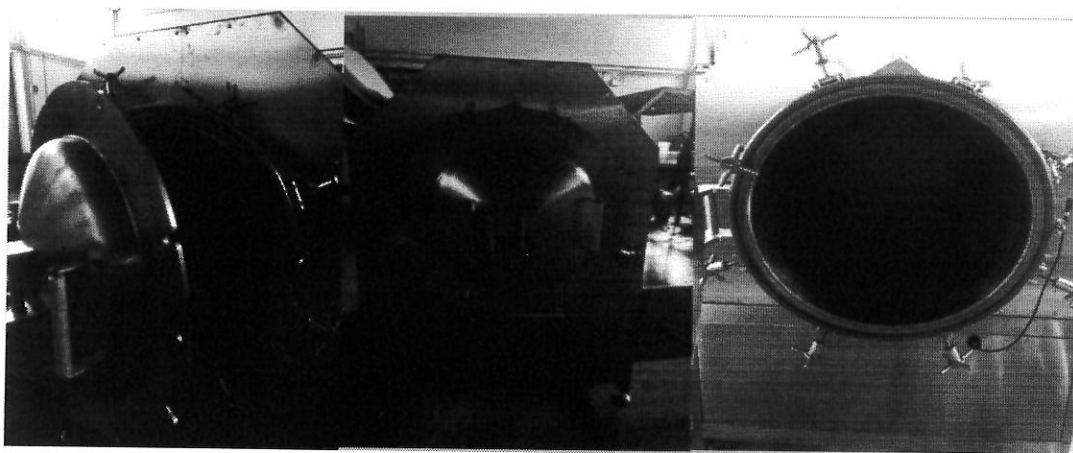
Le attività svolte complessivamente hanno consentito l'incremento delle conoscenze quali-quantitative sul comportamento dielettrico, al calore e fitochimiche di specie aromatiche esaminate. Queste a loro volta permettono di indirizzare le ricerche in progress verso la definizione di parametri di processo ottimali per prodotti con una determinata impronta fitochimica e proprietà nutraceutiche (WP4 e WP5).

Relativamente alle attività realizzative previste per il WP4 "Sviluppo di macchine prototipali come strategia di ammodernamento tecnologico delle imprese agricole sul territorio", le erbe ottenute sono state trattate con un prototipo preliminare su scala di laboratorio per definire i parametri necessari per la realizzazione del prototipo definitivo. Considerata l'alta deperibilità delle erbe officinali da trattare (basilico ad esempio) e gli elevati standard qualitativi e di sicurezza alimentare da raggiungere è risultata necessaria la stretta collaborazione tra il consulente Francesco Manna e la ditta costruttrice Emitech srl.

In prima battuta, è iniziata la parte di progettazione e sviluppo del impianto finalizzata ad ottenere la corretta schermatura e protezione degli operatori dalle onde elettromagnetiche in uso (regione delle microonde, frequenza operativa 2,45 GHz).

Successivamente, sono stati effettuati una serie di test per definire geometria e volume della camera di essiccazione. Le prove hanno evidenziato che la geometria pentagonale della sezione della camera di essiccazione è la più performante, in quanto rende uniforme la distribuzione del campo magnetico generato. La fase più importante è stata quella di definire e modulare la potenza del impianto prototipale al fine di garantire le condizioni per un processo efficace e al contempo di operare in sicurezza. Pertanto sono stati identificati i magnetron più idonei tali da erogare in modo graduale e regolabile la potenza.

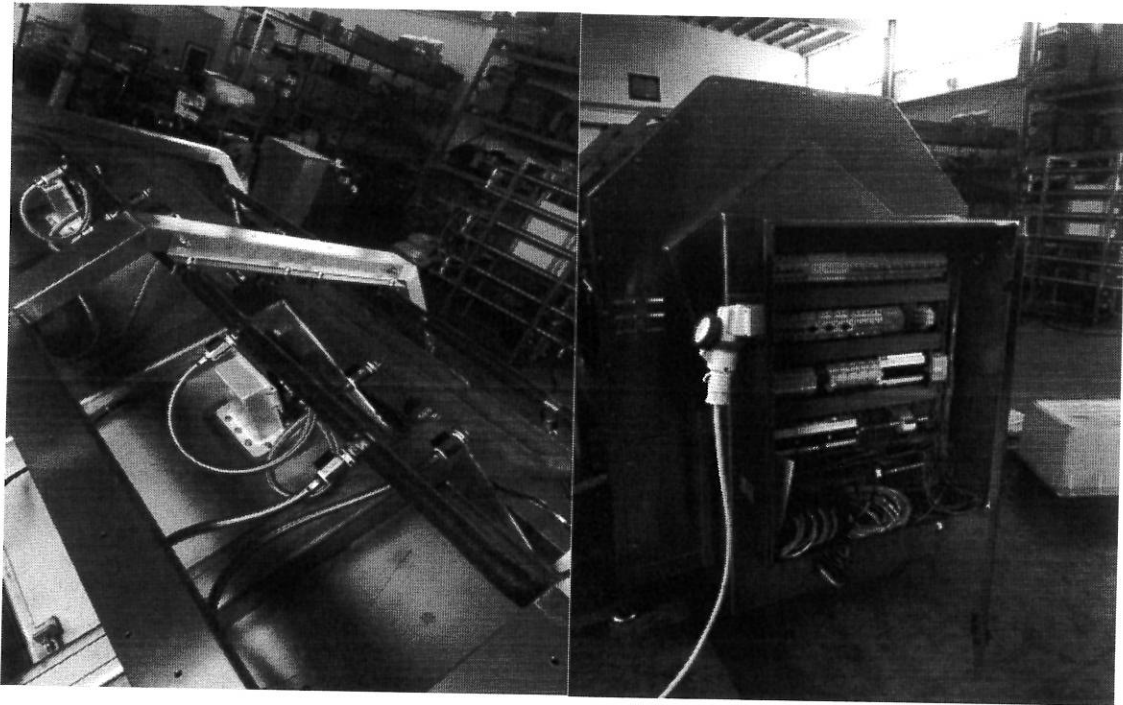
Sono stati altresì individuati i materiali costruttivi adeguati al fine di minimizzare le dissipazioni di onde elettromagnetiche e ridurre al minimo i fenomeni di *hot-spot* e interferenze con le microonde.

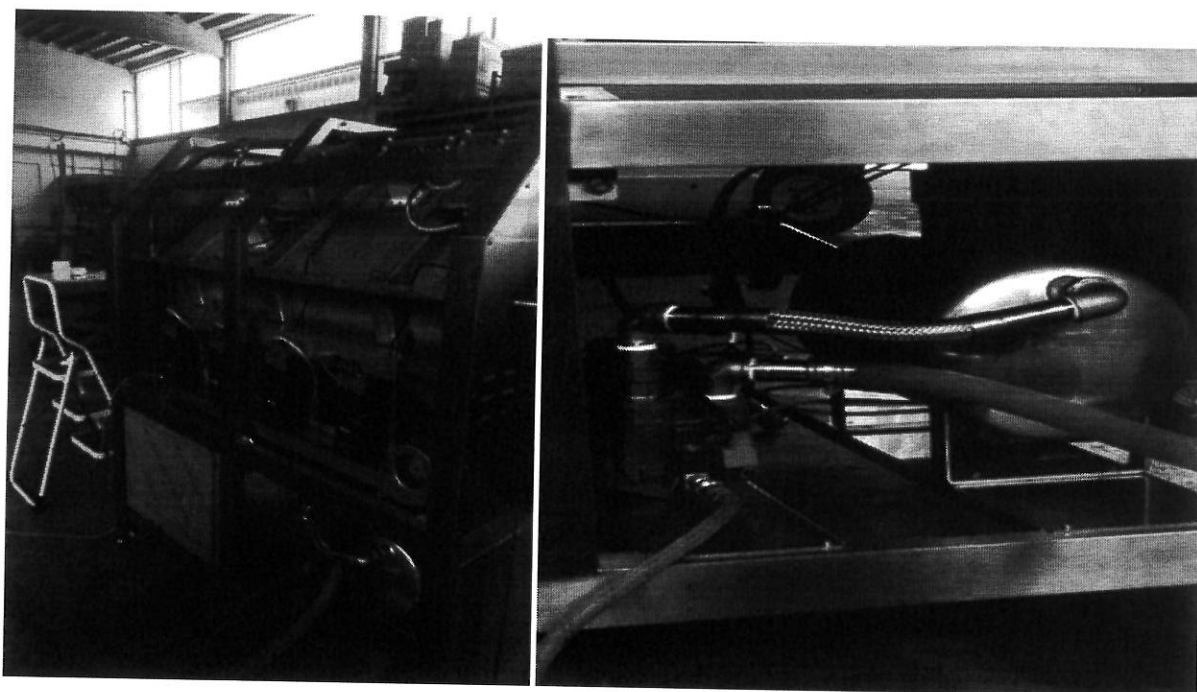


Camera di essiccamento, dettaglio della sezione, disposizione batch da trattare nella camera.



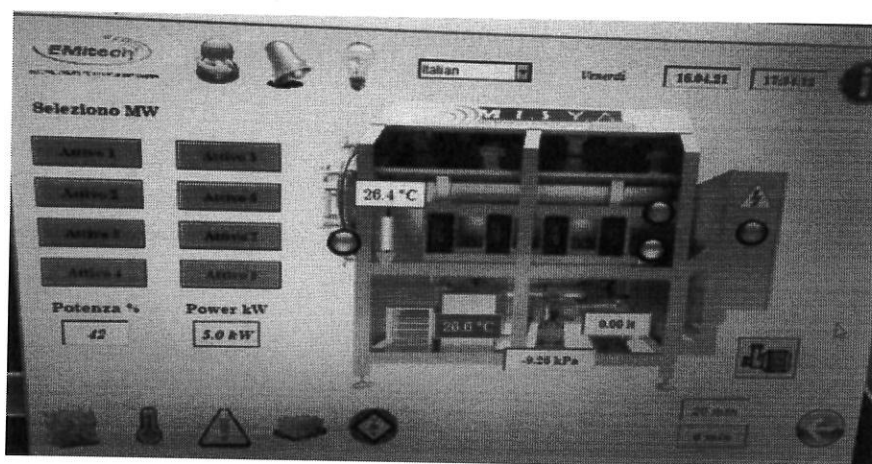
Prototipo definitivo in assemblamento





Dettagli costruttivi del prototipo

E' stato realizzato anche un software informatico tale da gestire in modo automatico tutti i paramentri e le varibili di processo (kilowatt, tempo, temperatura, UR%) per la realizzazione di protocolli di trattamento automatizzati.



Software di gestione del prototipo

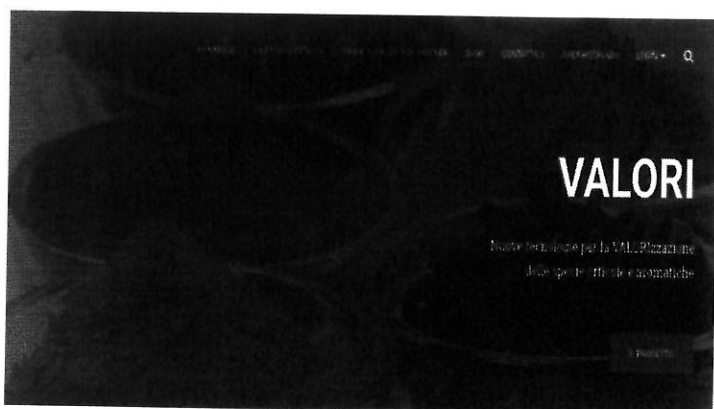
Pertanto il WP4 risulta completato nei punti 4.1 e 4.2.

Negli ultimi mesi sono state riscontrati notevoli rallentamenti sulla consegna di alcune componenti propedeutiche al collaudo del prototipo, quali, chiller di raffreddamento, batterie a litio e alcune sonde e valvole di sicurezza.

Il collaudo generale e relativa consegna all'azienda Caselle è previsti per gli inizi di ottobre 2021,

Il consulente esterno ha impiegato un totale di 42 giornate lavorative, in diretta collaborazione con la ditta costruttrice Emitech srl.

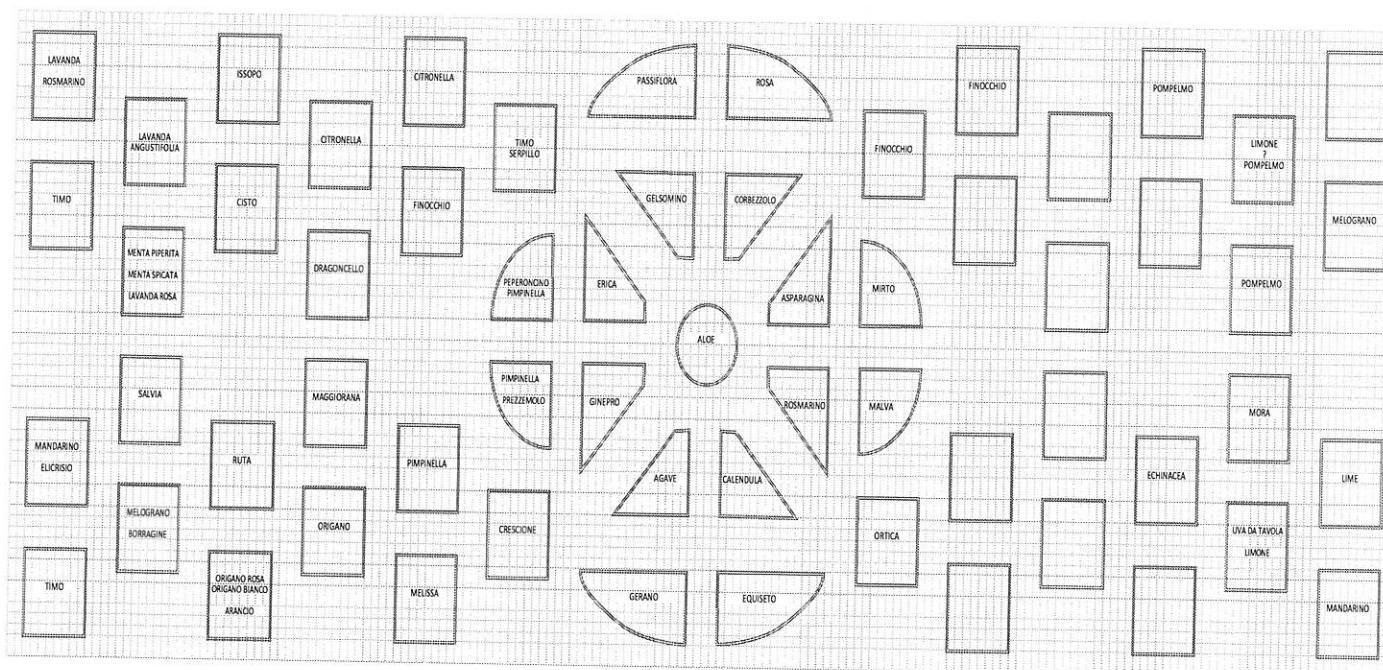
Le attività di divulgazione previste dal WP6 dopo la realizzazione del convegno di presentazione del progetto svoltosi nel primo anno di attività presso l'Azienda Improsta, a causa dell'emergenza Covid sono proseguite con l'aggiornamento del sito web dedicato reperibile alla pagina www.progettovalori.it



e della pagina FACEBOOK raggiungibile al link <https://www.facebook.com/progettovalori/>.

Presso l'Azienda Improsta tra il 2020 e il 2021 è stato approntato il campo dimostrativo dove sono allocate le specie officinali oggetto di studio e altre piante officinali tipiche del ns territorio

Si riporta lo schema del campo dimostrativo



Il CRAA, tra la fine del 2021 e l'inizio del 2022, compatibilmente con l'evoluzione dell'emergenza epidemiologica Covid-19 prevede di realizzare le **6 giornate dimostrative**, previste da progetto, con prove in campo e riservate a gruppi di imprenditori agricoli. L'attività organizzativa e gestionale di tali giornate dimostrative è stata affidata, dopo indagine di mercato condotta secondo quanto indicato dal manuale di gestione del PSR, alla società di servizi Ideeazioneimpresa srl.

La selezione del dott. agronomo per lo sviluppo delle attività di campo, temporaneamente sospesa a causa dell'emergenza epidemiologica COVID-19, è stata conclusa e con determina n.33 del 1 aprile 2021 è stato affidato l'incarico al dott. agr. Mauro Senatore

Parte dei risultati della ricerca è stata sottoposta alla valutazione per pubblicazione su rivista scientifica internazionale per scopi di disseminazione (attività WP6, da trasferire poi su scala più divulgativa in incontri sul territorio), con riconoscimento all'ente finanziatore del progetto:

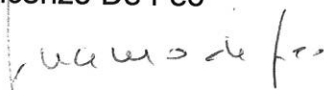
- L. Caputo, G. Amato, P. de Bartolomeis, L. De Martino, F. Manna, F. Nazzaro, V. De Feo, A. A. Barba. Impact of drying methods on yield and **chemical** composition of *Origanum vulgare* L. essential oil. *Industrial Crops and Products*, inviato per la pubblicazione (2021). (Allegato 1).

Inoltre, il Progetto VALORI è stato presentato su: ***Innovazione in Botanicals***, nuova rivista professionale rivolta a tutti i protagonisti della crescita del comparto delle officinali (Allegato 2).

Salerno, 30 settembre 2021

Il Responsabile Scientifico

Prof. Vincenzo De Feo



Industrial Crops & Products

Impact of drying methods on yield and chemical composition of *Origanum vulgare* L. essential oil --Manuscript Draft--

Manuscript Number:	
Article Type:	Research Paper
Section/Category:	Non-food bioactive products
Keywords:	essential oil; <i>Origanum vulgare</i> L.; hydrodistillation; shade drying; hot air drying; assisted microwave drying, osmotic treatment drying
Corresponding Author:	Laura De Martino University of Salerno Fisciano, ITALY
First Author:	Lucia Caputo
Order of Authors:	Lucia Caputo Giuseppe Amato Pietro de Bartolomeis Laura De Martino Francesco Manna Filomena Nazzaro Vincenzo De Feo Anna Angela Barba
Abstract:	<p>Oregano (<i>Origanum vulgare</i> L.) is mainly cultivated for different purposes such as food, drugs, and spice both as fresh and dried herb. To determine the effect of some drying methods on the chemical composition of the essential oil of oregano, its aerial parts were dehydrated by convective drying techniques (shade, static oven), microwave assisted heating (three different treatments) and an osmotic treatment. The essential oils were analysed using GC-FID and GC-MS. The highest essential oil yield was obtained from microwave and shade drying methods. In total, 39 components were identified, being carvacrol (ranging from 56.2 to 81.4%) the main constituent; other compounds present in less amounts were p-cymene (1.6-17.7%), γ-terpinene (0.8-14.2%), α-pinene (0.1-2.1%), thymol methyl ether (0.4-1.8 %) and thimoquinone (0.5-3.5%).</p> <p>The essential oil yields varied among the different treatments as well as the relative compositions.</p> <p>The percentages of p-cymene, γ-terpinene and α-pinene decreased significantly in dried sample than fresh one; on the other hand, carvacrol, isoborneol and linalool increased significantly in dried materials.</p> <p>So, the drying method is therefore important in determining the chemistry and consequently the possible uses of essential oils.</p>
Suggested Reviewers:	<p>A. Calin-Sanchez acalin@umh.es</p> <p>Reza Farahmandfar r.farahmandfar@sanru.ac.ir</p> <p>Hazem Elshafie hazem.elshafie@unibas.it</p> <p>Raquel P.F. Guinè raquelguine@esav.ipv.pt</p> <p>Antonella Smeriglio asmeriglio@unime.it</p>

Dear editorial office I'm resubmitting this article titled " Impact of drying methods on yield and chemical composition of *Origanum vulgare* L. essential oil" rewritten on the basis of referee's comments.

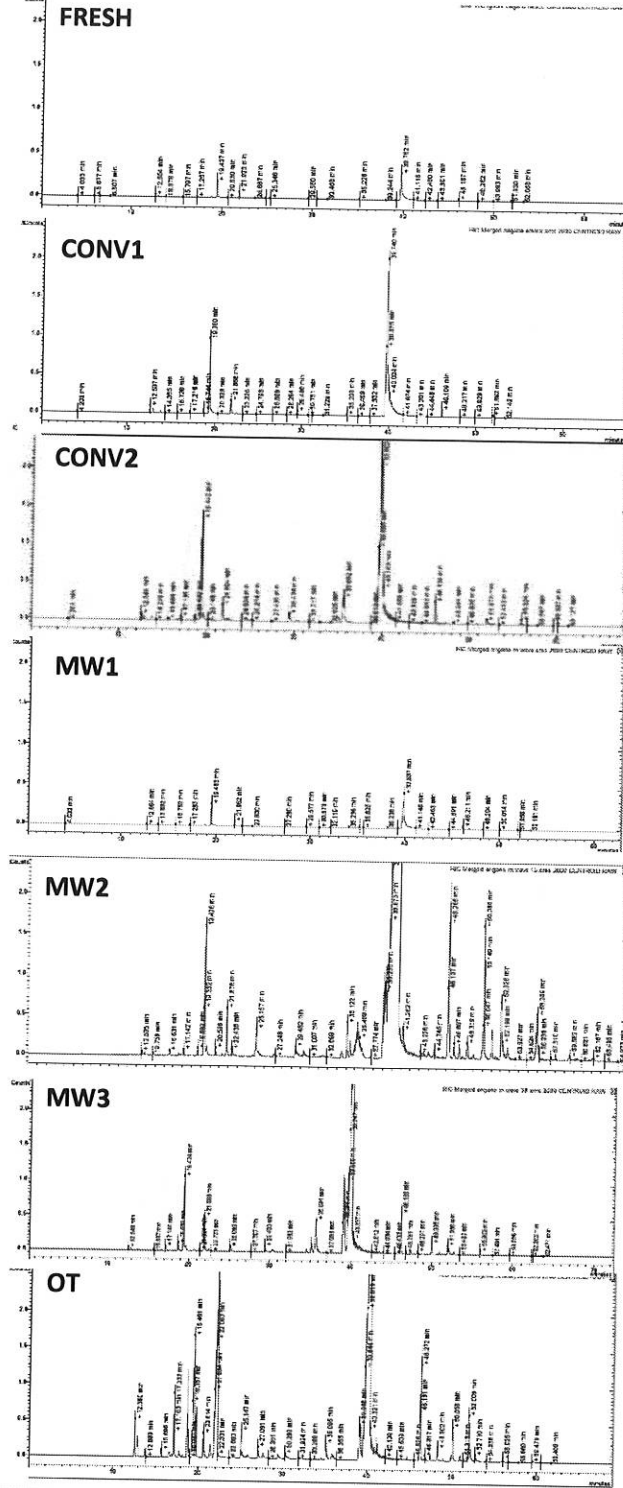
Editor J. Labidi gave us (an email to Prof De Feo) the permission of resubmitting the article.

Fisciano 28 September 2021

Regards

Laura De Martino

Graphical Abstract



Highlights

- The drying method is relevant in determining the composition and the uses of essential oils.
- The aerial parts of *Origanum vulgare* L. were dehydrated with convective methods.
- Also microwave assisted heating and osmotic treatment were employed for drying.
- The higher yield was obtained from the sample dried with MW3.
- The percentage of carvacrol is significantly different between treatments (from 56.3% with 81.4%).

1 **Impact of drying methods on yield and chemical composition of**
2 ***Origanum vulgare* L. essential oil**

3
4 **Lucia Caputo^a, Giuseppe Amato^a, Pietro de Bartolomeis^b, Laura De Martino^{a*},**
5 **Francesco Manna^b, Filomena Nazzaro^c, Vincenzo De Feo^{a*}, Anna Angela Barba^a**

6
7 ^aDipartimento di Farmacia, Università degli Studi di Salerno, via Giovanni Paolo II 132, 84084

8 Fisciano, Salerno, Italy

9 Lucia Caputo: lcaputo@unisa.it; Giuseppe Amato: g.amato29@studenti.unisa.it; Anna Angela

10 Barba: aabarba@unisa.it

11 ^b Caselle Società Agricola srl, Via Mare Mediterraneo 18, 84098 Pontecagnano (Salerno), Italy

12 Pietro de Bartolomeis: direzione@elody.it; Francesco Manna: francescomanna88@yahoo.it

13 ^c Istituto di Scienze dell'Alimentazione, CNR, Via Roma 60, 83100 Avellino

14 Filomena Nazzaro: filomena.nazzaro@isa.cnr.it

15
16 * Correspondence to:

17 Prof. Vincenzo De Feo

18 Prof. Laura De Martino

19 Dipartimento di Farmacia

20 Università di Salerno

21 Via Giovanni Paolo II, 132

22 84084 Fisciano (Salerno), Italy

23 Phone + 39 089 969 751;

24 Phone +39 089 968292;

25 Fax +39 089 969 602

26 E mails: defeo@unisa.it; ldemartino@unisa.it

27 **Abstract**

28 Oregano (*Origanum vulgare* L.) is mainly cultivated for different purposes such as food, drugs, and
29 spice both as fresh and dried herb. To determine the effect of some drying methods on the chemical
30 composition of the essential oil of oregano, its aerial parts were dehydrated by convective drying
31 techniques (shade, static oven), microwave assisted heating (three different treatments) and an
32 osmotic treatment. The essential oils were analysed using GC-FID and GC-MS. The highest essential
33 oil yield was obtained from microwave and shade drying methods. In total, 39 components were
34 identified, being carvacrol (ranging from 56.2 to 81.4%) the main constituent; other compounds
35 present in less amounts were *p*-cymene (1.6-17.7%), γ -terpinene (0.8-14.2%), α -pinene (0.1-2.1%),
36 thymol methyl ether (0.4-1.8 %) and thimoquinone (0.5-3.5%).

37 The essential oil yields varied among the different treatments as well as the relative compositions.

38 The percentages of *p*-cymene, γ -terpinene and α -pinene decreased significantly in dried sample than
39 fresh one; on the other hand, carvacrol, isoborneol and linalool increased significantly in dried
40 materials.

41 So, the drying method is therefore important in determining the chemistry and consequently the
42 possible uses of essential oils.

43

44 *Keywords:* essential oil; *Origanum vulgare* L.; hydrodistillation; shade drying; hot air drying; assisted
45 microwave drying, osmotic treatment drying.

46

47 **1. Introduction**

48 *Origanum* genus (family Lamiaceae) includes 39 species widely distributed in the
49 Mediterranean area; between these, *Origanum vulgare* L. is a perennial herbaceous plant, commonly
50 known as “oregano” (Elshafie et al., 2017). The plant is rich in phenolic compounds with strong
51 antioxidant and antibacterial properties. Even though herb is a native of the Mediterranean countries,
52 such as Italy, Greece and Spain, oregano also somewhere else, all over the year. However, the use of
53 fresh oregano is limited, and in the food industry the dry form of the spice is commonly used.

54 Essential oils (EOs) are natural complex mixtures of volatile compounds isolated usually by hydro-
55 distillation and characterized by a strong odour. They can be synthesized by all plant organs and
56 possess various biological activities such as antibacterial, antiviral, antifungal and insecticide.
57 Currently, they maintain attractive characteristics for medical, cosmeceutical and nutraceutical
58 formulations thanks to their natural origins and safe and economic features.

59 The extractive yield, the chemical composition and the related biological activities of EOs are
60 strongly influenced by some external factors such as soil features, harvest season, development stage
61 of the plant, geolocation and also by extraction and/or drying methods (Boutebouhart et al., 2019).

62 Drying is one of the most important post-harvest treatments of aromatic herbs, such as basil, oregano,
63 and sage, that consumers use as spices. Drying is based on simultaneously heat and mass transfer
64 phenomena and is widely applied in order to preserve properties, such as aroma, taste and nutritional
65 factors, and to reduce bacterial growth achieving a longer shelf life (Bhatt et al., 2019).

66 There are literature studies in which different methods are applied in oregano drying. In particular,
67 innovative protocols, also applied as combined techniques (microwave drying, microwave pulsed
68 heating, pre-convective ventilation, use of vacuum), are currently investigated (Calin-Sánchez, et al.,
69 2015; Figiel et al., 2010; Soysal et al., 2009).

70 Yield and chemical composition of EOs could change depending of drying method (Bhatt et al.,
71 2019); in fact, enzymatic and non-enzymatic processes, during the drying of fresh plant, could modify
72 the phytochemical composition and this can have repercussions on their final quality (Sellami et al.,

73 2013). It is proven that the presence or the absence of a single constituent can lead to important
74 changes in the biological activities of essential oils (Grosch, 2001). A high content of bioactive
75 compounds represents desired characteristics for medical dried herbs; while for food use, such as in
76 the case of culinary dried herbs, the quality is represented by the colour and a fresh-like characteristic
77 aroma (Thamkaew et al., 2020). For this reason, the selection of the drying method appears crucial
78 (Özer et al., 2018).

79 There are several drying methods that can be used. Traditional or conventional treatments are based,
80 prevalently, on convective transport phenomena with heat and mass transfer. In some industrial
81 applications, osmotic principles can achieve the dehydration of vegetal matrices. Non-conventional
82 methods are also currently investigated by both Academy and Industry to found in the occurrence of
83 benefits such as improved products quality, reduction in manufacturing costs due to energy saving
84 and shorter processing times (process intensification).

85 In conventional heating processes, energy is transferred to material by convection, conduction and
86 radiation phenomena promoted by thermal gradients and through the materials external surface. Solar
87 drying is the oldest drying method based on radiative (heat transfer) and convective (mass transfer)
88 phenomena and is still used in several tropical or sub-tropical countries (Orphanides et al., 2016).
89 During this process, fresh herbs are exposed directly to the sunlight that often determines a substantial
90 colour and aroma degradation in dried herb (Janjai and Bala, 2012). Shade drying methods utilize
91 always solar energy as a heating source, preserve light-sensitive substances and minimize oxidations.
92 However, the drying time of shade drying is longer than sun drying, but due to its low cost, shade
93 drying method is still popular in rural areas or in small businesses (Janjai and Bala, 2012). The use
94 of cabined (or ovens) and bed type dryers (tunnel, tray, rotary conveyor and so on) constitutes the
95 industrial response to enhance and to standardize drying convective operations. These kinds of driers
96 are mostly suitable for solid materials such as chunked products, vegetables and herbs, fruits grains
97 (Vega-Mercado et al., 2001) allowing to vary process parameters such as drying temperature, drying
98 time and air velocity (Chua et al., 2019).

99 The stabilization of food products by osmotic dehydration is achieved by their immersion in
100 hypertonic solutions (i.e. sugar, salt, other) prepared in dedicated tanks (Vega-Mercado et al., 2001).
101 Water diffusion from tissues into the solution, across cell membranes, is driven by the higher osmotic
102 pressure of the hyper-tonic solution. Rate of water diffusion mainly depends upon factors such as
103 temperature and concentration of the osmotic solution and material size.

104 Microwave (MW) and Radio Frequency (RF) heating represent the latest advanced technologies in
105 dehydration food processes. In particular, microwaves are electromagnetic radiation with a frequency
106 from 300 GHz to 300 MHz. International agreements regulate the use of the different parts of the
107 spectrum; the frequencies 915 MHz and 2.45 GHz are the most common among those dedicated to
108 power applications for industrial, scientific and medical purposes (Metaxas and Meredith, 1983).
109 Microwave energy is delivered directly to materials through molecular interactions (loss
110 mechanisms) with electromagnetic field via conversion of electromagnetic energy into thermal
111 energy (Barba and D'Amore, 2012). Whereas loss mechanisms occur, a high rate of heating and a
112 high efficiency of energy conversion are expected. The high heating rate represents the key-feature
113 of microwaves heating because this makes possible to accomplish in short times (seconds or minutes)
114 what would take hours to be done with conventional heating. This depends upon slowness of heat
115 delivery rate from the material surface to the core as determined by the differential in temperature
116 from a hot outside to a cool inside (vegetables have poor conductive thermal properties). In contrast,
117 the use of microwave energy can produce, under some restrictions, a bulk heating and high quality
118 and bioactive compounds preservation of treated vegetables are also proven (Divya et al., 2012). With
119 reference to energy saving, thermal treatments performed by microwave heating can be seen as
120 intensified operations (Stankiewicz and Moulijn, 2004) and this constitutes one of the main reasons
121 for the growing industrial interest. Crucial parameters in microwave heating are the dielectric
122 properties of irradiated materials, i.e. ability of a material to interact with electromagnetic energy. On
123 the bases of dielectric properties, microwave devices (applicators) can be adopted in heating

124 operations and optimized working protocols (definition of power, time, load configuration, etc.) can
125 be used (Barba and D'Amore, 2012).

126 It is known that several factors and practices, among which the methods used of drying material plant,
127 can influence the essential oil quantity and quality of aromatic species (Fennell et al., 2004). In fact,
128 there are some previous studies conducted on the effect of drying on the yield and the chemical
129 composition of essential oils extracted from Lamiaceae such as, *Ocimum basilicum* L., *Thymus*
130 *daenensis* Celak, *Mentha longifolia* L. (Calín-Sánchez et al., 2012; Ahmed et al., 2018), but to our
131 knowledge, studies on the effect of drying methods on the quantity and quality of essential oil of
132 *Origanum* genus are scarce in literature.

133 In this study, effects of several drying techniques on yield and chemical profile of the essential oils
134 obtained from *Origanum vulgare* L., are evaluated. In particular, this research investigates the
135 feasibility to apply simplified protocols, only based on microwave irradiation (not combined
136 techniques), to achieve dried oregano products with good quality, evaluated by features of the
137 extracted essentials oils and reduction of tissue damages, through processes characterized by fast
138 drying kinetics with the final aim to improve production yields and production costs, and to transfer,
139 in easy manner, laboratory procedures on productive industrial scale.

140

141 2. Materials and methods

142 2.1 Plant material

143 Aerial parts of *Origanum vulgare*, supplied by the agricultural company Caselle of Pontecagnano,
144 Salerno, Italy, were collected in July 2020. The plant was identified by Prof. V. De Feo. A voucher
145 specimen, labelled as DF/2020/311, has been deposited in the herbarium of the Medical Botany Chair
146 of University of Salerno.

147

148 2.2 Moisture contents.

149 Plant material (fresh and dried products) was subjected to moisture content (MC) measurements by
150 using the Ohaus moisture analyser (mod MB45). The working principles of the measurement method
151 were based on the thermogravimetric ones (controlled heating at defined temperature and weighing
152 until mass constant value achieved). The moisture content was express as water content on wet basis
153 (automatic value as output of the used instrument), defined as follows:

$$154 \quad MC\% = \frac{\text{wet material weight} - \text{dry material weight}}{\text{wet material weight}} \cdot 100$$

155 All the measurements were performed in triplicate and the results are reported as average values with
156 standard deviation (SD).

157

158 2.3 Applied drying methods

159 In this study, an approach based on simplified protocols was followed in microwave heating to an
160 easy transposition to a productive scale.

161 Three drying methods were applied to study the impact dehydration mechanism on yield and chemical
162 composition of the extracted essential oil. To this aim, the collected plant material was divided into
163 several parts. One part was used for characterization as fresh material (control); the remaining parts
164 were used for drying by convective methodology (shade drying – CONV1; hot-air convective drying
165 – CONV2), by assisted microwave heating (at different operative conditions – MW 1, MW2, MW3)

166 and by osmotic treatment (semidry technique - OT). In Table 1 samples codes and note on selected
167 operative conditions of applied drying methods are summarized.

168 *2.3.1 Convective drying*

169 Shade drying (CONV1).

170 The aerial parts of *O. vulgare*, covered with filter papers (aerated shady conditions), were placed on
171 plane surface to form a batch sample, with a thickness of few centimeters, and allowed to dry at room
172 conditions (25 ± 5 °C) for 5 days.

173 Hot-air convective drying (CONV2).

174 The hot-air convective drying of the oregano was carried out in a static thermostatic oven (ISCO
175 series 9000) placing a layer of raw material of a few centimetres on a netting support. Drying was
176 performed by setting the set-point temperature on 50 °C and the moisture content was monitored over
177 time until 24 h.

178 *2.3.2 Assisted microwave heating*

179 Microwave drying of the oregano was performed by the multimodal microwave cavity LBP 210/50
180 Microwave Oven 2300 W, InLand, USA (operative frequency: 2.45 GHz) equipped with two
181 integrated mode stirrers and working with the True-To-Power™ system to continuously vary the
182 power supply. The oregano aerial parts were placed on a netting support until to form layer (or bed).
183 Surface temperature of the microwave dried products was monitored with the TASI TA601B infrared
184 thermometer.

185 Several irradiating tests, varying power and treatment time, were performed to explore the thermal
186 behaviour of the oregano and thus to define several operative conditions to apply. Selected operative
187 conditions are summarized in Table 1. After this stage, several batches of dried oregano were obtained
188 and subjected to hydrodistillation.

189 *2.3.4 Osmotic treatment*

190 Semidry oregano was obtained by a technique that linked osmosis treatment to acidification. Ten kg
191 of oregano aerial parts were washed by 15 s immersion in a chloride solution (100 ppm), then rinsed

192 and dried with a centrifuge at 700 rpm (Edy Minor Inox, Nuova Sara, Parma, Italy) The material was
193 cut and mixed with a solution of 20% sodium chloride and 1.2% citric acid and macerated for 20 min
194 at room temperature. The residual water was eliminated by centrifugation at 1400 rpm. The resulting
195 vegetal material was filtered through a sieve with meshes of 3.5 mm, to remove the stems and coarse
196 parts. The concentration index is 1/4. This material was then subjected to hydrodistillation.

197

198 *2.4 Measurement of electrolyte leakage*

199 Electrolyte leakage from oregano tissues was evaluated as mineral enrichment of aqueous medium.
200 To this aim, conductivity measurements were performed by the conductivity-meter Crison basic
201 GLP31. The increase in conductivity, expressed in $\mu\text{S cm}^{-1}$, was defined as the difference between
202 the conductivity measured at time t and the initial conductivity of water (at time t_0):

$$203 \quad \text{conductivity increase} = \text{conductivity at } t - \text{conductivity at } t_0$$

204 In particular, 0.30 g of dried (and fresh) products were placed in 40 ml of distilled water and gentle
205 stirred. At given time, conductivity measurements were performed (in triplicate). Results are reported
206 as average values with standard deviation (SD).

207

208 *2.5 Isolation of the Volatile Oil*

209 The fresh and treated aerial parts of *Origanum vulgare* were ground in a Waring blender and then
210 subjected to hydrodistillation for 3 h according to the standard procedure described in the European
211 Pharmacopoeia (Council of Europe, 2004). The plant material was subjected to steam distillation until
212 no significant increase in the volume of the collected EO was observed (3 h). The EO yield (w/v, %)
213 was calculated according to the following equation:

$$214 \quad \text{Yield (\%)} = \frac{W_0 \times 100}{V_{EO}}$$

215 where W_0 is the plant material weight distilled and V_{EO} is the EO volume obtained.

216 The essential oils were solubilized in *n*-hexane, filtered over anhydrous sodium sulphate, and stored
217 under N_2 at +4 °C in the dark until analyses.

218 *2.6 GC-FID Analysis*

219 Analytical gas chromatography was carried out on a Perkin-Elmer Sigma-115 gas chromatograph
220 equipped with FID and data handling processor. The separation was achieved using a HP-5 MS fused-
221 silica capillary column (30 m × 0.25 mm i.d., 0.25 μm film thickness). Column temperature: 40 °C,
222 with 5 min initial hold, and then to 270 °C at 2 °C/min, 270 °C (20 min); injection mode splitless (1
223 μL of a 1:1000 *n*-hexane solution). Injector and detector temperatures were 250 °C and 290 °C,
224 respectively. Analysis was also run by using a fused silica HP Innowax polyethylenglycol capillary
225 column (50 m × 0.20 mm i.d., 0.25 μm film thickness). In both cases, helium was used as carrier gas
226 (1.0 mL/min).

227

228 *2.7 GC/MS Analysis*

229 Analyses were performed on an Agilent 6850 Ser. II apparatus, fitted with a fused silica DB-5
230 capillary column (30 m × 0.25 mm i.d., 0.33 μm film thickness), coupled to an Agilent Mass Selective
231 Detector MSD 5973; ionization energy voltage 70 eV; electron multiplier voltage energy 2000 V.
232 Mass spectra were scanned in the range 40–500 amu, scan time 5 scans/s. Gas chromatographic
233 conditions were as reported in the previous paragraph; transfer line temperature, 295 °C.

234

235 *2.8 Identification of the Essential Oil Components*

236 Most constituents were identified by gas chromatography by comparison of their Kovats retention
237 indices (Ri) [determined relative to the tR of *n*-alkanes (C₁₀–C₃₅)], with either those of the literature
238 (Jennings and Shibamoto, 1980; Davies, 1990; Adams 2007; Goodner, 2008) and mass spectra on
239 both columns with those of authentic compounds available in our laboratories by means NIST 02 and
240 Wiley 275 libraries (Wiley, 1998). The components relative concentrations were obtained by peak
241 area normalization. No response factors were calculated.

242

243 *2.11 Statistical analysis*

244 All assays were carried out in triplicate. Data of each experiment were expressed as the mean \pm SD,
245 and statistically analysed by two-way ANOVA followed by Dunnet's multiple comparisons test, at
246 the significance level of $p < 0.05$, using GraphPad Prism 6.0 software.

247

248 **3. Results and Discussion**

249 *3.1 Dried products features*

250 The moisture content was monitored during the drying treatments. Low moisture content values are
251 mandatory to achieve stable matrices because allow to inhibit or limit microbiological alteration of
252 treated products. Literature studies reported final moisture content of $<10\%$ (wet basis) (this can be
253 considered as an average value due to the variability for kind of herb - www.esa-spices.org -) after
254 drying treatments (Sourestani et al., 2014; Bhatt et al., 2018). Moreover, drying process can constitute
255 an intermediated treatment to enhance or make easy other operations such as extraction or mechanical
256 comminution. In this study, the plant samples were subjected to different drying treatments to
257 determine their effect of ~~this later~~ on essential oil chemical composition. In particular, the end points
258 of the applied dehydration treatments were different due to the intrinsic potentiality or setting
259 possibility of the applied drying method. Fresh oregano had a moisture content about of 70 % (w/w).
260 This value is lower than those reported in literature (Figiel et al., 2010; Calin-Sánchez et al., 2015;
261 Bhatt et al., 2019); a different moisture content in fresh products can be affected by natural (variety,
262 ripening) and artificial factors (harvesting, storage, preparation methods, etc.). Shade (CONV1) and
263 hot air (CONV2) dried batches showed values of residual humidity of 37 and 5.3% (w/w) after 5 days
264 at room condition and 24 h at 50 °C, respectively. In oregano batches treated by microwave heating
265 at 2300 W - 10 min (MW1), 1150W -15 min (MW2), and 460 W- 35 min (MW3), water contents
266 were 8.6, 7.5 and 12.3%, respectively. Short treatment times (minutes not hours) are related to the
267 ability of the fresh product, rich in water, to interact with microwave (Barba and D'Amore, 2012;
268 Parizotto et al., 2018).

269 Osmotic treatment is a process that involves the partial removal of water from food products such as
270 fresh fruits and vegetables, in order to keep them longer. This treatment works by soaking food in
271 close contact to higher osmotic pressure, sometimes referred to as a hypertonic or concentrated
272 solution. The water then passes through the food in concentrated solution under the influence of the
273 osmotic pressure gradient. It involves the lowering of activity water (a_w) to microbiological safety
274 conditions (< 0.85). In our experiments the residual moisture content after the osmotic treatment was
275 48.5%.

276 A post-drying visual examination showed browning effects on all dried products (on foliage,
277 inflorescences, and twigs) and certain degree of shrinkage (especially for leaves). Browning effects,
278 however, are more evident in hot air treated samples (CONV2) (Fig. 1). The observed differences are
279 related to the drying physic aspects. In microwave-assisted drying processes, samples are subjected
280 to less thermal stress: in fact, even if they are exposed to higher temperatures, the exposure time is
281 considerably shorter. In this study, the maximum temperature values reached on surface oregano
282 structures, measured during microwave irradiation, were in the range of 55 – 70 °C (hot spot values).
283 Reduced thermal effects allow lower chemical degradation processes (losses of aromas, vitamins,
284 proteins, color) preserving sensorial and nutritional aspects (Guinè, 2018). On the other hand, an
285 ultra-rapid transport of matter (migration of humidity from herbs to the process environment) can
286 cause severe tissue damage. High speed of transport of matter can have repercussions on the structural
287 properties (cracking events) compromising, even deeply, any subsequent processes such as
288 rehydration and cooking of dried vegetables (Barba and D'Amore, 2012).

289 It is therefore essential to choose the correct dehydration method according to the use of the plant. In
290 fact, in sauces, spices with a bright color and not oxidized are preferred; this guarantees a greater
291 presence in percentage of compounds with a strong biological action, useful for the pharmaceutical
292 and nutraceutical sectors.

293 One method for assessing tissue damage in herbs and other plant matrices, is the assessment of
294 electrolyte loss, which is considered an indirect measure of cell wall integrity (Martínez-Sánchez et
295 al., 2011; Mihailova et al., 2018; Barba et al., 2019).

296 Tissues alterations of vegetables (and fruits), due to the injuries of thermal or other kinds treatments
297 or not suitable storage conditions, result in an increase in the rate of ions released by the vegetal
298 structures when placed in a dissolution medium (Guinè, 2018). In this study to evaluate the impact of
299 drying methods, based on heat transfer (convective and radiative mechanisms) on tissue structure
300 preservations of oregano dried samples, mineral leaching in distilled water was investigated.

301 In Fig. 2 results of electrical conductivity measurements are summarized. As shown, mineral losses
302 increase in time for all the treated samples. The lower electrolytes leakage was found for MW3 dried
303 products in which best tissue preservation can be assumed. More disruptive characteristics has been
304 indeed showed by MW1 protocol as can be seen from the values of the aqueous bulk conductivity.
305 After 48 h, the values of electrolytes leakages for MW3 and MW1 dried products keep showing
306 differences (694 ± 5 and 946 ± 8 $\mu\text{S}/\text{cm}$, respectively, data not showed) demonstrating an effective
307 different impact of microwave heating on vegetal tissue.

308 Shade (CONV1) and hot air (CONV2) dried samples exhibit comparable electrolytes losses values
309 confirming tissue damages due to the dehydration via CONV1 method, with damages mainly due to
310 natural metabolic effects post-harvest at room conditions; and via CONV2 method, with damages
311 mainly due to prolonged exposure at high temperature (after 24 h, 759 ± 28 and 725 ± 12 $\mu\text{S}/\text{cm}$,
312 respectively, data not showed).

313 MW2 dried products present similar trends of samples MW1 and MW3 with intermediate
314 conductivity values which can presume an in-between tissue stress.

315

316 *3.2 Effect of drying methods on the essential oil yield*

317 The plants dried before distillation, can, usually, have an increase or a reduction in terms of yield
318 (Rahimmalek and Goli, 2013). These differences of values may be due to the drying time and the

319 temperature used in the different drying methods (Sellami et al., 2011). In particular, the higher yield
320 was obtained from the sample dried with MW3 and CONV1 methods (2.20 % and 0.72 % w/w,
321 respectively). The yields of the essential oil obtained from the fresh plant, and CONV2, MW1, MW2
322 and OT drying method were respectively 0.25, 0.40, 0.14, 0.21, and 0.01%. It is reported that the
323 essential oil content depends on drying method, temperature, drying time, and plant species, also
324 because the moisture level between samples dried with different methods, could be highly
325 changeable. For example, in *Thymus daenensis* Celak. the highest essential oil amount was observed
326 after drying in oven at 35 °C (Mashkani et al., 2018); instead *Origanum vulgare* L. ssp. *hirtum* after
327 air-drying, showed a minor decrease in essential oil yield when compared with fresh plant material
328 respect to our data (Jerković et al., 2001).

329

330 **3.3 Effect of drying methods on essential oil composition**

331 The table 2 reports variation in *O. vulgare* essential oils obtained under the six different drying
332 methods compared to the essential oil obtained from fresh plant. Altogether, 39 constituents were
333 identified, accounting for 97.8-98.8% of the total oils. The highest number of constituents (36) was
334 detected in the EO obtained after MW2 drying treatment, while in the EO obtained from fresh sample
335 only 15 components were found. These changes were probably due to the formation of new
336 compounds by oxidation, glycoside hydrolysis, esterification, and/or other processes (Ghasemi
337 Pirbalouti et al., 2013).

338 Also changes in percentages of main chemical groups are reported in Fig.3. Monoterpene
339 hydrocarbons represents 27.3-44% of total EOs, oxygenated monoterpenes 27.8-42.9%,
340 sesquiterpenes hydrocarbons 19-27.8% and oxygenated sesquiterpenes 4.9-10.3%.

341 A possible factor influencing the observed changes among the treatments can be related to the
342 different molecular weight, in fact monoterpenes have lower molecular weight than sesquiterpenes
343 (Stewart, 2005), and thus could be driven from the tissue during the drying process and easily
344 evaporated. In fact, monoterpenic hydrocarbons, which are the smallest and most volatile compounds

345 present in essential oils, for their chemistry, are obviously more abundant in the oil obtained from the
346 fresh sample, compared to the oils obtained from the dried samples.

347 Oxygenated monoterpenes are mainly present in oil obtained from samples dried by convective
348 treatment at room conditions (CONV1). Oxygenated sesquiterpenes are present only in the essential
349 oils of samples dehydrated by convective hot air conditions (CONV2), microwave heating (MW2
350 and MW3) and by osmotic treatment (OT). These differences in chemical composition can be due
351 both to a hydrolytic process and to oxidation reaction (Drinic et al., 2020). Moreover, as reported by
352 Ghasemi Pirbalouti et al. (2013), the increase of the temperature caused a conversion of some
353 monoterpenes into sesquiterpenes.

354 The different drying methods used influenced the chemical composition of the EOs, with many
355 differences in number and percentage of constituents as reported in Table 2. Some constituents were
356 present in significantly greater quantities in the fresh sample than in the dried samples (highlighted
357 with* in Table 2).

358 Carvacrol (ranging from 56.2% to 81.4%) was the main constituent in all samples. Specifically, the
359 compound showed different amounts in relation to drying methods respect to the fresh plant: in fact,
360 carvacrol increased with all drying methods ($p < 0.0001$) except for OT in which a significant decrease
361 ($p < 0.0001$) of compound was recorded compared to the fresh sample. This finding agrees with
362 previous studies (Kokkini et al., 1991; Adam et al., 1998; Elshafie et al., 2017).

363 In particular, major differences between fresh and dried samples were observed for α -pinene (0.1-
364 2.1%), *p*-cymene (1.6-17.7%) and γ -terpinene (0.8-14.2%); in fact these compounds were present in
365 lesser percentage in almost all dried samples respect to the fresh material ($p < 0.0001$); on the other
366 hand, γ -terpinene were present in higher amount in samples after osmotic treatment (OT) ($p < 0.0001$)
367 respect to the fresh sample. Also β -pinene was present in a lesser amount in all dried samples, respect
368 to fresh sample, mainly in MW1 and MW2 with a p value < 0.0001 ; the same compound is present,
369 in higher amount, in samples after osmotic treatment (OT) ($p < 0.0001$) respect to the fresh sample.

370 Thimoquinone (0.5-3.5%) and thymol methyl ether (0.4-1.8 %), oxygenated monoterpenes, are also
371 present in lesser amounts in fresh sample than dried ones (Fig. 4).

372 Also linalool, an other oxygenated monoterpene, was in major quantity in MW1, MW2 and OT
373 samples ($p < 0.0001$). Isoborneol was present in higher amount in samples obtained with shade and
374 hot air-drying methods (CONV1 and CONV2) respect to the fresh sample ($p < 0.0001$ for CONV1
375 and $p < 0.01$ for CONV2),.

376 For germacrene A an increase of percentage in MW1 and OT samples ($p < 0.0001$) and a decrease with
377 $p < 0.05$ for MW3 sample and $p < 0.01$ for CONV1 and CONV2 samples were observed.

378 Moreover, other constituents were not detected in some treatments but present in other. For example,
379 aromadendrene and *iso*-caryophyllene were present in all EOs except in that obtained from fresh
380 sample; only traces of α -bisabolol have been found in the EOs extracted from samples dried. In
381 general oxygenated sesquiterpenes, not detected in fresh sample, are present in some dried samples
382 in percentages ranging from 4.9 to 10.3 %. These results agree that the drying methods probably
383 contribute to increasing the relative quantity of oxidized substances present. Our results corroborate
384 with other studies that showed the presence of essential oil components in dried samples that were
385 absent in essential oil of fresh sample (Sellami et al., 2011; Rahimmalek and Goli, 2013). As
386 previously reported, there are some studies conducted on the effect of drying on the yield and the
387 chemical composition of essential oils extracted from Lamiaceae: specifically, Ahmed et al., (2018)
388 reported that the application of several drying techniques did not cause qualitative changes in EO of
389 *M. pulegium* respect to oil obtained from the fresh samples, but slight quantitative variations on the
390 content of their main compounds; the same changes were registered also for other Lamiaceae
391 including *Ocimum basilicum* (Ghasemi Pirbalouti et al., 2013) and *Thymus daenensis* (Rahimmalek
392 et al., 2013). Also, in our case drying methods had influenced the content of main compounds.

393

394 4. Conclusions

395 In this study, yield and chemical differences of essential oils, obtained from *O. vulgare* aerial parts
396 undergone to six different dehydration methods, were investigated. The results showed that the
397 applied drying method performed as dehydration pre-treatment of aerial parts, has impact on
398 quantitative and qualitative oils features.

399 It was noted that the higher yield, 2.2%, was achieved by the sample treated by microwave heating at
400 the lower power for 35 min (MW3) though the residual moisture content (roughly 12%) can be
401 considered only sufficiently acceptable for microbiological safe storage of dried oregano.

402 Focusing the attention on four classes of constituents (39 constituents have been assayed and grouped
403 in four different classes), it is possible to observe that oxygenated sesquiterpenes are present only in
404 the essential oils of samples dehydrated by convective hot air conditions (CONV2), microwave
405 heating (MW2 and MW3) and by osmotic treatment (OT).

406 Moreover, carvacrol, compound of particular interest due to its important biological activities, is the
407 main component in all the essential oils even if with different percentages (56-81.4%).

408 Under drying process point of view, the applied approach in microwave heating, based on simplified
409 protocols, showed reduced process time (as expected due to the ability of fresh oregano to interact
410 with microwave), relevant aspect for an industrial implementation (requirement of only basic plant
411 components such as microwave source / heating compartment and in - out materials conveyors) and
412 product features (extracted essential oil) enhanced in terms of yield (MW3 samples) and detected
413 constituents (MW3 samples) reasonable due to secondary effects of microwave heating on oxidation,
414 glycoside hydrolysis, esterification reactions.

415 The choice of the method for obtaining the essential oil therefore appears crucial not only in relation
416 to the higher yield, but also and above all in reference to the percentage presence of components that
417 can direct the essential oil towards an appropriate use.

418

419 **Acknowledgments**

420 This work was financed by PSR Regione Campania 2014-2020, Misura 16.1.2 "Sostegno per
421 costituzione e funzionamento dei GO del PEI in materia di produttività e sostenibilità
422 dell'agricoltura"; project title "VALORI - *Valorizzazione di specie orticali ed aromatiche proprie
423 della biodiversità campana destinate alla produzione di nuovi alimenti e spezie ad alto valore
424 attraverso nuove tecnologie di processo*" - CUP: B68H19005220009.

425

426 **References**

- 427 Adam, K., Sivropoulou, A., Kokkini, S., Lanaras, T., Arsenakis, M., 1998. Antifungal activities of
428 *Origanum vulgare* subsp. *hirtum*, *Mentha spicata*, *Lavandula angustifolia*, and *Salvia fruticosa*
429 essential oils against human pathogenic fungi. J. Agric. Food Chem. 46, 1739-1745.
430 <https://doi.org/10.1021/jf9708296>.
- 431 Adams R.P., 2007. *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass*
432 *Spectroscopy*. 4th ed. Allured Publishing; Carol Stream, IL, USA.
- 433 Ahmed, A., Ayoub, K., Chaima, A.J., Hanaa, L., Abdelaziz, C., 2018. Effect of drying methods on
434 yield, chemical composition and bioactivities of essential oil obtained from Moroccan *Mentha*
435 *pulegium* L. Biocatal. Agric. Biotechnol. 16, 638–643. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2018.10.016>
- 436 Barba, A.A., D'Amore M., 2012. *Relevance of dielectric properties in microwave assisted processes*.
437 Chapter 6, pp. 91-118 in: *Microwave Materials Characterization- Rijeka InTech*.
438 ISBN:9799533078938.
- 439 Barba, A.A., Naddeo, C., Caputo, S., Lamberti, G., D'Amore, M., Dalmoro, A., 2019. Microwave
440 treatments of cereals: effects on thermophysical and parenchymal-related properties. Foods 9, 14.
441 <https://doi.org/10.3390/foods9060711>.
- 442 Bhatt, S., Tewari, G., Pande, C., Prakash, O., Tripathi, S., 2019. Aroma profile and antioxidant
443 potential of *Origanum vulgare* L.: impact of drying. J. Essent. Oil-Bear. Plants 22, 214-230.
444 <https://doi.org/10.1080/0972060X.2019.1599736>.
- 445 Bhatt, S., Tewari, G., Pande, C., Rana, L., 2018. Impact of drying methods on essential oil
446 composition of *Ocimum americanum* L. from Kumaun Himalayas. J. Essent. Oil-Bear. Plants 21,
447 1385-1396. <https://doi.org/10.1080/0972060X.2018.1543031>.
- 448 Boutebouhart, H., Didaoui, L., Tata, S., Sabaou, N., 2019. Effect of extraction and drying method on
449 chemical composition, and evaluation of antioxidant and antimicrobial activities of essential oils
450 from *Salvia officinalis* L. J. Essent. Oil-Bear. Plants 22, 717-727.
451 <https://doi.org/10.1080/0972060X.2019.1651223>.

- 452 Calín-Sánchez, A., Lech, K., Szumny, A., Figiel, A., Carbonell-Barrachina, A., 2012.
453 Volatile composition of sweet basil essential oil (*Ocimum basilicum* L.) as affected by
454 drying method. *Food Res. Int.* 48, 217–225.
- 455 Calín-Sánchez, Á., Figiel, A., Lech, K., Szumny, A., Martínez-Tomé, J., Carbonell-Barrachina, Á.
456 A., 2015. Dying methods affect the aroma of *Origanum majorana* L. analyzed by GC–MS and
457 descriptive sensory analysis. *Ind. Crop. Prod.* 74, 218-227.
458 <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.04.067>.
- 459 Chua, L. Y., Chong, C. H., Chua, B. L., Figiel, A., 2019. Influence of drying methods on the
460 antibacterial, antioxidant and essential oil volatile composition of herbs: a review. *Food Bioproc.*
461 *Tech.* 12, 450-476. <https://doi.org/10.1007/s11947-018-2227-x>.
- 462 Council of Europe, 2004. *European Pharmacopeia*. 5th ed. Volume I. Council of Europe; Strasbourg
463 Cedex, France. pp. 217–218.
- 464 Davies, N.W., 1990. Gas chromatographic retention indices of monoterpenes and sesquiterpenes on
465 methyl silicone and Carbowax 20M phases. *J. Chromatogr. A* 503, 1–24.
466 [https://doi.org/10.1016/S0021-9673\(01\)81487-4](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(01)81487-4).
- 467 Divya, P., Puthusseri B., Neelwarne B., 2012. Carotenoid content, its stability during drying and the
468 antioxidant activity of commercial coriander (*Coriandrum sativum* L.) varieties. *Food Res. Int.* 45,
469 342–350. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.09.021>.
- 470 Drinić, Z., Pljevljakušić, D., Živković, J., Bigović, D., Šavikin, K., 2020. Microwave-assisted
471 extraction of *O. vulgare* L. spp. *hirtum* essential oil: Comparison with conventional hydro-
472 distillation. *Food Bioprod. Process.* 120, 158-165. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2020.01.011>.
- 473 Elshafie, H. S., Armentano, M. F., Carmosino, M., Bufo, S. A., De Feo, V., Camele, I., 2017.
474 Cytotoxic activity of *Origanum vulgare* L. on hepatocellular carcinoma cell line HepG2 and
475 evaluation of its biological activity. *Molecules* 22, 1435.
476 <https://doi.org/10.3390/molecules22091435>.

- 477 Figiel, A., Szumny, A., Gutiérrez-Ortíz, A., Carbonell-Barrachina, Á.A., 2010. Composition of
478 oregano essential oil (*Origanum vulgare*) as affected by drying method. *J. Food Eng.* 98, 240-247.
479 <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2010.01.002>.
- 480 Ghasemi Pirbalouti, A., Mahdad, E., Craker, L., 2013. Effects of drying methods on qualitative and
481 quantitative properties of essential oil of two basil landraces. *Food Chem.* 141, 2440–2449
482 <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.05.098>
- 483 Goodner, K. L., 2008. Practical retention index models of OV-101, DB-1, DB-5, and DB-Wax for
484 flavor and fragrance compounds. *LWT - Food Sci. Technol* 41, 951-958.
485 <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2007.07.007>.
- 486 Grosch, W., 2001. Evaluation of the key odorants of foods by dilution experiments, aroma models
487 and omission. *Chem. Senses* 26, 533-545. <https://doi.org/10.1093/chemse/26.5.533>.
- 488 Guiné, R., 2018. The drying of foods and its effect on the physical-chemical, sensorial and nutritional
489 properties. *Int. J. Food Eng.* 2, 93-100. <https://doi.org/10.18178/ijfe.4.2.93-100>.
- 490 Janjai, S., Bala, B. K., 2012. Solar drying technology. *Food Eng. Rev.* 4, 16-54.
491 <https://doi.org/10.1007/s12393-011-9044-6>.
- 492 Jennings W., Shibamoto T., 1980. *Qualitative Analysis of Flavour and Fragrance Volatiles by Glass*
493 *Capillary Gas Chromatography*. Academic Press; New York, USA.
- 494 Jerković, I., Mastelić, J., Miloš, M., 2001. The impact of both the season of collection and drying on
495 the volatile constituents of *Origanum vulgare* L. ssp. *hirtum* grown wild in Croatia. *Int. J. Food*
496 *Sci. Technol.* 36, 649-654. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2621.2001.00502.x>.
- 497 Kokkini, S., Vokou, D., Karousou, R., 1991. Morphological and chemical variation of *Origanum*
498 *vulgare* L. in Greece. *Bot. Chron.* 10, 337-346.
- 499 Martínez-Sánchez, A., Tudela J.A., Luna, C., Allende A., Gil M.I., 2011. Low oxygen levels and
500 light exposure affect quality of fresh-cut Romaine lettuce. *Postharvest Biol. Technol.* 59, 34-42.
501 <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2010.07.005>.

- 502 Mashkani, M.R.D., Larijani, K., Mehrafarin, A., Badi, H.N., 2018. Changes in the essential oil
503 content and composition of *Thymus daenensis* Celak. under different drying methods. Ind. Crops
504 Prod. 112, 389-395. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.12.012>.
- 505 Metaxas, A.C., Meredith, R.J., 1983. *Industrial Microwave Heating*, Peter Peregrinus Ltd., London,
506 UK, ISBN 0906048893.
- 507 Mihailova, G., Kocheva, K., Goltsev, V., Kalaji, H.M., Georgieva K., 2018. Application of a diffusion
508 model to measure ion leakage of resurrection plant leaves undergoing desiccation. Plant Physiol.
509 Biochem. 125, 185-192. <https://doi.org/10.1016/j.plaphy.2018.02.008>.
- 510 Orphanides, A., Goulas, V., Gekas, V., 2016. Drying technologies: vehicle to high-quality herbs. Food
511 Eng. Rev. 8, 164-180. <https://doi.org/10.1007/s12393-015-9128-9>.
- 512 Özer, Z., Kiliç, T., Selvi, S., Pasa, C., 2018. Effect of different drying methods and development
513 stages on the essential oil chemical composition of aerial parts of *Origanum vulgare* L. subsp.
514 *hirtum* (link) Ietsw. J. Essent. Oil-Bear. Plants 21, 1403-1409.
515 <https://doi.org/10.1080/0972060X.2018.1439774>.
- 516 Parizotto, C.A., Dall'Oglio, E., de Vasconcelos, L.G., de Sousa, P.T., Taques Filhoa, E.G.R.,
517 Kuhnenb, C.A., 2019. Measuring dielectric properties for microwave assisted extraction of
518 essential oils using single mode and multimode reactors. RSC Adv. 9, 5259.
519 <https://doi.org/10.1039/C8RA08727J>.
- 520 Rahimmalek, M., Goli, S. A.H., 2013. Evaluation of six drying treatments with respect to essential
521 oil yield, composition and color characteristics of *Thymys daenensis* subsp. *daenensis*. Celak
522 leaves. Ind. Crops Prod. 42, 613-619. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.06.012>.
- 523 Sellami, H.I., Rahali, F.Z., Rebey, I.B., Bourgou, S., Limam, F., Marzouk, B., 2013. Total phenolics,
524 flavonoids, and antioxidant activity of sage (*Salvia officinalis* L.) plants as affected by different
525 drying methods. Food Bioprocess Technol. 6, 806-817. [https://doi.org/10.1007/s11947-012-0877-](https://doi.org/10.1007/s11947-012-0877-7)
526 7.

- 527 Sellami, I. H., Wannas, W. A., Bettaieb, I., Berrima, S., Chahed, T., Marzouk, B., Limam, F., 2011.
528 Qualitative and quantitative changes in the essential oil of *Laurus nobilis* L. leaves as affected by
529 different drying methods. Food Chem. 126, 691-697.
530 <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.11.022>.
- 531 Soysal, Y., Arslan, M., Keskin, M., 2009. Intermittent microwave-convective air drying of oregano.
532 Food Sci. Technol. Int. 15, 397-406. <https://doi.org/10.1177/1082013209346588>.
- 533 Sourestani, M., Malekzadeh, M., Tava, A., 2014. Influence of drying, storage and distillation times
534 on essential oil yield and composition of anise hyssop [*Agastache foeniculum* (Pursh.) Kuntze]. J.
535 Essent. Oil Res. 26, 177-184. <https://doi.org/10.1080/10412905.2014.882274>.
- 536 Stankiewicz, A., Moulijn, J., 2004. Re-engineering the chemical processing plant: process
537 intensification. M. Dekker, New York, USA. ISBN 0824743024 9780824743024.
- 538 Stewart, D., 2005. The chemistry of essential oils made simple: God's love manifest in molecules.
539 Care Publications, Marble Hill, MO, USA.
- 540 Thamkaew, G., Sjöholm, I., Galindo, F.G., 2020. A review of drying methods for improving the
541 quality of dried herbs. Crit. Rev. Food Sci. Nutr. 61, 1763-1786.
542 <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1765309>.
- 543 Vega-Mercado, H., Góngora-Nieto, M.M., Barbosa-Cánovas, G.V., 2001. Advances in dehydration
544 of foods. J. Food Eng. 49, 271-289. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(00\)00224-7](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(00)00224-7).
- 545 Wiley, 1998. The Wiley Registry of Mass Spectral Data, with NIST Spectral Data CD Rom, 7th ed.
546 John Wiley & Sons, New York, USA.
- 547

548 Table 1. Samples code and note on selected operative conditions of applied drying methods.

Samples code*	Drying method / operative parameters
CONV1	Shade drying / shady room conditions, 5 days
CONV2	Hot -air drying / static oven at 50 °C, 24 h
MW1	Assisted microwave heating / 2300 W, 10 min
MW2	Assisted microwave heating / 1150 W, 15 min
MW3	Assisted microwave heating / 460 W, 35 min
OT	Osmotic treatment

*Untreated aerial parts are indicated as fresh material

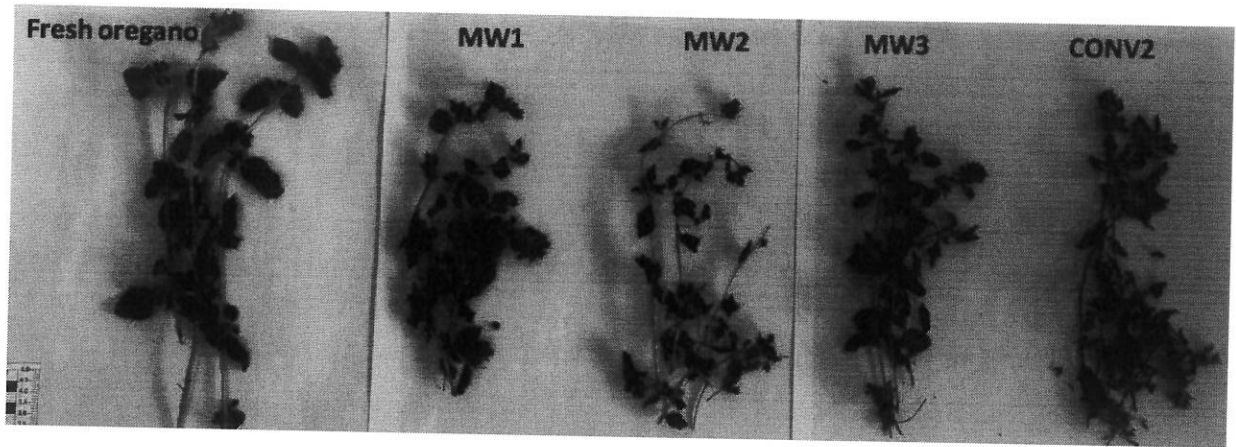
549

550 Table 2. Effects of different drying methods on the essential oil composition of *Origanum vulgare*. Results are expressed as mean percentage ±
 551 standard deviation of three independent determinations.
 552

Compound	Fresh	CONV1	CONV2	MW1	MW2	MW3	OT	KI ^a	KI ^b	Ident. ^c
α-Pinene	2.1 ± 0.1	1.4 ± 0.17 ****	0.5 ± 0.05 ****	0.9 ± 0.04 ****	0.1 ± 0.01 ****	0.2 ± 0.01 ****	1.1 ± 0.09 ****	855	1036	1,2,3
Camphene	0.3 ± 0.01	0.3 ± 0.01	0.2 ± 0.01	0.2 ± 0.01	t ****	t ****	0.2 ± 0.01	871	1075	1,2,3
1-Octen-3-ol	0.2 ± 0.03	0.1 ± 0.01	0.1 ± 0.01	0.4 ± 0.05	t	t	0.2 ± 0.02	896	1451	1,2
1-Nonen-3-ol	-	-	t	-	t	0.1 ± 0.01	0.2 ± 0.01	908		1,2
β-Pinene	0.7 ± 0.05	0.4 ± 0.02 *	0.3 ± 0.04 **	0.4 ± 0.03 ****	0.1 ± 0.02 ****	0.3 ± 0.05 **	2.1 ± 0.2 °°°°	914	1110	1,2,3
α-Phellandrene	-	0.1 ± 0.01	t	t	t	t	0.3 ± 0.05	923	1160	1,2,3
δ-2-Carene	1.1 ± 0.1	0.7 ± 0.05 **	t ****	0.6 ± 0.09	0.1 ± 0.01 ****	0.5 ± 0.04 ****	2.0 ± 0.1 °°°°	934	1146	1,2,3
p-Cymene	17.7 ± 0.2	14.1 ± 0.2 ****	10.2 ± 0.14 ****	16.9 ± 0.1 ****	1.6 ± 0.2 ****	6.1 ± 0.3 ****	6.5 ± 0.3 ****	944	1179	1,2,3
1,8-Cineole	-	-	-	-	0.2 ± 0.03	0.5 ± 0.05	1.1 ± 0.1	947	1210	1,2,3
1,3,8-p-Menthatriene	-	-	-	-	-	0.1 ± 0.01	-	951		1,2
β-Ocimene	-	-	-	-	t	0.2 ± 0.02	1.0 ± 0.11	960		1,2,3
Santolina triene	-	-	-	-	-	0.1 ± 0.01	-	969	1043	1,2
γ-Terpinene	5.8 ± 0.12	2.8 ± 0.14 ****	1.1 ± 0.2 ****	3.7 ± 0.3 ****	0.8 ± 0.03 ****	2.4 ± 0.09 ****	14.2 ± 0.3 °°°°	976	1221	1,2,3
Terpinolene	-	0.4 ± 0.04	0.4 ± 0.04	-	0.2 ± 0.01	0.3 ± 0.04	-	983	1291	1,2,3
cis-Sabinene hydrate	-	0.2 ± 0.02	-	-	t	t	0.3 ± 0.05	1009	1470	1,2
Linalool	0.1 ± 0.01	-	0.3 ± 0.05	-	0.6 ± 0.06 °°°°	0.7 ± 0.05 °°°°	1.5 ± 0.2 °°°°	1014	1537	1,2,3
allo-Ocimene	-	-	-	0.1 ± 0.01	0.1 ± 0.01	t	0.5 ± 0.06	1041	1382	1,2
dihydro-Linalool	-	t	t	-	t	t	0.5 ± 0.03	1046		1,2
Isoborneol	0.4 ± 0.05	0.9 ± 0.06 °°°°	0.8 ± 0.09 °°	0.5 ± 0.09	0.4 ± 0.06	0.5 ± 0.06	0.3 ± 0.01	1072	1642	1,2
Terpinen-4-ol	0.1 ± 0.01	0.1 ± 0.01	0.2 ± 0.01	0.2 ± 0.04	0.3 ± 0.01	0.4 ± 0.04 °	0.5 ± 0.02 °°	1083	1590	1,2,3
α-Terpineol	-	t	0.1 ± 0.01	-	0.1 ± 0.01	0.1 ± 0.01	0.2 ± 0.01	1100	1662	1,2,3
cis-dihydro Carvone	-	-	-	-	0.1 ± 0.01	0.1 ± 0.01	t	1106		1,2,3
Thymol, methyl ether	0.6 ± 0.02	0.4 ± 0.01	0.5 ± 0.09	0.9 ± 0.06 °	1.8 ± 0.3 °°°°	1.2 ± 0.1 °°°°	0.9 ± 0.09 °	1137	1597	1,2
Tymoquinone	-	t	3.8 ± 0.2	1.1 ± 0.2	0.5 ± 0.04	3.5 ± 0.2	0.5 ± 0.04	1152		1,2

Carvacrol	67.8 ± 0.5	73.9 ± 0.6 ^{oooo}	76.1 ± 0.6 ^{oooo}	68.6 ± 0.4 ^{oooo}	81.4 ± 0.6 ^{oooo}	74.5 ± 0.4 ^{oooo}	56.2 ± 0.3 ^{****}	1211	2225	1,2,3
Carvacryl acetate	-	-	-	-	0.1 ± 0.01	0.3 ± 0.07	0.1 ± 0.01	1280	1868	1,2
Caryophyllene	1.3 ± 0.2	1.3 ± 0.24	1.5 ± 0.4	-	1.3 ± 0.05	2.2 ± 0.2	2.3 ± 0.1	1297	1575	1,2,3
Isocaryophyllene	-	0.1 ± 0.01	0.1 ± 0.01	2.4 ± 0.3	1.4 ± 0.1	0.1 ± 0.01	1.2 ± 0.1	1299		1,2
α-Humulene	0.1 ± 0.01	-	0.1 ± 0.01	0.2 ± 0.03	0.5 ± 0.04 ^{oo}	0.1 ± 0.02	t	1313	1671	1,2,3
Germacrene A	0.4 ± 0.02	0.1 ± 0.01 ^{**}	0.1 ± 0.1 ^{**}	0.3 ± 0.02	1.8 ± 0.1 ^{oooo}	0.8 ± 0.05 [*]	1.4 ± 0.2 ^{oooo}	1359	1747	1,2,3
Caryophyllene oxide	-	-	0.1 ± 0.01	-	0.5 ± 0.06	0.3 ± 0.02	0.3 ± 0.05	1375	1989	1,2,3
Aromandrene	-	0.6 ± 0.07	0.7 ± 0.04	0.2 ± 0.01	1.4 ± 0.14	1.0 ± 0.1	1.7 ± 0.1	1391		1,2,3
β-Ylangene	-	-	0.1 ± 0.01	-	0.4 ± 0.05	0.4 ± 0.07	0.4 ± 0.05	1398	1589	1,2,3
α-Bisabolol	-	-	0.4 ± 0.02	-	1.2 ± 0.1	0.2 ± 0.03	0.2 ± 0.01	1421	2232	1,2,3
Isodaucene	-	-	-	-	t	t	-	1479		1,2
Cubebol	-	-	-	-	0.1 ± 0.01	-	-	1483	1957	1,2,3
δ-Cadinene	-	-	t	-	0.2 ± 0.04	t	-	1506		1,2,3
Germacrene B	-	-	-	-	0.1 ± 0.01	-	0.1 ± 0.01	1521	1776	1,2,3
Cycloisolongifolene, 8-hydro	-	-	-	-	0.2 ± 0.01	-	-	1552		1,2
Total	98.8	97.9	98.0	98.0	97.8	97.7	97.9			
Monoterpenes Hydrocarbons	37.5	38.1	28.6	44.4	30.8	36.6	27.3			
Oxygenated Monoterpenes	37.5	42.9	39.3	27.8	33.3	34.1	42.4			
Sesquiterpenes Hydrocarbons	25.0	19.0	25.0	27.8	25.6	24.4	24.2			
Oxygenated Sesquiterpene			7.1		10.3	4.9	6.1			
Yield (% w/w)	0.25 ± 0.02	0.72 ± 0.05	0.4 ± 0.03	0.14 ± 0.05	0.21 ± 0.02	2.2 ± 0.04	0.01 ± 0.0			

553 *=significantly different at p value <0.05, **= p value <0.01; ***= p value < 0.001; ****= p value < 0.0001 vs. fresh; °= significantly different
554 p value <0.05; °°= p value <0.01; °°°= p value < 0.001; °°°°= p value < 0.0001 vs. fresh; ^{a, b} are the Kovats retention indices determined
555 relative to a series of n-alkanes (C10–C35) on the apolar HP-5 MS and the polar HP Innowax capillary columns, respectively; ^c
556 identification method: 1 = comparison of the Kovats retention indices with published data; 2 = comparison of mass spectra with
557 those listed in the NIST 02 and Wiley 275 libraries and with published data; 3 = coinjection with authentic compounds; c -: not
558 detected; t= trace (<0.1%).



559
560
561

Fig. 1. Oregano samples: fresh sample and dried samples.

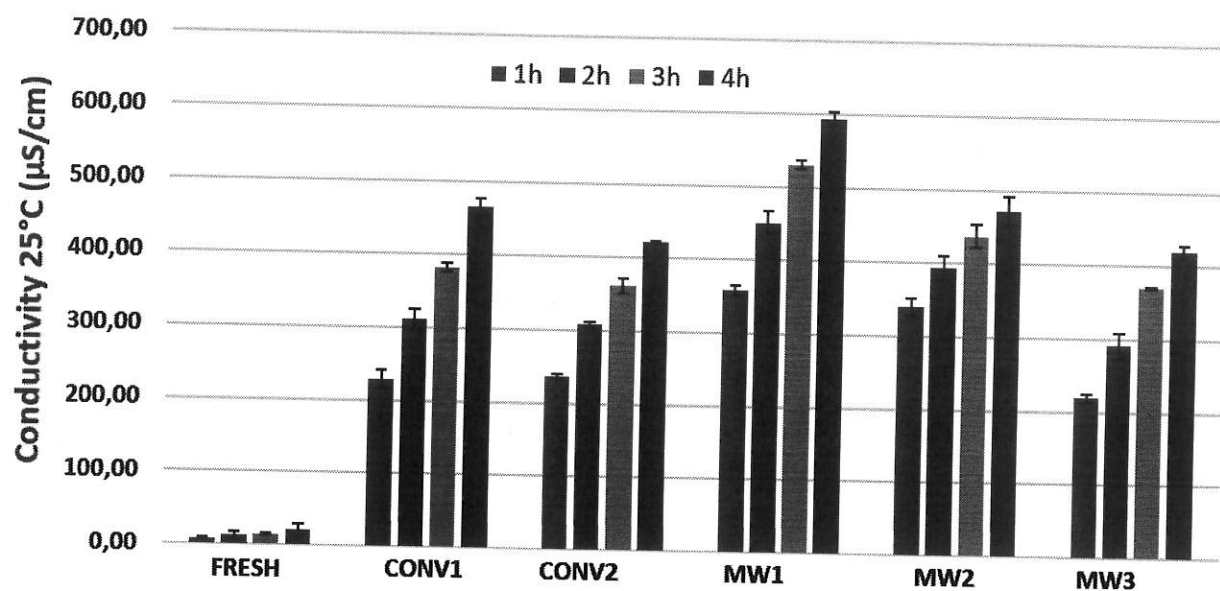
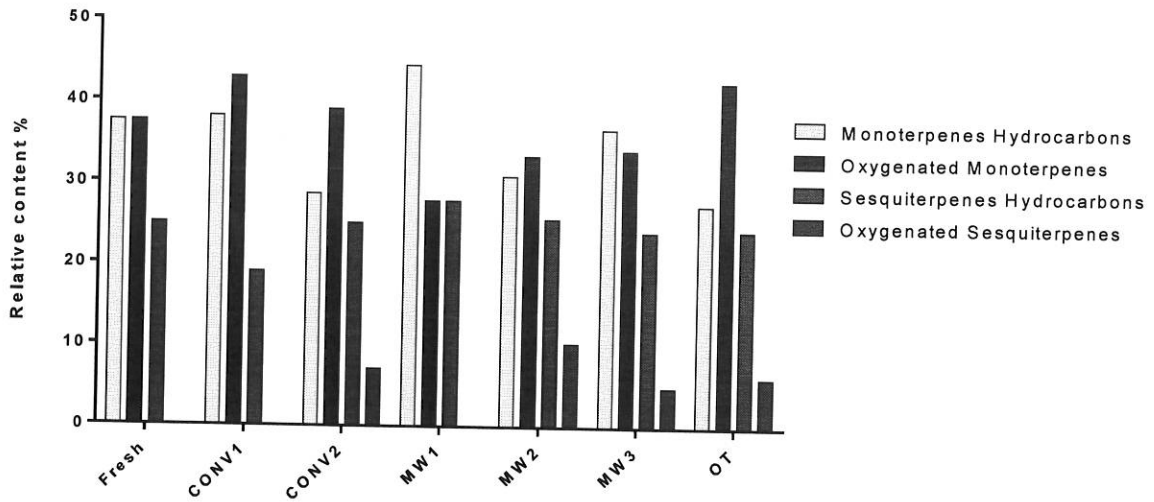


Fig. 2. Electrolytes leakage from oregano samples (fresh and dried).

563

564

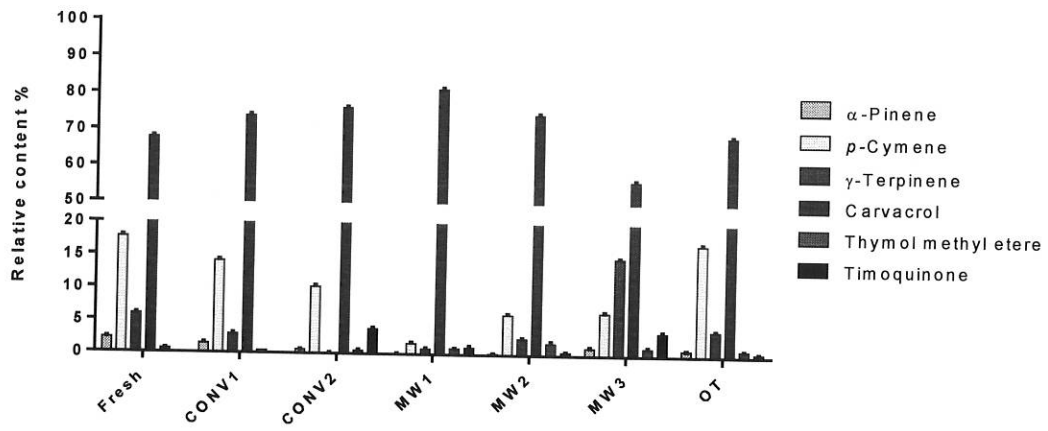
565



567

568 Fig. 3. Percent composition of main chemical groups in the essential oils subjected to different
 569 treatments.

570



571
 572 Fig. 4. Percentage of major components of *O. vulgare* essential oils obtained by different treatments.
 573

Co-evoluzione: è questa la natura del legame che unisce il mondo vegetale alla storia della specie umana. Un legame che ha generato l'impronta globale che i derivati vegetali esercitano, a volte silenziosamente, sulla farmaceutica, sulla cosmetica, sulla nutrizionistica.

Il repertorio di risorse costituito dalle sostanze prodotte e ricavate dalle piante si sta ampliando velocemente, grazie al favore del consumatore e agli orientamenti assunti dalle amministrazioni pubbliche e dall'industria nella direzione di una sempre maggiore sostenibilità ecologica delle politiche produttive. Uno sviluppo che riceverà un ulteriore impulso, oggi ancora non del tutto prevedibile nella sua entità, quando le condizioni per la ripartenza saranno davvero effettive.

Questo processo è supportato dalla continua produzione di **studi scientifici sulle complesse attività biologiche dei derivati botanici** sull'organismo umano e dall'entrata in campo di **biotecnologie innovative applicate alla produzione di sostanze funzionali.**

Innovazione in Botanicals, nuova rivista professionale rivolta a tutti i protagonisti della crescita di questo comparto, vuole testimoniare e documentare proprio questa vivace attività di produzione di nuove conoscenze.

Conoscenze che nascono dalla ricerca di base, ma che possono affermarsi e trovare piena valorizzazione solo grazie alla loro trasformazione in processi applicativi che si realizzano nel mondo delle imprese. Ed è da una *Economia della Conoscenza*, basata sullo straordinario capitale intellettuale di cui le Università dispongono, e capace di generare PIL immune alla vulnerabilità del mondo finanziario, che si dovrà ripartire.

Per questo la rivista vuole **lanciare un ponte tra il mondo scientifico e accademico e quello industriale e professionale, realizzando una comunicazione efficace nelle due direzioni,** per favorire lo scambio tra le acquisizioni e le evidenze scientifiche da un lato e le competenze e il know how dall'altro, senza trascurare ma anzi **valorizzando** in particolare **il ruolo che i giovani possono a buon diritto giocare.**

Solo da questo scambio, infatti, può derivare il futuro di uno sviluppo resiliente, sostenibile e ad alto valore aggiunto del settore.

Una **rivista in italiano** per un settore che in Italia sta conquistando sempre più spazi, **con uno sguardo attento anche a quello che succede in Europa e nel resto del Mondo.**

Il nostro invito quindi è non solo a seguire la rivista, e aiutarci a migliorarla con le vostre critiche e osservazioni; ma anche **a farla vostra**, condividendo i vostri risultati scientifici, se vi occupate di ricerca, e avanzando le vostre proposte innovative, se operate nell'industria.

Buona lettura!



**Il progetto Valori,
possibili innovazioni di processo e di prodotto
nella filiera delle aromatiche**

Anna Angela Barba¹, Pietro de Bartolomeis², Vincenzo De Feo¹,
Lucia Caputo¹, Laura De Martino¹, Raffaele Iorio²,
Francesco Manna², Filomena Nazzaro³, Luca Sgroia⁴

¹*Dipartimento di Farmacia, Università degli Studi di Salerno;*

²*Società Agricola Caselle, Pontecagnano;*

³*Istituto di Scienza dell'Alimentazione, CNR, Avellino;*

⁴*Consorzio per la Ricerca Applicata in Agricoltura, Regione Campania, Napoli.*

Sommario

Il Progetto “VALORI - VALORizzazione di specie orticole ed aromatiche/officinali proprie della biodiversità campana destinate alla produzione di nuovi alimenti e spezie ad alto valore attraverso nuove tecnologie di processo” è stato finanziato dal Programma di Sviluppo Regionale della Campania 2014-2020 - Tipologia di Intervento 16.1.1 “Sostegno per costituzione e funzionamento dei GO del PEI in materia di produttività e sostenibilità dell'agricoltura” - Azione 2 “Sostegno ai POI”. VALORI ha iniziato le attività il 24 settembre 2019.

Il progetto, della durata di 36 mesi, intende intraprendere azioni per la valorizzazione di parte della ricchissima biodiversità vegetale campana di specie aromatiche e più in generale di alimurgiche, proponendo innovazioni di processo e di prodotto.

La biodiversità rappresenta infatti un valore che va tutelato, in quanto minacciata dai cambiamenti climatici e dalla diffusione delle monoculture. È necessaria quindi un'azione che permetta di proteggere le differenti varietà genetiche delle colture alimentari.

Molte matrici alimentari, tra cui specie orticole ed aromatiche, prima di poter essere trasferite dal luogo di produzione al mercato necessitano di trasformazioni finalizzate al miglioramento di caratteristiche quali commestibilità, igienicità, digeribilità e gradevolezza, conservabilità nel tempo.

La scelta della tecnologia di trasformazione più idonea va fatta tenendo conto dell'azione denaturante che i diversi processi possono esplicare sulle proprietà organolettiche e nutrizionali degli alimenti.

Il progetto si propone di rivalorizzare la biodiversità del territorio, di selezionare nuove specie per la produzione di alimenti funzionali e di sviluppare trattamenti innovativi per la stabilizzazione post raccolta e l'essiccamento di matrici orticole e aromatiche, basati sull'irraggiamento a microonde, operando un confronto in termini di resa e di qualità con le tecniche convenzionali.

L'attività di studio è articolata in una approfondita caratterizzazione fitochimica, biologica e termofisica delle matrici vegetali, nella messa a punto di protocolli di trattamento radiativi, nello sviluppo della progettazione di dispositivi a microonde dedicati e infine nella realizzazione di prototipi di alimenti funzionali.

I partner



Figura 1 – Il gruppo operativo

Il Gruppo Operativo, coordinato dal responsabile scientifico del progetto prof. De Feo, si compone di personale specializzato appartenente all'accademia (Università degli Studi di Salerno), all'agroindustria (Azienda Caselle Società Agricola srl) ed al Consorzio per la Ricerca Applicata in Agricoltura, ente che ha lo scopo di integrare in modo sinergico le istituzioni campane che si dedicano alla innovazione nel campo agricolo e agroalimentare (Fejer et al., 2017), in modo da sommare le forze e rappresentare un punto di riferimento per lo sviluppo economico e sociale del territorio regionale

Il gruppo di Botanica Farmaceutica presso il Dipartimento di Farmacia, ha una ampia e consolidata esperienza nell'ambito della caratterizzazione fitochimica di piante officinali (Nazzaro et al., 2020). Attraverso il proprio laboratorio, il gruppo è in grado di applicare con competenza protocolli analitici

avanzati per l'identificazione delle diverse classi dei composti chimici che caratterizzano le specie aromatiche (fingerprint fitochimico) (Caputo et al., 2020; Elshafie et al., 2021), mettendo a disposizione l'uso degli strumenti analitici più idonei per le attività di ricerca proposte nel progetto.

Il gruppo di Impianti Chimici, operante nello stesso Dipartimento, si occupa da lungo tempo delle applicazioni di potenza delle microonde per scopi industriali in ambito chimico-alimentare e farmaceutico e ha maturato esperienze nella progettazione di applicatori a microonde (cavità riverberanti chiuse e dispositivi aperti) (Barba et al., 2020). Il gruppo dispone di apparecchiature, su scala di laboratorio, per l'irraggiamento controllato di materiale di diversa natura nonché di strumenti dedicati alla loro caratterizzazione dielettrica e termofisica in generale, già fruibili per le attività di ricerca che si intende svolgere. Il personale accademico presenta dunque le appropriate competenze per perseguire gli obiettivi del progetto riassumibili nelle parole chiave della tutela della biodiversità genetica delle piante aromatiche autoctone campane e nella loro trasformazione, con l'ausilio di tecnologie innovative a basso impatto ambientale, in alimenti funzionali e a carattere nutraceutico (Caputo et al., submitted). Infine, il Dipartimento di Farmacia collaborerà con ISA-CNR e le aziende produttrici per lo studio della stabilità e della sicurezza microbiologica dei prototipi (Nazzaro et al., 2019).

L'azienda Caselle Società Agricola srl, opera dai primi anni del novecento nella piana del Sele (Agro-Salernitano) ed è stata una delle prime aziende a specializzarsi in produzioni di IV gamma. Il core business aziendale è la produzione di erbe aromatiche fresche (prodotti di I gamma) affiancata, negli ultimi anni, dalla produzione di una varietà di nuovi prodotti a base di erbe aromatiche denominati "semidry" (prodotti semi-essiccati). Le coltivazioni intensive delle specie aromatiche avvengono sotto serra ed in campo aperto seguendo procedure agricole convenzionali a lotta integrata. L'azienda persegue, con la proposta progettuale, l'obiettivo di affermarsi nel settore della trasformazione di erbe aromatiche, ampliando anche l'offerta con nuove erbe officinali e con lo sviluppo di alimenti funzionali; il fine ultimo è l'ottenimento di prodotti secchi, con profilo qualitativo superiore alla media di mercato, attraverso innovazione di processo.

Dal settore dell'industria di trasformazione proviene la figura del tecnologo alimentare, dr. Francesco Manna, che svolge il ruolo di raccordo tra impresa e accademia. L'esperienza del tecnologo, maturata nell'ambito lavorativo specifico per la trasformazione e la commercializzazione delle erbe aromatiche, permette di agevolare le sinergie tra esigenze tecniche aziendali e risultati della sperimentazione scientifica, promuovendo un trasferimento di competenze completo certamente proficuo per l'innovazione di processo.

Il Centro per la Ricerca Applicata in Agricoltura (CRAA) e la sua azienda agricola Improsta da tempo coordinano programmi di diffusione sul territorio regionale dei risultati più significativi delle ricerche realizzate. Le acquisizioni principali ed i risultati dell'attività di ricerca dei gruppi di esperti messi in campo dai Soci, vengono diffusi ed illustrati nei convegni e seminari tematici organizzati allo scopo. Nel progetto, il CRAA attraverso l'azienda Improsta svolgerà funzione di produttore primario fornendo le specie aromatiche/officinali oggetto della sperimentazione e di polo pratico-divulgativo, sul territorio nella piana del Sele (Dalmoro et al., 2015a; Dalmoro et al., 2015b; Dalmoro et al., 2018)) Tutti i componenti del Gruppo Operativo hanno una dunque una matura e puntuale esperienza nei settori di caratterizzazione analitica e di applicazione di nuove tecnologie di trasformazione.

I partner svolgono un ruolo diversificato, coerentemente alle loro attività di produzione o di trasformazione, fornendo le materie prime per lo studio delle matrici aromatiche/officinali di coltivazione e/o spontanee sia per le attività di caratterizzazione fitochimica che per quelle di processo. L'azienda capofila Caselle è anche l'azienda di trasformazione che si occuperà dell'implementazione delle attività innovative basate sulle applicazioni di potenza delle microonde per i processi di stabilizzazione attraverso disidratazione.

I presupposti del progetto

Nell'economia nazionale degli ultimi dieci anni uno dei settori che ha rivelato una crescita costante è quello degli alimenti funzionali o dei cosiddetti nutraceutici. In questo compartimento, i prodotti a base di erbe, i probiotici e i prebiotici rappresentano un'area di crescente interesse scientifico e con un maggior incremento di vendite.

Uno degli aspetti più critici inerenti allo sviluppo di prodotti di origine vegetale è quello legato alle problematiche di qualità delle materie prime che vengono impiegate. Le piante officinali che vengono utilizzate per la preparazione di prodotti nutraceutici possono oggi essere di origine spontanea o derivanti da coltivazioni. E' importante sottolineare come, al momento, una quantità compresa fra il 75% e il 90% delle piante officinali commercializzate al mondo derivi dalla raccolta spontanea e che la coltivazione, seppur in costante incremento, è ancora una realtà marginale. In Europa, per le specie di maggiore impiego, si sta sviluppando un sistema agricolo e agricolo-industriale, basato sulla coltivazione intensiva di queste specie.

L'elenco delle piante officinali coltivate in Italia e di principale interesse per il mercato nazionale ammonta a circa 296 specie, provenienti da diversi paesi del mondo; tra queste ben 142, corrispondenti al 48% del totale, sono coltivate o coltivabili nel nostro Paese. È evidente come la coltivazione delle piante officinali diventerà strategica negli anni a venire rispetto alla raccolta di stock naturali.

L'importanza dei trattamenti tecnologici degli alimenti risiede nel garantire la sicurezza. Attualmente, la tecnologia alimentare include anche il miglioramento delle qualità nutrizionali, sensoriali e funzionali dei vari prodotti attraverso processi basati sul controllo di parametri operativi quali temperatura, tempo di esposizione al calore, condizioni di vuoto, etc. La biodiversità in tutte le sue dimensioni – la qualità, la quantità e la diversità degli ecosistemi – richiede di essere preservata, non solo per motivi sociali, etici o religiosi, ma anche per suoi benefici economici (The Economics of Ecosystems and Biodiversity). Oltre alla biodiversità naturale esiste quella delle specie coltivate in agricoltura, comunemente denominata agrobiodiversità, maggiormente soggetta ad erosione genetica.

La pianta officinale è da considerarsi un "prodotto primario" [Reg. (CE) 852/2004]. La legge n. 99 del 6 gennaio 1931, suddivide le piante officinali in piante medicinali e aromatiche. Esse comprendono fra le 20.000 e le 100.000 specie, che hanno in comune la proprietà di essere vettori di sostanze dotate di attività specifiche, sensoriali, biologiche e farmacologiche e che possono essere utilizzate fresche o essiccate per il consumo diretto o in seguito a diversi processi di trasformazione come integratori, prodotti nutraceutici, cosmetici, prodotti per l'industria tintoria e conciaria.

Il trattamento post-raccolta più diffuso nonché il più antico per la conservazione degli alimenti di origine vegetale, è il processo di disidratazione. Esso è basato sulla riduzione del contenuto di umidità naturalmente presente nei cibi fino ad un tenore residuo ritenuto sicuro. Diversi sono i metodi utilizzati per essiccare gli alimenti. Essi possono essere di tipo fisico (uso di basse e di alte temperature) e chimico (uso di mezzi igroscopici). La stringente spinta alla razionalizzazione delle risorse energetiche degli ultimi decenni e lo sviluppo di una scienza dell'alimentazione attenta ai nuovi stili di vita hanno notevolmente motivato strategie di investimento in nuove tecnologie di stabilizzazione/trasformazione dei cibi. Tra queste il riscaldamento assistito da microonde è senz'altro la tecnologia più investigata per la disidratazione degli alimenti mediante approccio fisico, a basso impatto ambientale, basato sull'esposizione delle matrici alimentari ad elevate temperature per brevi tempi. Le criticità più rilevanti delle applicazioni di potenza delle microonde sono insite nelle lacunose conoscenze delle caratteristiche termofisiche dei materiali, sui possibili effetti avversi inducibili nelle matrici trattate (perdita di nutrienti, danno texturale, etc). Sotto il profilo tecnologico, un non consolidato know-how rende prudenti gli investimenti industriali.

Gli obiettivi del progetto

Obiettivo 1: Recupero e valorizzazione della biodiversità in agricoltura al fine di contribuire allo sviluppo e alla valorizzazione del territorio attraverso l'inserimento in campo di nuove specie e incrementando la presenza di specie non più in uso.

Indicatori: Censimento specie presenti nelle aree rurali di interesse a inizio e fine progetto.

Obiettivo 2: Selezionare piante orticole e/o officinali adatte alla produzione di nuovi alimenti con alto valore nutritivo mediante analisi fitochimica e biologica di estratti e/o oli essenziali e analisi del loro contenuto in prebiotici.

Indicatori: Composizione chimica, attività biologiche, contenuto in prebiotici di estratti e/o oli essenziali derivati dalle specie selezionate.

Obiettivo 3: Sviluppo di nuovi trattamenti per la stabilizzazione post raccolta e per l'essiccamento di matrici orticole e aromatiche basati sull'irraggiamento a microonde (processo fisico), mantenendo un grado qualitativo elevato delle materie prime vegetali.

Indicatori: Accertamento della efficacia dei trattamenti a microonde finalizzati all'ammodernamento dei processi di trasformazione correlabili al miglioramento delle prestazioni economiche aziendali.

Obiettivo 4: Valutare l'efficacia dell'innovazione di processo sia mediante analisi fitochimica e biologica di estratti e/o oli essenziali derivate dalle specie irraggiate, che mediante analisi del loro contenuto in probiotici e prebiotici.

Indicatori: Confronto della composizione chimica, delle attività biologiche, del contenuto in prebiotici delle specie di estratti e/o oli essenziali derivati dalle specie selezionate, prima e dopo l'irraggiamento a microonde.

Obiettivo 5: Messa a punto di modelli di alimenti funzionali.

Indicatori: Analisi del contenuto di prebiotici dei prototipi.

Le fasi del progetto

Il progetto VALORI è articolato in Work Packages (WPs), ciascuno dei quali caratterizzato da azioni e da relative metodologie

WP1 Censimento del patrimonio di biodiversità campana per l'identificazione di orticole e aromatiche da destinare alla trasformazione; scelta di nuove specie e loro domesticazione.

Azioni:

1.1 Indagine sulla biodiversità campana di piante orticole e aromatiche (UNISA e Aziende produttrici). Metodologie: Analisi e selezione delle aree territoriali di maggior interesse, identificazione botanica delle specie e raccolta dati.

1.2 Selezione delle specie più adeguate per la produzione di nuovi alimenti e spezie ad alto valore. Metodologie: Estrazione di metaboliti secondari da matrici vegetali mediante estrazione solido-liquido e/o ottenimento di oli essenziali mediante distillazione in corrente di vapore. Analisi della composizione chimica degli estratti e/o degli oli essenziali ottenuti mediante cromatografia liquida ad alta pressione (HPLC) e gas-cromatografia accoppiata alla spettrometria di massa (GC/MS). Valutazione dell'attività biologica *in vitro* degli estratti e/o degli oli essenziali ottenuti, che permetterà di identificare le specie più adeguate al raggiungimento degli obiettivi finali del progetto.

1.3 Rivalorizzazione del territorio. Metodologie: Messa in coltura di nuove specie vegetali e/o di specie ritenute a 'rischio' per il loro ridotto utilizzo rispetto al passato, attraverso il recupero e la coltivazione di erbe officinali spontanee dell'area mediterranea.

WP2 Valutazione del contenuto in prebiotici delle specie selezionate, prima e dopo l'innovazione di processo, in modo da ottenere orticole/specie con alto valore nutraceutico aggiunto

Azioni:

2.1 Valutazione dell'innovazione di processo. Metodologie: Estrazione di metaboliti secondari e/o ottenimento di oli essenziali da matrici vegetali dopo l'innovazione di processo descritto nel WP3, studio delle loro attività biologiche *in vitro*, analisi e confronto dei dati con quelli ottenuti nel WP1.

2.2 Valutazione del contenuto in probiotici e prebiotici prima e dopo l'innovazione di processo. Metodologie: Analisi del contenuto in prebiotici mediante metodi chimici combinati con metodi spettroscopici degli estratti e/o degli oli essenziali ottenuti dal WP1 delle specie selezionate e confronto con quelli ottenuti nella prima parte del WP2. La composizione degli oli essenziali, ottenuti attraverso distillazione in corrente di vapore, è studiata tramite gas cromatografia accoppiata a spettrometria di massa.

WP3 Messa a punto di nuovi protocolli di processo delle specie orticole/aromatiche mediante la tecnologia delle applicazioni di potenza delle microonde

Azioni:

3.1 Valutazione proprietà termofisiche; comportamento all'irraggiamento. Metodologie: sviluppo di protocolli per l'applicazione delle più avanzate metodologie di caratterizzazione termofisica (conducibilità termica, diffusività termica, proprietà dielettriche, contenuto di umidità, proprietà meccaniche, dimensionali, di forma) e fitochimica a campioni rappresentativi delle specie vegetali selezionate nelle attività del WP2 nelle fasi di post raccolta, durante lo stoccaggio, in trasformazione e sul prodotto finito, fornite dalle aziende produttrici. Allo scopo saranno utilizzati mezzi tecnici (strumenti analitici commerciali ed home made) già disponibili nei laboratori dell'ente UNISA.

Risultati attesi: incremento delle conoscenze quali-quantitative delle proprietà termofisiche e fitochimiche di specie aromatiche/ officinali più rappresentative.

3.2 Test di sensitività per trattamenti assistiti da microonde. Metodologie e mezzi tecnici: sviluppo, su scala di laboratorio, di campagne sperimentali di operazioni di irraggiamento in condizioni statiche e/o dinamiche del carico in cavità riverberanti a microonde commerciali (2.45 GHz; potenza variabile in condizioni di diversa configurazione del carico, trattamenti combinati con flussi convettivi di aria calda/fredda) di campioni rappresentativi delle matrici in esame (post-raccolta, durante stoccaggio, in trasformazione) fornite dalle aziende produttrici.

Risultati attesi: indicazioni sui parametri di processo ottimali in relazione al profilo qualitativo (attraverso determinazioni analitiche termofisiche e fitochimiche) dei prodotti vegetali post-trattamento (in relazione al profilo qualitativo pre-trattamento). Particolare rilievo sarà dato all'incidenza del trattamento a microonde in relazione alle parti strutturali della matrice vegetale che si ritengono di maggiore interesse (apparato fogliare, fusto o altro) investigando, al contempo, possibilità applicative dei prodotti definibili di scarto (uso come ammendante, colorante, altro).

WP4 Sviluppo di macchine prototipali come strategia di ammodernamento tecnologico delle imprese agricole sul territorio

Azioni:

4.1 Progettazione dispositivo prototipale. Metodologie: definizione dell'idea progettuale relativa al miglior dispositivo a microonde per l'irraggiamento in continuo delle matrici selezionate al WP2 e avvio dei contatti con fornitori per lo sviluppo del progetto esecutivo: dimensionamento strutturale, potenza radiativa, potenzialità di impianto; selezione componenti specifici per l'irraggiamento (numero e potenza dei magnetron, caratteristiche guide d'onda, etc) e altre parti strutturali (tramogge di carico e scarico, nastro trasportatore per dispositivo a tunnel o tamburo per dispositivo a cilindro rotante, etc).

4.2 Sviluppo parte tecnica di installazione e collaudo. Mezzi tecnici: individuazione e idoneo allestimento dell'ambiente (installazione dei servizi tecnici ausiliari, predisposizione di tutti i sistemi

per la messa in sicurezza dell'impianto prototipale e di della salubrità dell'ambiente di lavoro – luci, umidità, polveri sospese, etc...) per l'ubicazione e la messa in esercizio della apparecchiatura prototipale progettata e fatta realizzare. Costruzione e collaudo del prototipo attraverso interfacciamento con ditta fornitrice individuata per la realizzazione del prototipo come da specifiche di progetto.

4.3 Esercizio macchina prototipale. Metodologie: addestramento di personale aziendale per la conduzione efficace e in sicurezza dell'apparecchiatura prototipale.

WP5 Ottenimento di modelli alimentari per il mercato alimentare/nutraceutico

Azioni:

5.1 Selezione delle specie da utilizzare per l'ottenimento di modelli alimentari idonei per il mercato alimentare e/o nutraceutiche. Metodologie: Analisi dei dati riguardanti la composizione chimica, l'attività biologica e il contenuto in composti fitochimici delle specie irraggiate con le metodiche descritte nel WP3 e nel WP4 che hanno conservato e/o migliorato post trattamento le loro qualità aromatiche, chimiche e organolettiche. Risultati attesi: Definizione, specie per specie, delle correlazioni tra protocolli radiativi applicati e profilo fitochimico preservato.

5.2 Definizione di modelli di nuovi alimenti, ovvero ottenimento di modelli di nuovi alimenti e/o specie aromatiche e officinali e orticole ad alto valore nutritivo (aziende trasformatrici e produttrici), come ad esempio erbe officinali e ortaggi disidratati; farine di erbe officinali da utilizzare come ingredienti per alimenti funzionali; estratti di erbe, da utilizzare come integratori, coloranti e conservanti naturali; creme e pesti funzionali, tisane e infusi. Metodologie: Analisi della composizione chimica e test di attività *in vitro* dei composti di interesse, test di ricetta, analisi microbiologiche, prove di shelf-life, consumer test, panel test.

WP6 – Divulgazione

Azioni

Le azioni di questo WP sono finalizzate a divulgare e disseminare l'innovazione attraverso canali convenzionali e digitali; garantire la massima fruibilità delle informazioni e dei risultati raggiunti; trasferire i risultati raggiunti a tutti i portatori di interesse.

I risultati finora raggiunti

Già nella fase precedente all'inizio delle attività, si è iniziato lo studio relativo al censimento del patrimonio di biodiversità campana, per l'identificazione di specie orticole e aromatiche da destinare alla trasformazione (WP 1). Questa attività, che si è concentrata soprattutto nell'area cilentana, ricchissima di biodiversità e di tradizioni alimentari che prevedono il largo impiego di specie alimurgiche, ha permesso il riconoscimento e la individuazione di un elevato numero di specie vegetali, potenziali candidate per le successive attività del progetto.

Contestualmente, l'ampio confronto con la letteratura scientifica esistente e l'analisi del fabbisogno del mercato, ha portato, in prima istanza, alla individuazione di alcune specie orticole (rucola selvatica, *Diplotaxis tenuifolia* e smirnio, *Smiranium olusatrum*) e di specie aromatiche di largo impiego nel comparto agro-alimentare: origano, in due accessioni origano "bianco" e origano "rosso", *Origanum heracleoticum*, finocchio selvatico, *Feoniculum vulgare* var. *vulgare*, aneto, *Anethum graveolens*, maggiorana, *Origanum majorana*, timo, *Thymus vulgaris*.



Figura 2 - *Diplotaxis tenuifolia*



Figura 3 - *Origanum majorana*



Figura 4 - *Foeniculum vulgare* var. *vulgare*

In questa fase preliminare di progetto si è provveduto a raccogliere materiale di propagazione per la successiva domesticazione.



Figura 5 - Frutti di *Smiranium olusatrum*

Il materiale così ottenuto è stato destinato alla propagazione presso l'azienda Caselle e presso l'azienda Improsta del CRAA.

Le immagini seguenti sono esemplificative del lavoro di domesticazione effettuato prima in ambiente protetto e poi in pieno campo presso l'azienda agricola capofila.

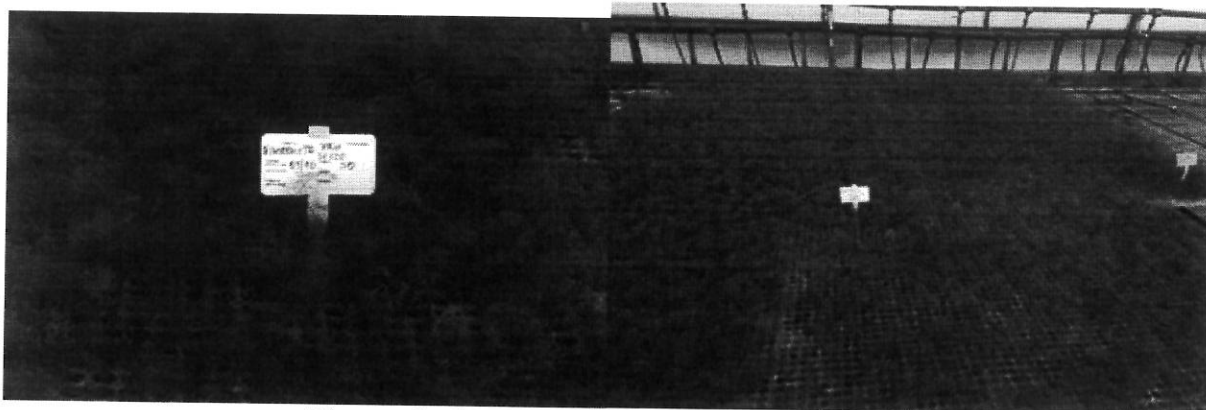


Figura 6 - Semina in alveolo in camera di crescita



Figura 7 - Origano rosso



Figura 8 - Origano bianco



Figura 9 - *Smirnium olusatrum*



Figura 10 - *Diplotaxis tenuifolia*



Figura 11 - *Foeniculum vulgare* var. *vulgare*

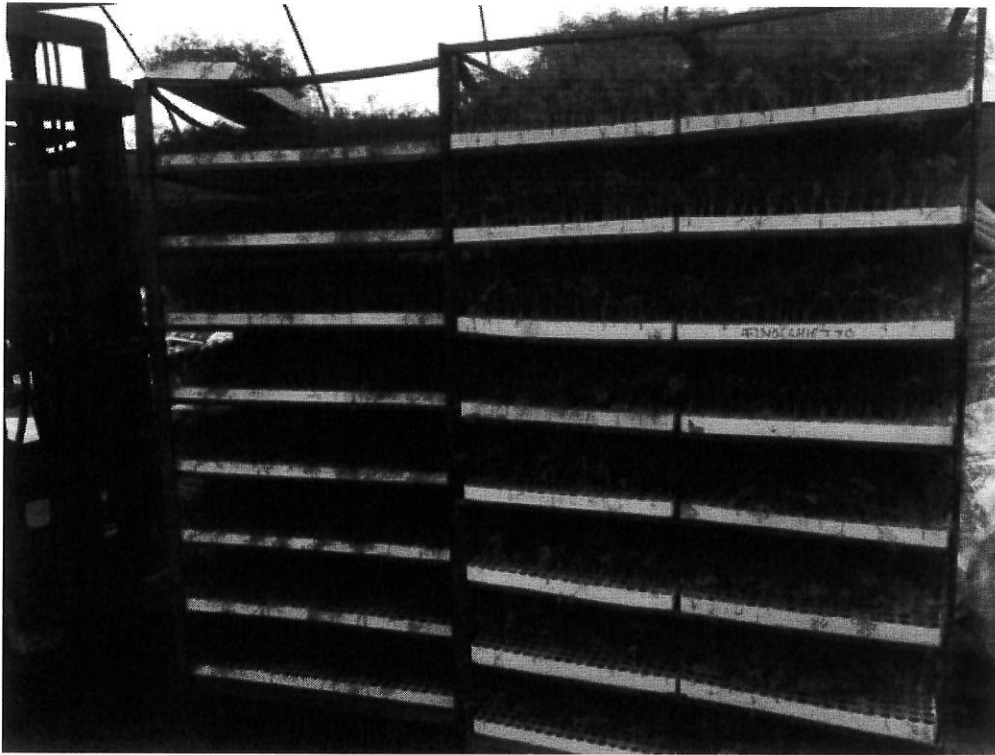


Figura 12 - Aneto selvatico a sinistra, finocchio selvatico a destra



Figura 13a - Coltivazione su pacciamatura



Figura 13b - Coltivazione su pacciamatura



Figura 13c - Coltivazione su pacciamatura

Le attività di domesticazione delle specie selezionate hanno avuto successo, ad eccezione dello smirnio che, dopo una prima fase positiva, mostra problematiche di sviluppo in pieno campo.

Successivamente, il materiale vegetale proveniente dalla domesticazione è stato sottoposto a distillazione in corrente di vapore per quanto concerne le specie aromatiche e ad estrazione con solventi green relativamente alla rucola selvatica ed allo smirnio. E' stato valutato il profilo fitochimico sia degli oli essenziali che degli estratti.



Figura 14 – Materiale pronto per la distillazione

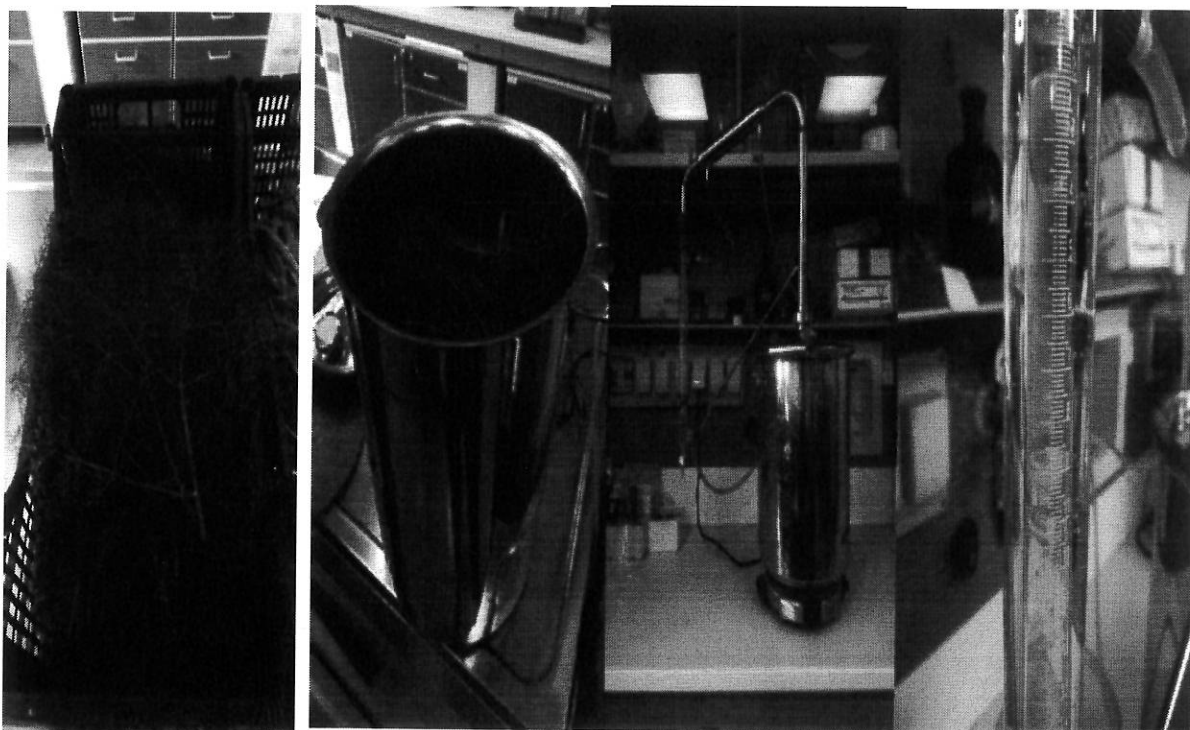


Figura 15 – Distillazione



Figura 16 – Alcuni degli oli essenziali ottenuti

Le analisi gas cromatografiche e quelle di gas cromatografia accoppiata alla spettrometria di massa hanno permesso il riconoscimento della composizione fine degli oli essenziali ottenuti dalle accessioni coltivate.

Sono riportati a titolo di esempio i cromatogrammi delle due accessioni di origano.

Da segnalare la presenza di due accessioni di origano (“bianco” e “rosso”) probabilmente appartenenti a chemotipi diversi e che nel prodotto domesticato presentano resa e composizione differente.

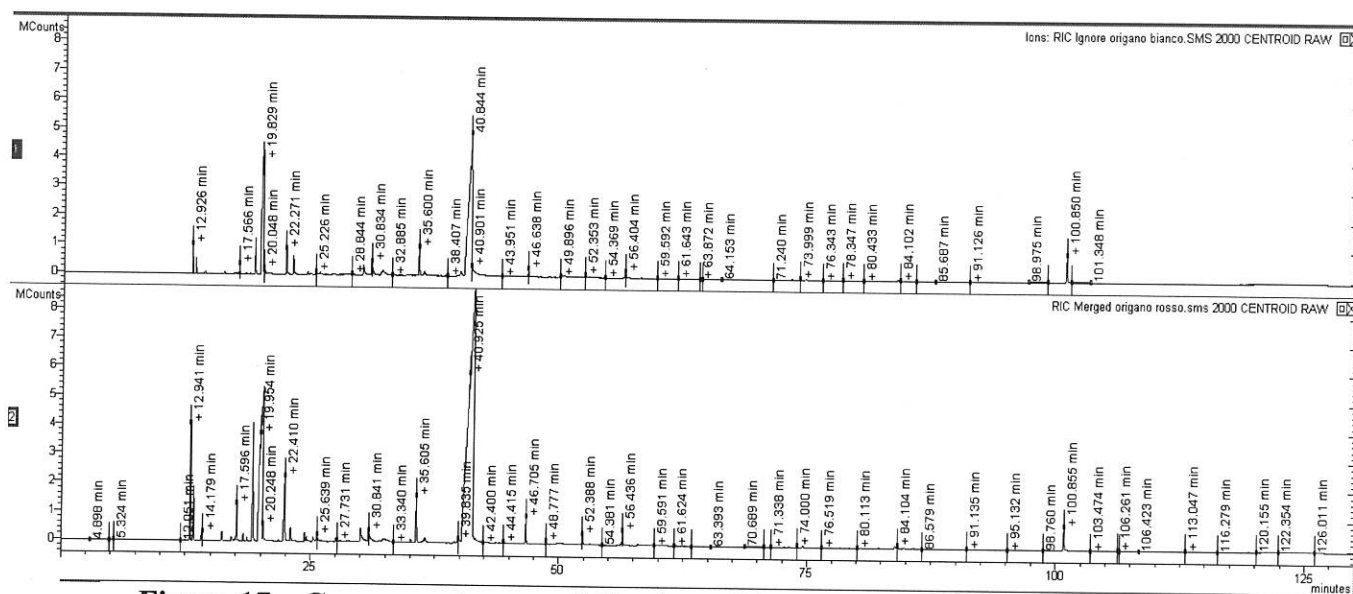


Figura 17 – Gas cromatogrammi di origano bianco (sopra) e origano rosso (sotto)

L’attività è proseguita con la caratterizzazione del contenuto in metaboliti secondari (probiotici e prebiotici) sul materiale vegetale domesticato.

E’ stato intrapreso lo studio di nuove tecnologie di processo, prima su scala di laboratorio e poi attraverso la realizzazione progettuale del prototipo.

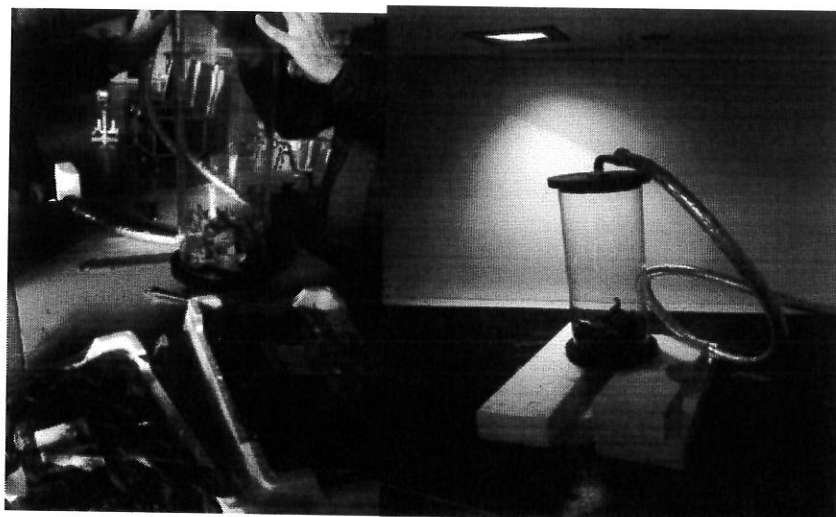


Figura 18 - Prove preliminari su scala di laboratorio

L'incontro ha visto la partecipazione di un nutrito gruppo di imprenditori ed aziende agricole, in particolare della piana del Sele, interessati al progetto ed alle innovazioni previste. Hanno, inoltre, partecipato studenti di scuole ad indirizzo agrario presenti sul territorio.

Per l'occasione, è stato realizzato materiale divulgativo a stampa, brochure, totem informativi, cartelloni recanti le finalità del progetto, a disposizione di Enti pubblici e privati ed imprenditori potenzialmente interessati all'iniziativa.

Nell'ambito del WP6, a gennaio 2020, sono stati realizzati

- un sito web dedicato, reperibile alla pagina www.progettovalori.it, nel quale sono state inserite informazioni circa gli obiettivi progettuali e i componenti del partenariato,
- una pagina Facebook, raggiungibile al link <https://www.facebook.com/progettovalori/>,
- un account Instagram.

Al fine di adempiere agli obblighi di pubblicizzazione richiesti, nella pagina dedicata alle news sono stati pubblicati gli avvisi di selezione per le borse di studio inerenti attività di ricerca e per l'affidamento degli incarichi ad esperti esterni, previsti per il primo anno di attività.

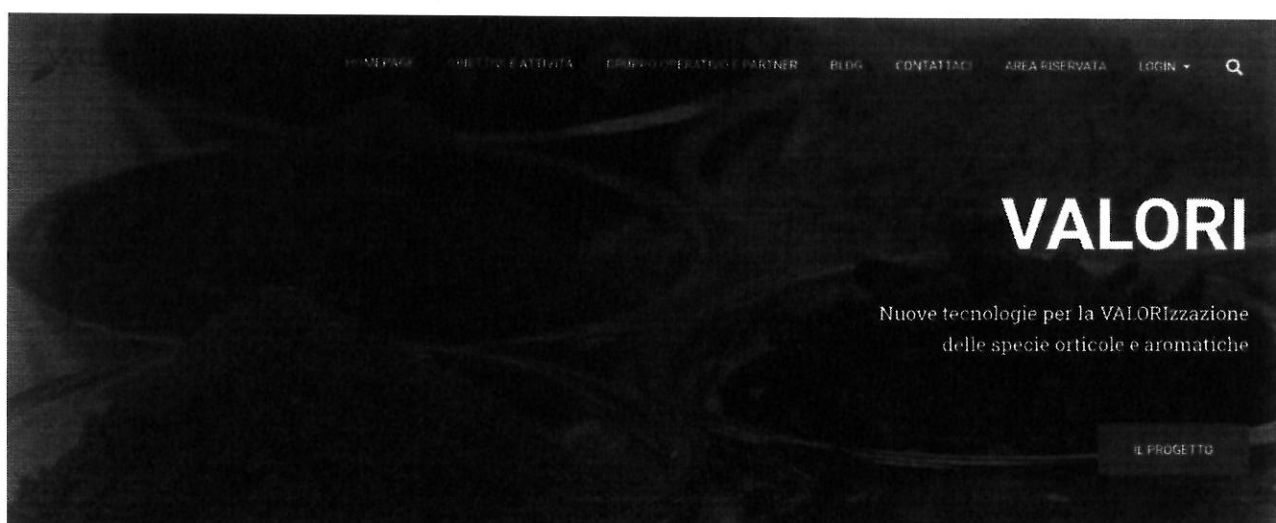


Figura 21 - Home page del sito del progetto VALORI



Azienda Caselle Società Agricola Srl

ELODY

ELODY è il brand della azienda agricola Caselle che opera dai primi anni del novecento nella Piana del Sele (agro salernitano) e nasce da una lunga tradizione familiare maturata con passione e competenza.



Dipartimento di Farmacia

UNISA

Gruppo di Botanica Farmaceutica
Gruppo di Impianti Chimici



CRAA

CENTRO PER LA RICERCA APPLICATA IN AGRICOLTURA

Lo scopo del CRAA è quello di integrare e mettere in sinergia, alcune tra le istituzioni

Privacy & Cookies Policy

Figura 22 - Il Gruppo Operativo del Progetto VALORI (www.progettovalori.it)

Nel secondo anno, l'attenzione è stata centrata sulla domesticazione di *Portulaca oleracea* e su alcune accessioni autoctone di aglio, prime fra tutte l'aglio orsino (*Allium ursinum*).

La portulaca è una specie infestante che ha interessanti contenuti di acidi grassi omega 3 e di vitamine A e C, tali da suscitare un notevole interesse nel comparto agroindustriale. L'evidente limite è costituito dalle difficoltà tecniche di disidratazione. Perciò, la pianta è stata sottoposta sia alla disidratazione classica sia ai metodi innovativi previsti dal progetto ed i risultati ottenuti sono lusinghieri, confortati anche dal buon rapporto qualità-composizione del prodotto disidratato.



Figura 23 - Prove di disidratazione di portulaca

Nella fase vivaistica, sono stati individuati i protocolli più adeguati per la germinazione e replicazione delle specie di interesse. Successivamente, sono stati realizzati dei campi sperimentali sotto serra mettendo a confronto varie prove di coltivazione, realizzate attraverso l'impiego di diverse pratiche agronomiche. Il fine è stato quello di ottimizzare i flussi e rendere riproducibile, su scala aziendale, i protocolli di coltivazione ottenuti e al tempo stesso cercando di ridurre l'uso di fitofarmaci. Attualmente, si sta studiando la coltivazione della portulaca e di alcuni aglio autoctoni (*Allium ursinum*, *A. triquetrum*, *A. neapolitanum*).

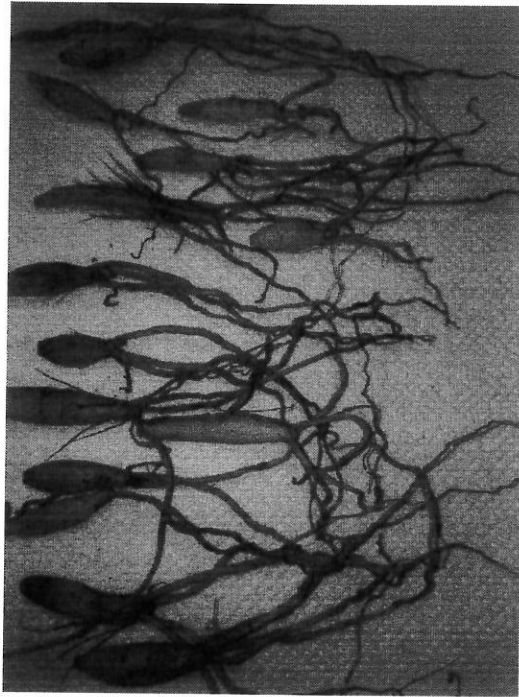


Figura 24 - Bulbi di aglio orsino

Diversi metodi di disidratazione (convettivi a diverse temperature CONV1 e CONV2; assistiti da microonde a diverse potenze MW1, MW2, MW3; trattamento osmotico OT) sono stati applicati per l'origano rosso, correlando, nel frattempo, la tecnica adoperata con la resa quali-quantitativa della matrice vegetale.

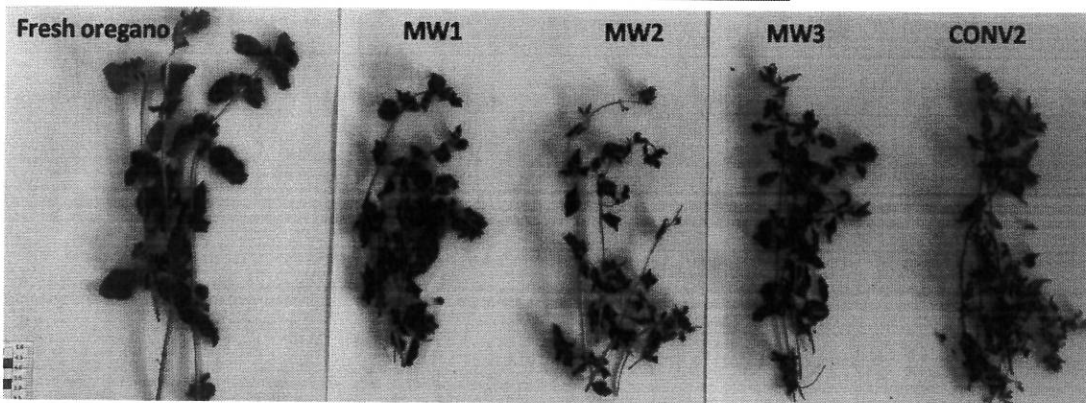
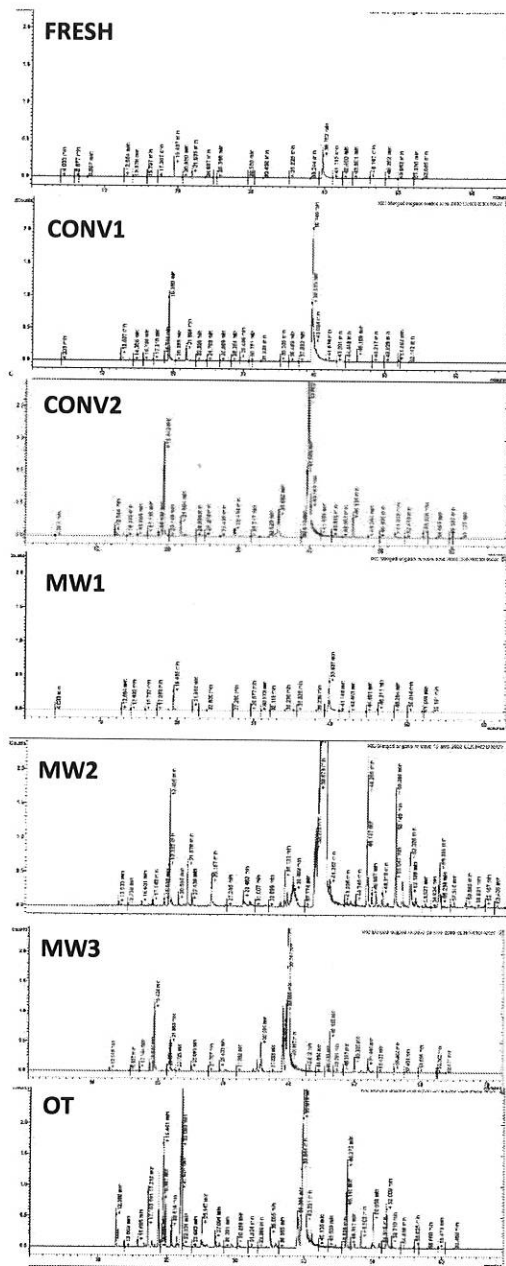


Figura 25 – Confronto dell'effetto dei vari trattamenti sull'origano rosso

Infine, è iniziato il trasferimento dei processi assistiti da microonde dalla scala di laboratorio a quella industriale. Il progetto VALORI, infatti, prevede la progettazione e la successiva realizzazione di un

prototipo per l'ottenimento di matrici aromatiche essiccate con alti standard qualitativi, unitamente alla conduzione di processi ottimizzati per consumo energetico e tempi di lavorazione.

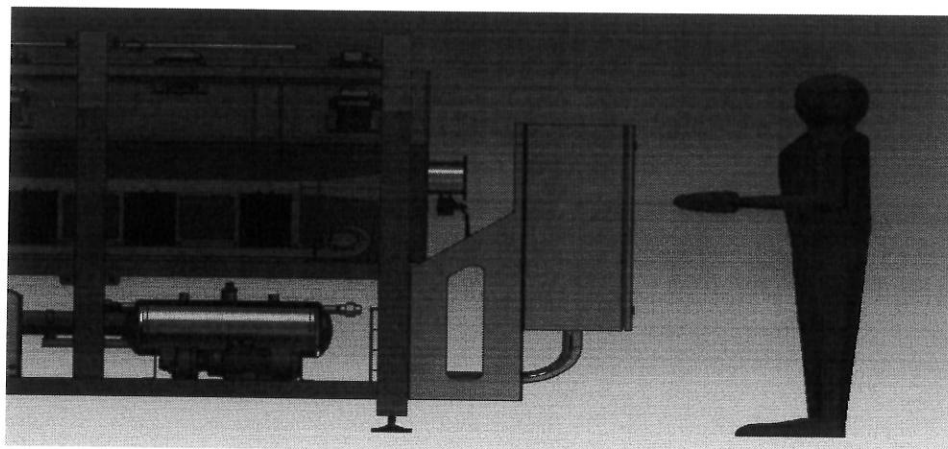


Figura 26 - Rendering del prototipo

Numerose le problematiche affrontate: dalla garanzia per gli operatori di lavorare in sicurezza, alla definizione della geometria della camera di essiccazione per una omogenea distribuzione del campo elettromagnetico, alla scelta di materiali idonei per ridurre al minimo effetti indesiderati e interferenze.

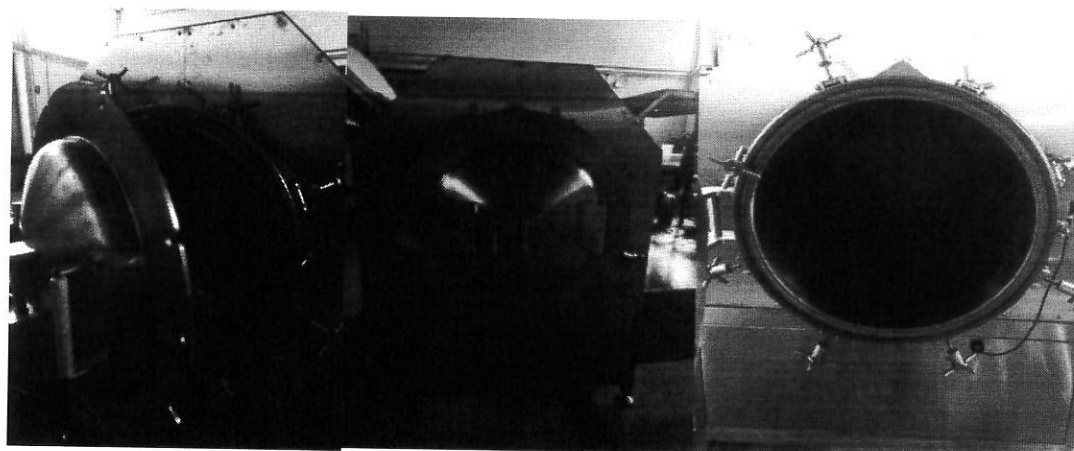


Figura 27 - Prototipo definitivo. Dettagli della camera di trattamento e apertura.

Per l'esercizio del prototipo attraverso protocolli di trattamento automatizzati, è stato realizzato anche un software per il controllo dei principali parametri di processo (potenza erogata dai magnetron, tempo di processo, temperatura, UR %).

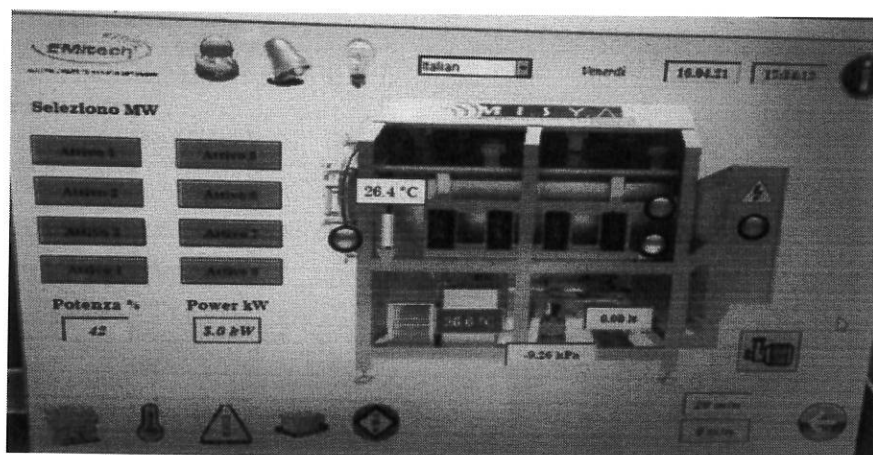


Figura 28 - Interfaccia software di gestione del prototipo

Si prevede un collaudo generale e la relativa consegna alla produzione entro gli inizi di ottobre 2021.

Bibliografia

- Barba A.A.; Naddeo C., Caputo S., Lamberti G., D'Amore M., Dalmoro A., 2020. Microwave treatments of cereals: Effects on thermophysical and parenchymal-related properties. *Foods*, 9, 711-724. <https://doi.org/10.3390/foods9060711>
- Caputo L., Amato G., Fratianni F., Coppola R., Candido V., De Feo V., Nazzaro F., 2020. Chemical characterization and antibiofilm activities of bulbs and leaves of two aglione (*Allium ampeloprasum* var. *holmense* Asch. et Graebn.) landraces grown in Southern Italy *Molecules*, 25, 5486. <https://doi.org/10.3390/molecules25235486>
- Caputo L., Amato G., de Bartolomeis P., De Martino L., Manna F., Nazzaro F., De Feo V., Barba A.A. Impact of drying methods on yield and chemical composition of *Origanum vulgare* L. essential oil. *Ind Crop Prod*, submitted.
- Dalmoro A., Barba A.A., Caputo S., Marra F., Lamberti G., 2015a, Microwave technology applied in post-harvest treatments of cereals and legumes, *Chem Eng Trans*, 44, 13-18. <https://doi.org/10.3303/CET1544003>
- Dalmoro A., Barba A.A., Caputo S., 2015b. Qualità ed efficienza con l'uso di microonde nel trattamento di alimenti. *Tecnol Aliment*, 2, 32-36.
- Dalmoro A., Naddeo C., Caputo S., Lamberti G., Guadagno L., d'Amore M., Barba A.A., 2018. On the relevance of thermophysical characterization in the microwave treatment of legumes. *Food Funct*, 9, 1816. <https://doi.org/10.1039/c7fo01488k>
- Elshafie H.S., Caputo L., De Martino L., Sakr S.H., De Feo V., Camele I., 2021. Study of bio-pharmaceutical and antimicrobial properties of pomegranate (*Punica granatum* L.) leathery exocarp extract. *Plants*, 10, 153. <https://doi.org/10.3390/plants10010153>
- Fejer J., Grulova D., De Feo V., 2017. Biomass production and essential oil in a new bred cultivar of peppermint (*Mentha x piperita* L.). *Ind. Crop. Prod.*, 109, 812-817. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.09.034>
- Nazzaro F., Fratianni F., Cozzolino R., Martignetti A, Malorni L., De Feo V., Cruz A.G., D'Acerno A., 2019. Antibacterial activity of three extra virgin olive oils of the campania region, southern italy,

related to their polyphenol content and composition *Microorganisms*, 7, 321.
<https://doi.org/10.3390/microorganisms7090321>

Nazzaro F., De Martino L., Fratianni F., De Feo V., 2020. Essential oils from Mediterranean aromatic plants.. In *the Mediterranean diet. An evidence-based approach*. Academic Press. pp. 555-563
<https://doi.org/10.1016/C2018-0-03968-7>.