

BEATA KRÓL, ANNA KIELTYKA-DADASIEWICZ

**WPLYW METODY SUSZENIA NA CECHY SENSORYCZNE ORAZ  
SKŁAD OLEJKU ETERYCZNEGO TYMIANKU WŁAŚCIWEGO  
(*THYMUS VULGARIS L.*)**

Streszczenie

Suszenie jako metoda utrwalania żywności, w tym ziół przyprawowych, ogranicza rozwój mikroorganizmów i przebieg reakcji biochemicznych w surowcu, ale równocześnie wpływa na zmianę jej cech sensorycznych oraz skład chemiczny. Ziele tymianku właściwego (*Thymus vulgaris L.*) suszono czterema metodami: naturalną, konwekcyjną (w temperaturze: 40, 50 i 60 °C), mikrofalowo oraz sublimacyjnie. W analizie sensorycznej oceniano intensywność zapachu i jego 4 deskryptory (świeży, zielny, korzenny, balsamiczny) oraz barwę (zielona, żółtozielona, żółtooliwkowa, brunatnooliwkowa). W świeżym i suszonym ziele oznaczano zawartość i skład olejku eterycznego (metodą GC-MS).

Stwierdzono, że najkorzystniejszymi cechami sensorycznymi charakteryzowało się ziele suszone sublimacyjnie oraz mikrofalowo, które wykazywało wysoką intensywność zapachu oraz korzystną barwę. Najniżej pod względem aromatu i barwy oceniono tymianek suszony konwekcyjnie w temp. 50 i 60 °C. Największy udział olejku eterycznego stwierdzono w świeżym ziele tymianku (3,04 ml·100 g<sup>-1</sup> s.m). Suszenie spowodowało ubytek olejku od 8 ÷ 50,9 %. Największe straty olejku wystąpiły w surowcu suszonym konwekcyjnie w temp. 60 °C oraz w suszu liofilizowanym, zaś najwięcej olejku zachowało się w ziele suszonym naturalnie oraz konwekcyjnie w temp. 40 °C. Suszenie wpłynęło także na zmniejszenie zawartości aromatycznych związków lotnych w olejku. Największy ubytek tych związków nastąpił pod wpływem suszenia gorącym powietrzem oraz liofilizacji. Metody suszenia spowodowały różnice w składzie olejku eterycznego. Najmniejszą zawartością głównego składnika – tymolu charakteryzował się olejek z ziele suszonego naturalnie (50,8 %), a największą – suszonego sublimacyjnie (59,1 %) i mikrofalowo (58,3 %). Pod wpływem suszenia zmniejszyła się także zawartość E-kariofilenu oraz linalolu, natomiast zwiększył się udział p-cymenu i karwakrolu.

**Słowa kluczowe:** tymianek, suszenie: naturalne, konwekcyjne, mikrofalowe, sublimacyjne, barwa, zapach, tymol

---

*Dr inż. B. Król, Katedra Roślin Przemysłowych i Leczniczych, Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie, Akademicka 15, 20-950 Lublin, dr inż. A. Kieltyka-Dadasiewicz, Ogród Roślin i Surowców Kosmetycznych, Centrum Innowacji Badań i Nauki w Lublinie. Kontakt: beata.krol@up.lublin.pl*

## Wprowadzenie

Rośliny zielarskie są nie tylko środkami leczniczymi, ale także aromatycznymi przyprawami [19]. Poza wzbogacaniem walorów sensorycznych, przyprawy mogą wykazywać działanie przeciwutleniające i bakteriobójcze, co związane jest z występowaniem specyficznych związków chemicznych, takich jak: olejki eteryczne, związki fenolowe oraz związki siarki, alkaloidy i inne [24]. Wzrost zużycia przypraw wymaga doskonalenia ich jakości, dostosowanej do wymagań konsumentów i nowoczesnych procesów technologicznych [18].

Tymianek (*Thymus vulgaris* L.) to roślina zielarska uprawiana w wielu rejonach świata, która w przemyśle spożywczym wykorzystywana jest jako przyprawa wzbogacająca smak i aromat produktów. Ziele tymianku jest źródłem olejku eterycznego, flawonoidów, garbników, fenolokwasów, związków triterpenowych, substancji goryczkowych, saponin, witamin i związków mineralnych [24]. Olejek eteryczny, który stanowi główny produkt wtórnego metabolizmu tymianku, uważany jest za jeden z najważniejszych wyróżników jakości surowca. Jego zawartość i skład chemiczny są uzależnione od czynników biologicznych, agrotechnicznych oraz warunków przetwarzania i przechowywania [11, 24].

Sezonowa dostępność ziół stwarza konieczność ich utrwalania. Suszenie, jako metoda utrwalania produktów, ogranicza wzrost mikroorganizmów i przebieg reakcji biochemicznych, przy czym może wpływać na zmianę cech sensorycznych oraz skład chemiczny [47]. Także metoda suszenia ziół w znacznym stopniu wpływa na zmianę postaci i właściwości materiału wyjściowego [42]. Suszenie prowadzone w warunkach naturalnych (na otwartej przestrzeni lub pod zadaszeniem) jest najstarszym sposobem utrwalania surowca zielarskiego, lecz obecnie odchodzi się od tej metody, ponieważ proces jest długotrwały i nie pozwala na regulację parametrów suszenia, co powoduje, że jakość otrzymanego suszu jest niska. Najczęściej stosowaną metodą utrwalania ziół i warzyw przyprawowych w Polsce jest suszenie gorącym powietrzem, a kluczowym parametrem tego procesu jest temperatura. Niewłaściwa temperatura suszenia może powodować niepożądane zmiany profilu sensorycznego przypraw oraz straty termolabilnych związków, co wynika z dużej wrażliwości tych substancji na destrukcyjne działanie podwyższonej temperatury [42]. Poszukuje się więc alternatywnych metod suszenia, pozwalających na skrócenie czasu i łatwą kontrolę procesu oraz uzyskanie suszu o wysokiej jakości [27]. Liofilizacja jest procesem polegającym na usunięciu wody z zamrożonego produktu w wyniku sublimacji lodu. Podczas tego procesu większość reakcji biochemicznych i mikrobiologicznych zostaje zahamowana, dzięki czemu uzyskuje się produkt o dobrej jakości i trwałości [34]. Innym sposobem utrwalania produktów jest zastosowanie promieniowania mikrofalowego. Ta metoda suszenia wpływa korzystnie na wiele właściwości produktów, m.in. na zachowanie barwy

i aromatu, jak również składu chemicznego, w tym składników biologicznie aktywnych [27, 43].

Celem pracy było określenie wpływu metody suszenia tymianku na cechy sensoryczne ziela oraz zawartość i skład olejku eterycznego.

### **Materiał i metody badań**

Materiał doświadczalny stanowiło ziele tymianku właściwego (*Thymus vulgaris* L.) odmiany 'Słoneczko', pochodzącego z uprawy doświadczalnej Uniwersytetu Przyrodniczego w Lublinie, prowadzonej w 2013 r. Materiał roślinny zbierano w pierwszej dekadzie września, dzielono na cztery części i suszono czterema metodami: naturalnie, konwekcyjnie, mikrofalowo oraz sublimacyjnie (liofilizacja). Suszenie naturalne wykonywano w zacienionym pomieszczeniu w temperaturze ok. 20 - 22 °C przez 5 dni. Proces suszenia konwekcyjnego prowadzono w suszarce laboratoryjnej (ED/FD, firmy Binder GmbH, Niemcy), w strumieniu powietrza o temp. 40, 50 i 60 °C, przepływającego równoległe do warstwy materiału z prędkością 0,5 m·s<sup>-1</sup>. Suszenie sublimacyjne prowadzono w liofilizatorze laboratoryjnym (Christ LOC-1m firmy ALPHA 1-4) przy stałych parametrach: temperatura półki – 30 °C, ciśnienie – 63 Pa. Próbkę tymianku zamrażano uprzednio konwekcyjnie w zamrażarce komorowej w powietrzu o temp. -24°C. Suszenie mikrofalowe prowadzono w laboratoryjnej suszarce mikrofalowej (Plazmotronika SM-200), stosując moc mikrofal 360 W, przy prędkości przepływu powietrza o temp. 20 °C wynoszącej 0,5 m·s<sup>-1</sup>.

Świeży (zebrany bezpośrednio przed oceną) i wysuszony materiał poddawano analizie sensorycznej, zgodnie z PN-ISO 6658:1998 [29], przez 8-osobowy, przeszkolony zespół o sprawdzonej wrażliwości sensorycznej [15]. Ocenę przeprowadzano metodą profilowania z wykorzystaniem jednobiegunowych skal kategorii (ocena barwy i zapachu) [8, 22]. W metodzie profilowania zastosowano 6-punktową skalę, w której najwyższe noty oznaczały największą intensywność badanej cechy. W ziele tymianku określano barwy: zieloną, żółtozieloną, żółtooliwkową i brunatnooliwkową. W próbkach określano intensywność zapachu oraz wyróżniono 4 deskryptory zapachu: świeży, zielny, balsamiczny i korzenny. Jako wynik oceny przyjmowano wartości średnie z oceny poszczególnych cech sensorycznych.

Zawartość olejku eterycznego w ziele świeżym i suszonym oznaczano metodą hydrodestylacji według PN-ISO 6571 [30]. Metoda polegała na oddestylowaniu z parą wodną olejku z próbek materiału, zebraniu destylatu w części pomiarowej aparatu i odczycie objętości zebranego olejku. Wyniki przeliczano na suchą masę ziela i poddawano analizie wariancji ANOVA, w programie SAS (8.2 SAS Institute, Cary, N.C.). Analizę ilościową i jakościową olejków lotnych wykonywano metodą chromatografii gazowej (GC/MS) z detektorem masowym Varian 4000 MS/MS (zakres skanowania:

40 - 1000 u, czas skanowania 0,8 s, kolumna: 30 m × 0,25 mm średnicy wewnętrznej × 0,25 mm grubości, Varian, USA). Temperatura dozownika wynosiła 280 °C. Stosowano gradient temperatury: 35 °C przez 2 min, a następnie przyrost o 4 °C do 280 °C. Analizę jakościową prowadzono na podstawie widm MS, porównując je z widmami z biblioteki NIST/EPA/NIH [26]. Tożsamość związków potwierdzono indeksami retencji na podstawie danych literaturowych [1].

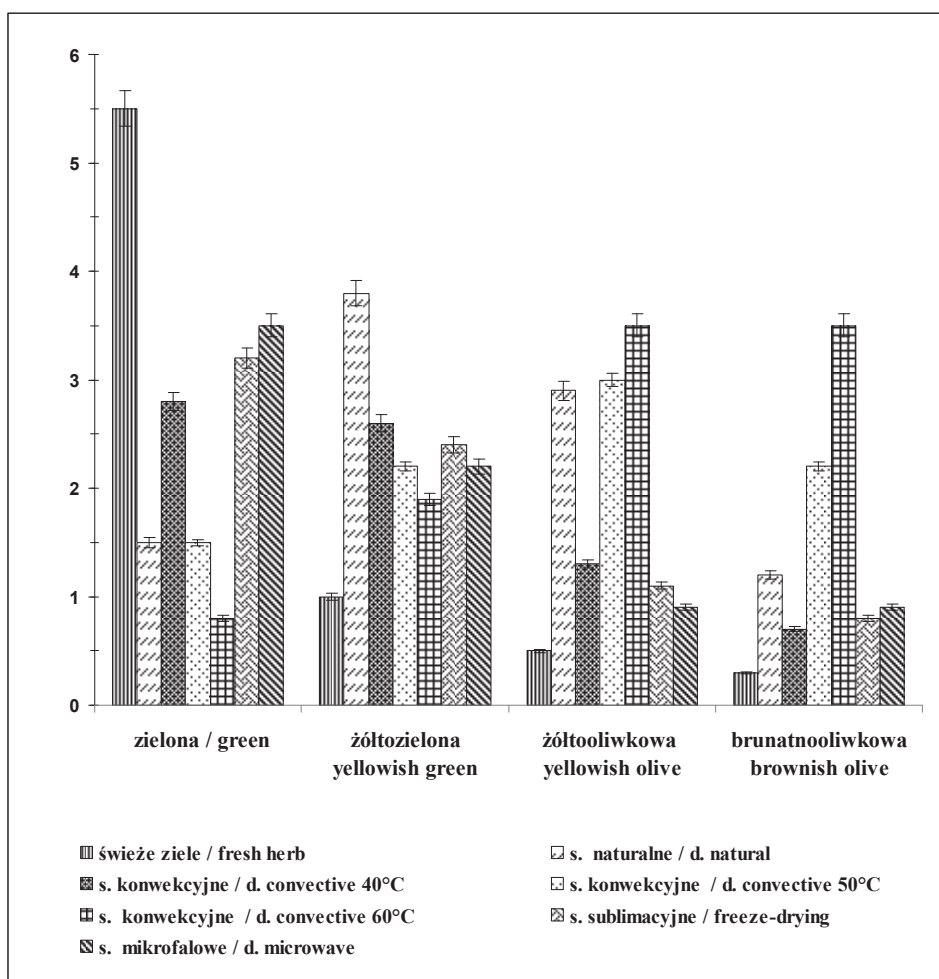
## Wyniki i dyskusja

Pierwszym wyróżnikiem sensorycznym ocenianym przez konsumenta jest barwa, która może decydować o zaakceptowaniu lub odrzuceniu produktu [36]. Podczas suszenia surowca roślinnego następuje degradacja chlorofilu a i b, a tym samym zmiana barwy [47]. Barwa produktu jest w znaczący sposób zależna od zastosowanej metody suszenia, szczególnie wysoka temperatura i długi czas suszenia są przyczyną jej utraty [20]. W badaniach własnych tymianek suszony mikrofalowo w największym stopniu zachował zieloną barwę, charakterystyczną dla surowca świeżego (rys. 1).

Jak podają Nowacka i wsp. [27], w wyniku suszenia z zastosowaniem mikrofal uzyskuje się produkt o barwie w większym stopniu zbliżonej do surowca nieprzetworzonego niż podczas suszenia konwekcyjnego. Potwierdziły to także badania innych gatunków ziół: lebiodki [12, 47], mięty [7], bazylii [47] i rozmarynu [6]. W badaniach własnych suszenie sublimacyjne również pozwoliło na zachowanie zielonych barwników, dzięki czemu ziele miało korzystniejszą barwę niż suszone konwekcyjnie. W przypadku suszenia konwekcyjnego najsilniejsze brunatnienie ziela stwierdzono w najwyższej temperaturze (60 °C). Obniżanie temperatury suszenia ograniczało stratę barwników chlorofilowych wywołanych degradacją termiczną, a tym samym udział niekorzystnej barwy brunatnej i oliwkowej. Ziele suszone w warunkach naturalnych zawierało znaczny udział barwy żółtozielonej i żółtooliwkowej, co, jak podaje Arabhosseini i wsp. [4], może wynikać z rozkładu chlorofilu na skutek długiego czasu trwania tego procesu.

W produkcji żywności ważne jest zachowanie odpowiedniego zapachu produktu, o którym w przypadku przypraw decydują m.in. olejki eteryczne. W badaniach własnych największą intensywnością zapachu charakteryzowało się ziele świeże (rys. 2). W przypadku próbek utrwalanych, surowiec suszony mikrofalowo i liofilizowany został oceniony jako najbardziej aromatyczny, pomimo że zawartość w nim olejku była mała (rys. 2, tab. 1). Prawdopodobnie na ocenę intensywności zapachu wpływał wyższy udział tymolu w olejku eterycznym tych próbek (tab. 1). Wysoka retencja aromatu jest jedną z ważnych zalet suszenia mikrofalowego i sublimacyjnego [27]. Wysoką intensywność aromatu w wyniku zastosowania tych metod utrwalania w porównaniu z suszeniem konwekcyjnym osiągnięto w przypadku lebiodki [14], rozmarynu [41] oraz bazylii [10]. W badaniach własnych ziele suszone konwekcyjnie

w temp. 50 i 60 °C oceniono najniżej za intensywność zapachu. Lotne związki aromatyczne olejku eterycznego są bardzo wrażliwe na działanie podwyższonej temperatury [27]. Jak podają Śledź i Witrowa-Rajchert [42], w przypadku wielu gatunków ziół niższa temperatura procesu (zbliżona do temperatury pokojowej) skutkuje zachowaniem znacznej ilości związków odpowiedzialnych za aromat ziół, co znalazło potwierdzenie także w niniejszych badaniach.



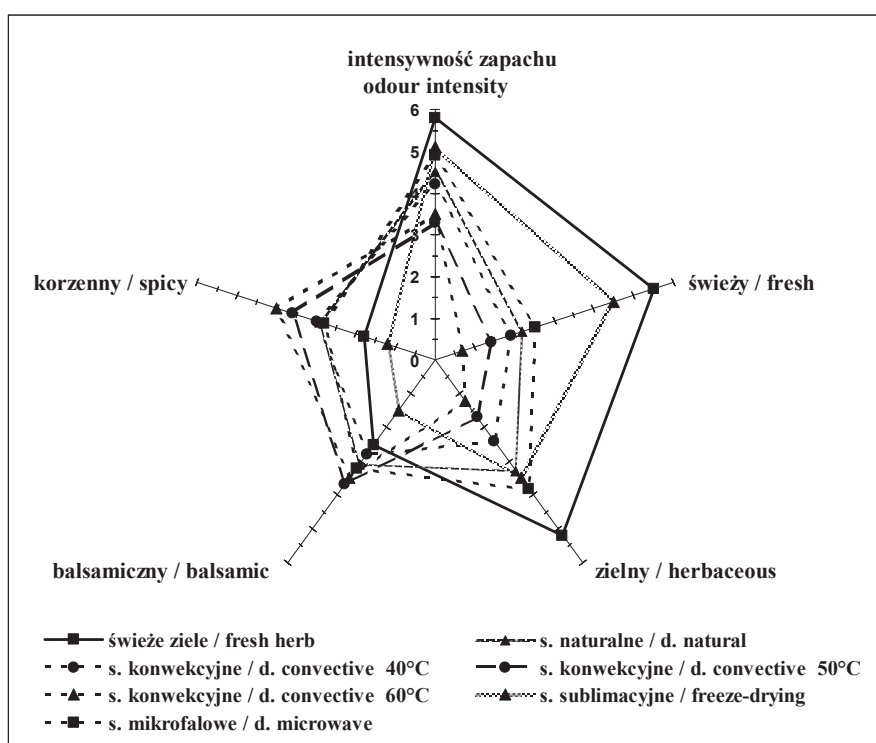
Objaśnienia: / Explanatory notes:

Na rysunku przedstawiono wartości średnie (w postaci słupków)  $\pm$  odchylenia standardowe / The Figure shows mean values (as bar graphs)  $\pm$  standard deviations.

Rys. 1. Barwa ziela tymianku suszonego różnymi metodami

Fig. 1. Colour of thyme herb dried using different methods

Metoda suszenia znacząco wpływała na intensywność głównych cech sensorycznych tymianku. W świeżym ziele najwyższej oceniono deskryptory zapachu: świeży (5,5) i zielny (5,2), które są uznawane za wskaźniki świeżości (rys. 2). Po odwodnieniu ziela intensywność tych wyróżników zmniejszyła się, stąd najniżej oceniono próbki suszone konwekcyjnie w temperaturze 60 °C (świeży – 0,7; zielny – 1,2). Wyróżniki zapachu: balsamiczny i korzenny były charakterystyczne dla surowca wysuszonego w temp. 50 i 60 °C. Surowiec suszony sublimacyjnie uważany jest za produkt o wysokich walorach aromatycznych [34].



Rys. 2. Intensywność i wyróżniki zapachu ziela tymianku w zależności od metod suszenia  
Fig. 2. Intensity and descriptors of odour of thyme herb depending on drying methods

W badaniach własnych tymianek wysuszony sublimacyjnie oceniono wysoko za cechy zapachowe: świeży (4,5) i zielny (3,5). Próbkę wysuszoną mikrofalowo charakteryzowały się średnim poziomem intensywności cech zapachowych typowych dla wysuszonego surowca (zapach balsamiczny – 3,2, korzenny – 2,8), przy czym zachowały także korzystny poziom cech zapachowych typowych dla surowca świeżego (świeży – 2,5, zielny – 3,8) – rys 2. Ziele suszone w warunkach naturalnych uzyskało noty pośrednie pomiędzy próbkami świeżymi i suszonymi mikrofalowo (rys. 2).

Zawartość olejku eterycznego w preparatach tymianku wahała się w granicach  $1,49 \div 3,04 \text{ ml} \cdot 100 \text{ g}^{-1} \text{ s.m.}$  i była zbliżona do wyników Kołodziej [17] oraz Marzec i wsp. [23], ale znacznie większa od podawanej przez Sharafzadeh i wsp. [39] oraz Syamasundar i wsp. [40]. Najwięcej olejku eterycznego oznaczono w świeżym ziele tymianku. Suszenie spowodowało ubytek olejku o  $8 \div 50,9 \%$  (tab. 1). W surowcu utrwalonym najwięcej olejku zachowało ziele suszone naturalnie oraz konwekcyjnie w temp.  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ , natomiast największe straty olejku wystąpiły pod wpływem wysokiej temperatury ( $60 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Podobne wyniki uzyskali Sárosi i wsp. [37]. Dodatnią korelację między temperaturą suszenia a ubytkiem olejku wykazano również w przypadku bazylii [10], lebiodki [12], szalwii [45], melisy [5] oraz mięty [9]. Jak podają Argyropoulos i Müller [5], straty olejku na skutek działania wysokiej temperatury mogą wynikać m.in. z destrukcji komórek skórki organów roślinnych. W badaniach własnych suszenie sublimacyjne spowodowało zmniejszenie zawartości olejku eterycznego o  $38,8 \%$ , co może wynikać z uszkodzenia gruczołów olejkowych powodowanego tą techniką suszenia [2, 13]. Także suszenie mikrofalowe wywołało znaczącą stratę (o  $24,7 \%$ ) lotnych związków tymianku.

Zachowanie się substancji lotnych pod wpływem metody i temperatury suszenia zależy od gatunku surowca. Sellami i wsp. [39] stwierdzili, że suszenie konwekcyjne liści wawrzynu szlachetnego w temp.  $45$  lub  $65 \text{ }^\circ\text{C}$  przyczyniło się do znacznej utraty olejków eterycznych. Suszenie konwekcyjne estragonu w temp.  $45$ ,  $60$  i  $90 \text{ }^\circ\text{C}$  wykazało większe straty zawartości olejków w temp.  $45$  i  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  niż w  $90 \text{ }^\circ\text{C}$  [3]. Podobnie w kwiatostanach rumianku pospolitego wykazano niewielkie straty olejku pod wpływem temp.  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  [25]. W przypadku *Thymys daenensis* subsp. *daenensis*, Rahimmalek i Goli [33] stwierdzili, że największe straty olejku powoduje suszenie w warunkach naturalnych i mikrofalami, podczas gdy liofilizacja pozwoliła zachować jego dużą zawartość. Różnice reakcji różnych gatunków na warunki i temperaturę suszenia mogą być spowodowane przez rodzaj i lokalizację gruczołów olejkowych oraz skład olejku, tak więc, aby określić najlepszy sposób suszenia niezbędna jest indywidualna analiza każdego gatunku roślin zawierających olejki.

Analiza GC/MS pozwoliła na zidentyfikowanie od  $95,15$  do  $99,23 \%$  składników olejku eterycznego tymianku. Łącznie zidentyfikowano 38 związków, w większości należących do grupy monoterpenoidów oraz ich estrów, a także związki seskwiterpenoidowe oraz ich tlenowe pochodne. Inne związki, takie jak: aldehydy, estry, alkohole, były obecne w nieznacznym stężeniu (tab. 1). Suszenie konwekcyjne, szczególnie w wysokich temperaturach, najbardziej zmniejszyło łączną zawartość związków lotnych w tymianku w porównaniu ze świeżym ziele. Podobnie Venskutonis [45] stwierdził ubytek związków lotnych tymianku pod wpływem suszenia gorącym powietrzem. Wykazał on także więcej substancji lotnych w liofilizowanym ziele tymianku niż w suszonym naturalnie. Zdaniem tego autora liofilizacja surowca zapewnia naj-

wyższą jakość produktu. W badaniach własnych próbki suszone sublimacyjnie zawierały mniej związków lotnych niż suszone w warunkach naturalnych, co jest zgodne z wynikami uzyskanymi przez Raghavana i wsp. [32]. Podobnie Usai i wsp. [44] uważają, że suszenie w temperaturze pokojowej powoduje zachowanie substancji lotnych tymianku w większym stopniu niż liofilizacja.

Dominującym składnikiem badanego olejku tymiankowego był tymol, którego zawartość wahała się w przedziale 50,8 ÷ 59,5 %. Drugim pod względem ilościowym był *p*-cymen – 11,24 ÷ 21,45 %. Suma czterech głównych składników (tymol, *p*-cymen,  $\gamma$ -terpinen i karwakrol) w badanym oleju tymianku kształtowała się na poziomie 79,95 ÷ 82,83 %.

Tymianek pospolity jest rośliną wykazującą dużą zmienność składu chemicznego olejku. Raal i wsp. [31] podają, że w oleju pochodzącym z Holandii i Estonii dominował tymol, natomiast olejki z Francji, Węgier, Rosji i Szkocji były bogate także w *p*-cymen. Włoski tymianek poza tymolem zawierał też w większych ilościach  $\gamma$ -terpinen [44], a w oleju z tymianku ze wschodniego Maroka stwierdzono wysoki udział kamfory (38,5 %) [16]. Viuda-Martos i wsp. [46] oznaczyli terpinen-4-ol jako związek dominujący w oleju tymiankowym pochodzącym z Hiszpanii, a Lisi i wsp. [21] wykazali 58-procentowy udział linalolu w oleju roślin rosnących we Włoszech, zaś Raal i wsp. [31] – 83,5 % karwakrolu w oleju z Grecji. Te dane dowodzą istotnego wpływu czynników genetycznych i środowiskowych na skład ilościowy i jakościowy olejku eterycznego. Niemniej w większości prac, dotyczących składu jakościowego olejku eterycznego tymianku pochodzącego z różnych rejonów świata, wskazuje się na tymol jako składnik dominujący.

Suszenie istotnie wpływa na skład i proporcje poszczególnych składników olejku eterycznego [11, 35]. W badaniach własnych udział najważniejszego składnika – tymolu uległ zmniejszeniu w procesie suszenia, przy czym ubytek był najmniejszy podczas suszenia sublimacyjnego i mikrofalowego. Venskutonis [45] oraz Sarosi i wsp. [37] stwierdzili największą zawartość tymolu w próbkach liofilizowanych. Także Usai i wsp. [44] podają, że olejek pozyskany z ziela suszonego sublimacyjnie zawierał więcej tymolu niż z suszonego konwekcyjnie. Natomiast Calín-Sánchez i wsp. [11] najwięcej tego składnika wykazali w suszu mikrofalowym. W badaniach własnych najmniej tymolu stwierdzono w oleju z surowca suszonego w warunkach naturalnych, co jest zgodne z wynikami Usaia i wsp. [44] oraz Raghavana i wsp. [32], którzy uważają, że dłuższy czas suszenia może spowodować zmniejszenie ilości tego związku. Podobną zależność stwierdzono także w badaniach dotyczących *Thymus daenensis* subsp. *daenensis* Cleak, w których najmniejszym udziałem tymolu charakteryzował się olejek z próbek suszonych w sposób naturalny, w cieniu, w porównaniu z suszeniem mikrofalowym oraz powietrzem o temp. 50 i 70 °C i sublimacyjnym [33]. Niemniej Roch



i wsp. [35] nie wykazali istotnych różnic pod względem zawartość tymolu w surowcu suszonym w warunkach naturalnych i konwekcyjnie (w zakresie temp. 30 ÷ 70 °C).

Tabela 1. Zawartość [ml·100 g<sup>-1</sup> s.m.] i skład olejku eterycznego [%] w tymianku, w zależności od metody suszenia

Table 1. Content [ml·100 g<sup>-1</sup> d.m.] of essential oil in thyme and its composition [%] depending on drying method

Lp. No.	Związek Compound	Indeks retencji RI*	Ziele świeże Fresh herb	Suszenie Drying					
				natu-ralne natural	konwekcyjne convective [°C]			sublima-cyjne freeze-drying	mikro-falowe micro-wave
					40	50	60		
1	$\alpha$ -thujon	926	0,61	0,52	0,43	0,34	0,28	0,40	0,51
2	$\alpha$ -pinen	936	0,31	0,54	0,72	0,86	0,95	0,56	0,45
3	kempfen	951	0,38	0,41	0,47	0,59	0,46	0,78	0,63
4	$\beta$ -pinen	980	0,20	0,17	0,15	0,21	0,13	0,25	0,18
5	1-okten-3-ol	984	0,17	0,18	0,29	0,15	0,14	0,16	0,22
6	myrcen	994	1,50	1,04	1,63	1,86	1,38	0,98	1,69
7	3-oktanol	1002	0,17	0,13	0,29	0,16	0,15	0,14	0,22
8	$\alpha$ -felandren	1009	0,25	0,21	0,23	0,18	0,15	0,12	0,28
9	$\delta$ -2-karen	1014	0,12	0,08	0,11	0,15	0,12	0,10	0,05
10	$\alpha$ -terpinen	1021	0,95	1,26	1,09	1,29	1,47	1,12	1,05
11	<i>p</i> -cymen	1028	11,24	21,45	14,69	17,21	17,53	11,97	12,02
12	limonen	1032	0,31	0,24	0,29	0,25	0,21	0,2	0,23
13	$\beta$ -felandren	1034	0,01	0,04	0,03	0,05	0,03	0,06	0,02
14	1,8-cyneol	1036	0,77	0,52	0,63	0,67	0,69	0,48	0,45
15	$\beta$ -E-ocimen	1050	0,01	0,02	0,04	0,03	0,02	0,06	0,01
16	$\gamma$ -terpinen	1060	7,71	6,23	6,19	5,46	5,24	4,38	7,13
17	<i>cis</i> -hydrat sabinenu	1071	0,79	0,68	0,76	0,72	0,71	0,81	0,63
18	terpinolen	1184	0,1	0,09	0,09	0,08	0,07	0,03	0,11
19	linalol	1199	1,98	1,75	1,54	1,42	1,49	1,89	1,46
20	<i>trans</i> -hydrat sabinenu	1104	0,65	0,49	0,57	0,52	0,45	0,37	0,77
21	kamfora	1152	0,42	0,33	0,31	0,29	0,21	0,54	0,42
22	borneol	1180	1,19	1,25	1,21	1,2	1,22	1,13	1,18
23	terpinen-4-ol	1187	0,18	0,34	0,31	0,26	0,32	0,19	0,20
24	$\alpha$ -terpineol	1205	0,11	0,13	0,16	0,14	0,12	0,2	0,11
25	metylotymol	1234	0,77	0,84	0,82	0,88	0,93	0,85	0,72
26	metylokarwakrol	1243	0,35	0,38	0,33	0,25	0,24	0,31	0,30
27	tymol	1303	59,5	50,8	54,1	52,3	51,0	59,1	58,3
28	karwakrol	1310	4,38	4,02	4,67	4,56	5,54	5,89	4,61
29	$\alpha$ -kopaen	1381	0,11	0,10	0,12	0,15	0,14	0,16	0,13
30	E-kariofilen	1426	2,65	2,25	2,55	2,13	2,01	2,18	2,60
31	$\alpha$ -humulen	1462	0,15	0,18	0,13	0,11	0,12	0,17	0,16
32	$\gamma$ -muurolen	1485	0,11	0,13	0,18	0,17	0,12	0,19	0,12
33	germakren D	1494	0,12	0,14	0,15	0,13	0,11	0,10	0,15
34	$\alpha$ -muurolen	1509	0,09	0,15	0,14	0,15	0,11	0,14	0,10

35	$\gamma$ -kadinen	1525	0,31	0,24	0,21	0,25	0,20	0,18	0,22
36	tlenek kariofilenu	1593	0,25	0,31	0,46	0,48	0,92	0,52	0,41
37	$\alpha$ -kadinol	1671	0,16	0,10	0,12	0,09	0,08	0,13	0,18
38	Z,E-farnezol	1711	0,15	0,16	0,17	0,11	0,09	0,15	0,13
Suma związków / Total			99,23	97,90	96,38	95,94	95,15	96,99	98,15
Zawartość olejku Content of essential oil			3,04 <sup>a</sup>	2,84 <sup>ab</sup>	2,68 <sup>b</sup>	2,10 <sup>cd</sup>	1,49 <sup>e</sup>	1,86 <sup>d</sup>	2,29 <sup>c</sup>

Objaśnienia: / Explanatory notes:

\* - indeks retencji wyliczony według Kovatsa / Retention Index according to Kovats calculation;

a - e – wartości średnie oznaczone tymi samymi literami w obrębie różnych próbek nie różnią się statystycznie istotnie ( $p > 0,05$ ) / mean values denoted by the same letters within different samples do not differ statistically significantly ( $p > 0,05$ )

W surowcu odwodnionym zmniejszył się także udział E-kariofilenu oraz linalolu, a wzrósł – karwakrolu (z wyjątkiem suszenia naturalnego). Biorąc pod uwagę sumę podstawowych składników olejku (tymol, *p*-cymen,  $\gamma$ -terpinen i karwakrol) zauważono, że próbki suszone w warunkach naturalnych i mikrofalami miały udział tych związków zbliżony do uzyskanych ze świeżego ziela.

W badaniach własnych stwierdzono ujemną zależność między udziałem *p*-cymenu, (prekursora tymolu) a głównym składnikiem olejku – tymolem, co jest zgodne z danymi literaturowymi [28, 38].

## Wnioski

1. Porównując kilka metod suszenia tymianku stwierdzono, że najkorzystniejszymi cechami sensorycznymi charakteryzowało się ziele suszone sublimacyjnie i mikrofalowo. Obydwie metody pozwoliły na zachowanie intensywnego zapachu oraz korzystnej barwy. Najniżej pod względem aromatu i barwy oceniono tymianek suszony konwekcyjnie w temp. 50 i 60 °C.
2. Największe straty olejku wystąpiły w surowcu suszonym konwekcyjnie w temp. 60 °C oraz w liofilizowanym, a najwięcej olejku zachowało ziele suszone naturalnie oraz konwekcyjnie w temp. 40 °C.
3. Suszenie zmniejszyło całkowitą zawartość związków lotnych w olejku tymiankowym w porównaniu ze świeżym ziele. Największy ubytek związków aromatycznych stwierdzono pod wpływem suszenia gorącym powietrzem oraz podczas liofilizacji.
4. Dominującym związkiem w olejku tymiankowym był tymol, który ilościowo stanowił ponad 50 % ogółu związków lotnych. Spośród porównywanych metod suszenia najbardziej sprzyjające zachowaniu zawartości olejku było suszenie sublimacyjne oraz mikrofalowe. Największe ubytki stwierdzono natomiast podczas suszenia w warunkach naturalnych i konwekcyjnego w temp. 60 °C. W trakcie su-

szenia następował także ubytek E-kariofilenu i linalolu, natomiast zwiększał się udział: p-cymenu i karwakrolu.

5. W przypadku wykorzystania tymianku w przemyśle spożywczym najkorzystniejsze jest suszenie konwekcyjne w temperaturze 40 °C, które powoduje małe straty olejku i tymolu. Natomiast pod względem właściwości sensorycznych (barwa, zapach), które są istotne dla przypraw, najkorzystniej na jakość ziela wpływało suszenie sublimacyjne oraz mikrofalami.

### Literatura

- [1] Adams R.P.: Identification of essential oil compounds by gas chromatography/quadrupole mass spectroscopy. Allured Pub. Crop., Carol Stream, IL, 2004.
- [2] Antal T., Kerekes B., Sikolya L.: Effect of vacuum freeze-drying on quality of lemon balm leaves (*Melissa officinalis*, L.). Analele Universităţii din Oradea, Fascicula: Protecţia Mediului, 2012, **19**, 1-10.
- [3] Arabhosseini A., Huisman W., van Boxtel A., Müller J.: Long-term effects of drying conditions on the essential oil and color of tarragon leaves during storage. J. Food Eng., 2007, **79**, 561-566.
- [4] Arabhosseini A., Padhye S., Huisman W., van Boxtel A., Müller J.: Effect of drying on the color of tarragon (*Artemisia dracunculus* L.) leaves. Food Bioprocess Technol., 2011, **4(7)**, 1281-1287.
- [5] Argyropoulos D., Müller J.: Effect of convective-, vacuum- and freeze drying on sorption behaviour and bioactive compounds of lemon balm (*Melissa officinalis* L.). J. Appl. Res. Med. Aromat. Plants 2014, **1**, 59-69.
- [6] Arslan D., Özcan M.M.: Evaluation of drying methods with respect to drying kinetics, mineral content and colour characteristics of rosemary leaves. Energ. Convers. Manage., 2008, **49**, 1258-1264.
- [7] Arslan D., Özcan M.M., Okyay Mengeş H.: Evaluation of drying methods with respect to drying parameters, some nutritional and colour characteristics of peppermint (*Mentha x piperita* L.). Energ. Convers. Manage., 2010, **51**, 2769-2775.
- [8] Barylko-Pikielna N., Matuszewska I.: Sensoryczne badania żywności. Podstawy. Metody. Zastosowania. Wyd. II. Wyd. Nauk. PTTŻ, Kraków 2014.
- [9] Blanco M.C.S.G., Ming L.C., Marques M.O.M., Bovi O.A.: Drying temperature effects in peppermint essential oil content and composition. Acta Hort., 2002, 569, 95.
- [10] Calín-Sánchez A., Lech K., Szumny A., Figiel A., Carbonell-Barrachina A.A.: Volatile composition of sweet basil essential oil (*Ocimum basilicum* L.) as affected by drying method. Food Res. Int., 2012, **48**, 217-22.
- [11] Calin-Sanchez A., Figiel A., Lech K., Szumny A., Carbonell-Barrachina A.A.: Effects of drying methods on the composition of Thyme (*Thymus vulgaris* L.) essential oil. Dry. Technol., 2013, **2(31)**, 224-235.
- [12] Di Cesare L.F., Forni E., Viscardi D., Nani R.C.: Influence of drying techniques on the volatile phenolic compounds, chlorophyll and colour of oregano (*Origanum vulgare* L. ssp. *prismaticum* Gaudin). Ital. J. Food. Sci., 2004, **2(16)**, 165-175.
- [13] Díaz-Maroto M.C., Pérez-Coello M.S., Gonzalez Vinas M.A., Cabezudo M.D.: Influence of drying on the flavour quality of spearmint (*Mentha spicata* L.). J. Agric. Food Chem., 2003, **50**, 1265-1269.
- [14] Figiel A., Szumny A., Gutiérrez-Ortiz A., Carbonell-Barrachina Á.A.: Composition of oregano essential oil (*Origanum vulgare*) as affected by drying method. J. Food Eng., 2010, **98**, 240-247.

- [15] Gawęcka J., Jędryka T.: Analiza sensoryczna, wybrane metody i przykłady zastosowań. Wyd. AE, Poznań 2001, ss. 160-163.
- [16] Imelouane B., Amhamdi H., Wathelet J.P., Ankit M., Khedid K., El Bachiri A.: Chemical composition and antimicrobial activity of essential oil of thyme (*Thymus vulgaris*) from Eastern Morocco. Int. J. Agric. Biol., 2009, **2** (11), 205-208.
- [17] Kołodziej B.: The effect of plantation establishment method and foliar fertilization on the yields and quality of thyme. Annales UMCS, Sec. E, 2009, **2** (64), 1-7.
- [18] Korczak J.: Przyprawy i ich rola w kształtowaniu jakości sensorycznej produktów spożywczych i potraw. W: Zmysły a jakość żywności i żywienia. Red. Gawęcki J., Baryłko-Pikielna N. Wyd. AR, Poznań 2007, 111-128.
- [19] Kostrzewa E.: Przyprawy ziołowe stosowane w przemyśle spożywczym. Przem. Spoż. 1999, **3**, 14-16.
- [20] Krokida M.K., Maroulis Z.B.: Effect of microwave drying on some quality properties of dehydrated products. Dry. Technol., 1999, **17**, 449-466.
- [21] Lisi A.D., Tedone L., Montesano V., Sarli G., Negro D.: Chemical characterization of *Thymus* populations belonging from Southern Italy. Food Chem., 2011, **4** (125), 1284-1286.
- [22] Matuszewska I.: Przydatność sensorycznej metody profilowej w interpretacji preferencji konsumenckich wybranych produktów. Żywność. Nauka. Technologia. Jakość, 1998, **1** (14), 5-21.
- [23] Marzec M., Polakowski C., Chilczuk R., Kołodziej B.: Evaluation of essential oil content, its chemical composition and price of thyme (*Thymus vulgaris* L.) raw material available in Poland. Herb. Pol., 2010, **3** (56), 37-52.
- [24] Mewes S., Krüger H., Pank F.: Physiological, morphological, chemical and genomic diversities of different origins of thyme (*Thymus vulgaris* L.). Gen. Res. Crop Evol. 2008, **8** (55), 1303-1311.
- [25] Müller J., Köll-Weber M., Kraus W., Mühlbauer W.: Trocknungsverhalten von Kamille (*Chamomilla recutita* L. Rauschert). Z. Arznei Gewürzpfl., 1996, **1**, 104-110.
- [26] NIST/EPA/NIH. Mass Spectral Library, USA, 2008.
- [27] Nowacka M., Śledź M., Wiktor A., Witrowa-Rajchert D.: Fizyczne i chemiczne właściwości produktów spożywczych suszonych z wykorzystaniem mikrofal. Żywność. Nauka. Technologia. Jakość, 2012, **6** (85), 5-20.
- [28] Piccaglia R., Marotti M.: Composition of the essential oil of an Italian *Thymus vulgaris* L. ecotype. Flavour Fragr. J., 1991, **6**, 241-244.
- [29] PN-ISO 6658:1998 Analiza sensoryczna. Metodologia. Wytyczne ogólne.
- [30] PN-ISO 6571: 2009. Przyprawy i zioła. Oznaczanie zawartości olejku eterycznego.
- [31] Raal A., Arak E., Orav A.: Comparative chemical composition of the essential oil of *Thymus vulgaris* L. from different geographical sources. Herba Pol., 2005, **1/2**, 10-17.
- [32] Raghavan B., Abraham K.O., Koller W.D.: Flavour quality of fresh and dried Indian thyme *Thymus vulgaris* L. Pafai J., 1995, **4** (17), 9-14.
- [33] Rahimmalek M., Goli S.A.H.: Evaluation of six drying treatments with respect to essential oil yield, composition and color characteristics of *Thymys daenensis* subsp. *daenensis*. Celak leaves. Ind. Crops Prod., 2013, **42**, 613-619.
- [34] Ratti C.: Hot air and freeze drying of high value foods. J. Food Eng., 2001, **49**, 311-319.
- [35] Rocha R.P., Melo E.C., Barbosa L.C.A., Corbin J.B., Berbet P.A.: Influência do processo de secagem sobre os principais componentes químicos do óleo essencial de tomilho (en. Influence of the drying process on the quality of thyme essential oil). Rev. Ceres, Viçosa, 2012, **5** (59), 731-737.
- [36] Rożnowski J.: Ocena barwy produktów spożywczych. Laboratorium, 2006, **5**, 36-43.
- [37] Sárosi S., Sipos L., Kókai Z., Pluhár Z., Szilvássy B., Nová K.I.: Effect of different drying techniques on the aroma profile of *Thymus vulgaris* analyzed by GC-MS and sensory profile methods. Ind. Crops Prod., 2013, **46**, 210-216.

- [38] Sharafzadeh S., Alizadeh O., Vakili M.: Effect of nitrogen sources and levels on essential oil components of *Thymus vulgaris* L. Aust. J. Basic Appl. Sci., 2011, **5** (10), 885-889.
- [39] Sellami I.H., Wannan W.A., Bettaieb I., Berrima S., Chahed T., Marzouk B., Limam F.: Qualitative and quantitative changes in the essential oil of *Laurus nobilis* L. leaves as affected by different drying methods. Food Chem., 2011, **126**, 691-697.
- [40] Syamasundar K.V., Srinivasulu B., Stephen A., Ramesh, S., Rao R.R.: Chemical composition of volatile oil of *Thymus vulgaris* L. from Western Ghats of India. J. Spices Aroma. Crops., 2011, **3** (17), 255-258.
- [41] Szumny A., Figiel A., Gutiérrez-Ortiz A., Carbonell-Barrachina Á.A.: Composition of rosemary essential oil (*Rosmarinus officinalis*) as affected by drying method. J. Food Eng., 2010, **97**, 253-260.
- [42] Śledź M., Witrowa-Rajchert D.: Składniki biologicznie czynne w suszonych ziołach – czy ciągle aktywne? Kosmos, 2012, **2** (61), 319-329.
- [43] Śledź M., Witrowa-Rajchert D.: Kinetics of microwave-convective drying of some herbs. Food Bioprod. Process., 2013, **4** (91), 421-428.
- [44] Usai M., Marchetti M., Foddai M., Del Caro A., Desogus R., Sanna I., Piga A.: Influence of different stabilizing operations and storage time on the composition of essential oil of thyme (*Thymus officinalis* L.) and rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.). LWT – Food Sci. Technol., 2011, **44**, 244-249.
- [45] Venskutonis P.R.: Effect of drying on the volatile constituents of thyme (*Thymus vulgaris* L.) and sage (*Salvia officinalis* L.). Food Chem., 1997, **59**, 219-227.
- [46] Viuda-Martos M., Ruíz-Navajas Y., Fernández-López J., Pérez-Álvarez J.A.: Chemical composition of the essential oils obtained from some spices widely used in Mediterranean region. Acta Chim. Slov., 2007, **4** (54), 921.
- [47] Witrowa-Rajchert D., Hankus M., Pawlak E.: Wpływ metody suszenia na zawartość chlorofilu i barwę oregano oraz bazylii. Inż. Ap. Chem., 2009, **1** (48), 70-71.

#### EFFECT OF DRYING METHOD ON SENSORY CHARACTERISTICS AND ESSENTIAL OIL COMPOSITION OF THYME (*THYMUS VULGARIS* L.)

##### S u m m a r y

As a method of preserving food including herbs, the drying process limits the development of microorganisms and the course of biochemical reactions in the raw material, but, at the same time, it affects the change in its sensory characteristics and chemical composition. A thyme herb (*Thymus vulgaris* L.) was dried using four methods: natural, convective (at a temperature of 40, 50, and 60°C), with the use of microwave, and freeze-drying. A sensory analysis was applied to evaluate the intensity of odour and its four descriptors (fresh, herbaceous, spicy, balsamic) and colour (green, yellowish green, yellowish olive, brownish olive). The content and composition of essential oil were determined in the fresh and dried thyme (by a GC-MS method). It was found that the freeze- and microwave dried thyme was characterized by the most favourable sensory characteristics; this herb had a high odour intensity and a favourable colour. The flavour and colour of the thyme dried convectively at higher temperatures (50 and 60 °C) were rated the lowest. The highest content of essential oil was found in the fresh thyme herb (3.04 ml·100g<sup>-1</sup> of dry mass). The drying caused the content of essential oil to decrease in the range between 8 % and 50.9 %. The largest losses of essential oil were recorded in the material that was dried convectively at a temperature (60 °C) and in the freeze-dried herb, whereas the naturally dried herb and that convectively dried at a temperature of 40°C had the highest amounts of essential oil. Additionally, the drying process

caused the content of aromatic compounds in the essential oil to decrease. The highest loss of those compounds occurred in the hot-air dried and freeze-dried thyme. The drying methods caused the composition of essential oil to become different. The essential oil in the naturally dried thyme was characterized by the lowest amount of the main component, i.e. of thymol, (50.8%) and the essential oil in the freeze-dried and microwave-dried thyme – by the highest amount of thymol (59.1 % and 58.3%, respectively). Also, the drying process caused the E-caryophyllene and linalool contents to decrease and the contents of p-cymene and carvacrol to decrease.

**Key words:** thyme, drying: natural, convective, microwave, freeze-drying, colour, odour, thymol ☒