

OPTIMIZACIÓN DEL RENDIMIENTO Y CONTENIDO DE TIMOL DE ACEITE ESENCIAL DE ORÉGANO SILVESTRE OBTENIDO POR ARRASTRE CON VAPOR

OPTIMIZATION OF YIELD AND THYMOL CONTENT OF WILD OREGANO ESSENTIAL OIL OBTAINED BY STEAM DISTILLATION PROCESS

OPTIMIZAÇÃO DO RENDIMENTO E CONTEÚDO DE TIMOL DO ÓLEO ESSENCIAL DO ORÉGANO SELVAGEM OBTIDO POR ARRASTRE À VAPOR

OSCAR ARANGO B.¹, FELIPE BOLAÑOS², OSCAR VILLOTA², ANDRÉS HURTADO B.³, INÉS TORO⁴

RESUMEN

*Se estudió el proceso de extracción por arrastre con vapor a escala de planta piloto del aceite esencial de orégano silvestre (*Lippia origanoides* H.B.K) de la región del Alto Patía (Colombia) utilizando la metodología de superficie de respuesta. Los factores estudiados fueron el tiempo de extracción (1-3 horas), la densidad del lecho (60-100 g/L) y la presión de extracción (1-3 PSI). Las variables de respuesta fueron el rendimiento de extracción y el contenido de timol del aceite esencial. La composición de los aceites esenciales fue determinada mediante cromatografía de*

Recibido para evaluación: 16/04/2011. **Aprobado para publicación:** 20/08/2012

- 1 Ingeniero Agroindustrial. M.Sc. Ciencia de los Alimentos Universidad Autónoma de Barcelona. Profesor asociado, Universidad de Nariño.
- 2 Ingeniero Agroindustrial, Facultad de Ingeniería Agroindustrial, Universidad de Nariño.
- 3 Ingeniero Químico. Ph.D. Universidad Autónoma de Madrid. España. Profesor asociado, Universidad de Nariño.
- 4 Química. Ph.D. Michigan State University. Investigadora Corpoica, Cl. Tibaitatá.

Grupo de Investigación Tecnologías Emergentes en Agroindustria, Facultad de Ingeniería Agroindustrial, Universidad de Nariño,

Correspondencia: oscar769@hotmail.com

gases. Con respecto al rendimiento se obtuvo que solamente la densidad del lecho presentó un efecto estadísticamente significativo ($P \leq 0,05$) y sobre el contenido de timol (componente mayoritario encontrado), únicamente el factor presión tuvo un efecto significativo ($P \leq 0,05$). Las condiciones óptimas de extracción obtenidas con el modelo matemático fueron: tiempo de 3,7 h, densidad del lecho de 113 g/L y presión de 3,7 PSI, bajo las cuales se estima que se podría obtener un rendimiento de extracción 3,4 % y un contenido de timol de 91,9%.

ABSTRACT

The extraction process by steam distillation on pilot plant of essential oil from wild oregano (*Lippia origanoides* H.B.K) from Alto Patía region (Colombia) was studied using surface response methodology. Factors studied were the extraction time (1-3 hours), the density of the bed (60-100 g/L) and the extraction pressure (1-3 PSI). The response variables were the extraction yield and the content of thymol in the essential oil. The composition of essential oils was determined by gas chromatography. Regarding yield only the bed density presented a statistically significant effect ($P < 0.05$) and on thymol content (major component found), only the pressure factor had a significant effect ($P < 0.05$). The optimum conditions for the extraction process obtained with the mathematical model were: time 3.7 h, bed density 113 g/L and pressure 3.7 PSI, under which it is estimated that one could obtain an extraction yield of 3.4% and a thymol content of 91.9%.

PALABRAS CLAVES: *Lippia origanoides*, orégano silvestre, aceite esencial, timol.

KEYWORDS: *Lippia origanoides*, wild orégano, essential oil, thymol.

RESUMO

O processo de extração do óleo essencial de orégano silvestre (*Lippia origanoides* H.B.K) por arraste a vapor foi estudado a escala piloto na região do Alto Patía (Colômbia), utilizando a metodologia de superfície resposta. Os fatores estudados foram o tempo de extração (1-3 horas), a densidade do leito (60-100 g/L) e a pressão de extração (1-3 PSI). As variáveis de resposta foram: o rendimento da extração e o conteúdo de timol do óleo essencial. A composição dos óleos essenciais foi determinada mediante cromatografia de gases. Com respeito ao rendimento, foi obtido que somente a densidade do leito apresentou um efeito estatisticamente significativo ($P < 0,05$) e com respeito ao conteúdo de timol (componente maioritário encontrado), somente o fator pressão teve um efeito significativo ($P < 0,05$). As condições ótimas de extração obtidas com o modelo matemático foram: tempo 3,7 h, densidade do leito de 113 g/L e pressão de 3,7 PSI, sobre os quais se estimou que poderia ser obtido um rendimento de extração 3,4% e um conteúdo de timol de 91,9%.

PALAVRAS-CHAVES: *Lippia origanoides*, orégano silvestre, óleo essencial, timol.

INTRODUCCIÓN

Existen dos tipos de orégano en Colombia: orégano europeo (mejorana, orégano común, etc.) nativo de la región mediterránea y el orégano americano (Suramérica o México) perteneciente al género *Lippia* (*L. origanoides*, *L. graveolens*, entre otros), que se destacan por su alto contenido de compuestos fenólicos como timol y carvacrol, los cuales poseen propiedades antioxidantes, antifúngicas y antibacteriales [1, 2, 3, 4]. En Colombia suele encontrarse en los departamentos de Guajira, Magdalena, Cauca, Cundinamarca, Norte de Santander, Santander y Nariño [5, 6].

En la microrregión del Alto Patía, Municipio de Taminango (suroccidente de Colombia) crece de forma silvestre una especie de orégano (*Lippia origanoides* H.B.K), planta aromática con una fragancia fuerte debida a la presencia de aceites esenciales con contenidos elevados de timol. Dadas las condiciones de pobreza de la región mencionada, las difíciles condiciones climáticas y la aridez de sus suelos, la extracción y aprovechamiento del aceite esencial de este orégano silvestre podría ser de importancia económica para la obtención de productos de mayor valor agregado y la posibilidad de incursionar en nuevos mercados, en concordancia a la dinámica nacional de aprovechamiento de las potencialidades de la biodiversidad [6].

En un estudio realizado en la Universidad Nacional de Colombia se determinó la composición química del aceite esencial de dos quimiotipos de la especie *Lippia origanoides* cultivada en el municipio de Palmira. Los aceites esenciales fueron obtenidos mediante destilación por arrastre con vapor en un equipo tipo Clevenger modificado y analizados por cromatografía de gases (CG) acoplada a espectrometría de masas (EM). La identificación de las sustancias se realizó con base en los índices de Kovats y por comparación de espectros de masas con las sustancias de referencia. El aceite esencial de uno de los quimiotipos presentó una constitución principalmente monoterpénica, siendo el timol (45%) el componente mayoritario mientras que el aceite esencial del otro quimiotipo presentó una constitución sesquiterpenica siendo el trans- β -cariofileno (17%) el componente principal [7].

En otro estudio se analizaron extractos de hojas de dos quimiotipos de *Lippia origanoides* cultivados en el

Complejo Agroindustrial de CENIVAM (UIS) utilizando las técnicas de extracción por hidrodestilación asistida con radiación de micro-ondas, destilación-extracción simultánea (DES) y extracción con fluidos supercríticos. Los metabolitos secundarios fueron separados por cromatografía capilar con detección de masas. La identificación se llevó a cabo por comparación de espectros de masas con bases de datos, patrones e índices de Kovats. Los compuestos mayoritarios en los extractos para el quimiotipo I fueron: p-cimeno (13%), y 1,8-cineol (9%). Para el quimiotipo II: timol (56%) y p-cimeno (10%) [5].

En general, en cuanto a la composición del aceite esencial de orégano se han logrado identificar hasta 56 compuestos de los cuales se destacan cuantitativamente solo dos fenoles isoméricos, carvacrol (0.1-56.6%) y timol (7.9-53.6%) [8, 9]. Estos son compuestos naturales, considerados como antioxidantes, agentes antifúngicos y antibacteriales, presentes en cantidades significativas en los aceites esenciales del género *Thymus*, *Origanum*, *Satureja*, *Thymbra* y *Lippia*, especies ampliamente utilizadas como especias y tés herbarios [10].

Al timol se le han atribuido propiedades acaricidas, alergénicas, analgésicas, antiacné, antibacteriales, antiinflamatorias, antioxidantes, antiplaca, antisalmonella, antisépticas, antiespasmódicas, expectorantes, aromatizantes, fungicidas, insecticidas, larvicidas, pesticidas y vermícidicas [11].

Esta investigación se realizó con el fin de estudiar el efecto de las condiciones del proceso de extracción sobre el rendimiento y el contenido de timol del aceite esencial de orégano silvestre del Alto Patía obtenido por arrastre con vapor a escala piloto. Los resultados de esta investigación serán tenidos en cuenta para el diseño y operación de una planta rural de extracción de aceite de orégano en la región del Alto Patía en el Municipio de Taminango (Cauca) en Colombia.

MÉTODO

Material vegetal. La materia prima se obtuvo de cultivos silvestres de la vereda Alto de Mayo, ubicada en la región del Alto Patía, municipio de Taminango, al norte del Departamento de Nariño, suroccidente de

Colombia. La región se caracteriza por tener un clima cálido y seco con altitud de 800 msnm y precipitación media de 809 mm al año, con vegetación típica de un enclave subxerofítico. El material vegetal y suministrada por la asociación Vencedores del Verano, quienes fueron capacitados para la colecta del material biológico. La colecta se realizó en la época inmediatamente posterior al periodo de lluvias, entre los meses de julio y agosto del año 2009. Solo se colectaron hojas maduras con un tamaño promedio de 5 x 3 mm. Se empaquetaron lotes de 5 kg de hojas en sacos de polietileno que se trasladaron el mismo día a la Planta Piloto de la Facultad de Ingeniería Agroindustrial de la Universidad de Nariño. Con el fin de preservar el material biológico, las hojas se secaron a la sombra durante dos días hasta obtener una humedad final del 9%.

Proceso de extracción por arrastre con vapor. El estudio del proceso de extracción por arrastre con vapor del aceite esencial de orégano se realizó en un equipo de 80 litros, tal como se presentan en la figura 1. El sistema se compone de un medio de distribución de vapor con control de presión, un lecho de extracción, un condensador vertical y un separador de fases o vaso florentino. En cada extracción se utilizó un promedio de 4 kg de hojas.

Diseño experimental. Se utilizó un diseño factorial de experimentos utilizando la metodología de superficie de respuesta con el fin de determinar el efecto de los factores de extracción sobre el rendimiento y el contenido de timol del aceite de orégano y sus condiciones óptimas de extracción. El diseño utilizado fue un diseño central, compuesto 2^3 con 4 puntos centrales y 6 puntos estrella para un total de 18 experimentos. Los experimentos se realizaron por duplicado de manera aleatoria. La matriz de diseño de experimentos se realizó con la ayuda del programa estadístico STATGRAPHICS Plus 5.0 [12]. En el cuadro 1 se indican los factores y niveles considerados.

Figura 1. Equipos de arrastre con vapor a escala piloto.



Como variables de respuesta se estudiaron el rendimiento de la extracción (% p/p) y la calidad del aceite en términos del porcentaje relativo de timol (%) como compuesto mayoritario.

Análisis cromatográfico. El análisis cromatográfico para determinar la composición de los aceites se realizó en un cromatógrafo de gases Shimadzu GC 17A versión 3, equipado con un inyector split/splitless a temperatura de 250 °C, relación split 1:100 y un detector de ionización en llama (FID) (280 °C). Los datos cromatográficos fueron adquiridos y procesados con un programa Shimadzu Class VP 4.3. Para la separación de mezclas se utilizó una columna apolar DB-5 (J&W) de 30 m x 0,25 mm D.I. y 0,25 μ m de una fase estacionaria de 5% fenil-polimetilsiloxano. La temperatura del horno fue programada de 40 °C (5 min) hasta 250 °C a 5 °C min^{-1} . El gas de arrastre y gas auxiliar empleado fue helio (99,99%, *Aga-Fano* S.A) a flujo de 1 ml min^{-1} , las velocidades de flujo para gases de combustión en el FID fueron 300 mL min^{-1} para el aire y 30 mL min^{-1} para el

Cuadro 1. Factores y niveles del proceso de extracción a escala piloto

Factores	Niveles		Variable de Respuesta	
	Inferior (-1)	Superior (+1)		
Tiempo de extracción (h)	1	3	Rendimiento (% P/P)	Contenido de Timol (% Relativo)
Densidad del lecho (g/L)	60	100		
Presión (PSI)	1,0	3,0		

hidrógeno, el volumen inyectado de los extractos fue de 1,0 μ L. Los espectros de masas se obtuvieron en modo SCAN en un intervalo de masas de 38 a 450 m/z.

La identificación de los compuestos se realizó utilizando los índices de retención de Kovats, usando una serie de n-alcenos (C_6 - C_{32}) [13] y mediante comparación de los espectros de masas obtenidos con aquellos de la librería de espectros Wiley. La cuantificación se realizó mediante el cálculo del porcentaje relativo de áreas de cada compuesto y para el análisis estadístico se tuvo en cuenta únicamente el porcentaje relativo de timol como componente mayoritario y de interés para el presente estudio por sus propiedades antioxidantes y antimicrobianas.

Análisis estadístico. El análisis de resultados se realizó utilizando el programa estadístico STATGRAPHICS Plus 5.0 [12]. Para probar la significancia del modelo se utilizó la prueba F de manera que se rechazó H_0 si $F_0 > F_{(\alpha, k, n-k-1)}$ o en forma equivalente si $P\text{-Value} = P(F > F_0) < \alpha$.

Adicionalmente se utilizó la prueba de falta de ajuste (Lack of fit test) con el fin de determinar si el modelo seleccionado era adecuado para describir los datos observados o si se requería de un modelo más complejo. Los resultados obtenidos fueron sometidos a un análisis de varianza ($p < 0,05$), determinando así la significancia estadística de los factores sobre las variables de respuesta. Se realizaron pruebas sobre los coeficientes individuales del modelo con el fin de valorar que tanto contribuyó cada término a la explicación de la variable de respuesta, de esa forma eliminar los que tenían una contribución poco importante.

RESULTADOS

Análisis de resultados en función del rendimiento. En el cuadro 2 se presenta la matriz experimental y los resultados que se obtuvieron para la optimización del proceso de extracción en función del rendimiento de extracción del aceite esencial de orégano a escala piloto y de su contenido de timol.

Cuadro 2. Rendimiento de extracción y contenido de timol del aceite esencial de hojas de orégano silvestre del Alto Patía.

N° Experimento	Tiempo (h)	Densidad Lecho (g/L)	Presión de vapor (PSI)	Rendimiento % p/p	Contenido de timol (%)
1	2,00	80,00	2,00	2,94	43,3
2	1,00	60,00	1,00	2,76	48,2
3	3,00	60,00	1,00	2,29	44,3
4	1,00	100,00	1,00	2,67	45,2
5	3,00	100,00	1,00	2,87	44,3
6	1,00	60,00	3,00	2,59	46,8
7	3,00	60,00	3,00	2,96	64,7
8	1,00	100,00	3,00	3,11	56,8
9	3,00	100,00	3,00	2,89	71,6
10	0,32	80,00	2,00	2,51	54,7
11	3,68	80,00	2,00	2,92	71,8
12	2,00	46,36	2,00	1,59	51,3
13	2,00	113,64	2,00	3,2	74,9
14	2,00	80,00	0,32	3,27	43,7
15	2,00	80,00	3,70	2,98	70,7
16	2,00	80,00	2,00	2,6	54,7
17	2,00	80,00	2,00	3,05	73,6
18	2,00	80,00	2,00	2,45	74,7

Con la extracción por arrastre con vapor a nivel de planta piloto se obtuvo un rendimiento promedio de 2,76% (p/p) de aceite esencial. El contenido de aceite esencial indica que esta especie de orégano pertenece a la categoría de "rich taxa" a nivel mundial según la clasificación presentada por Padulosi, por cuanto su rendimiento es mayor al 2% [4] y es superior a los reportados en otras regiones de Colombia [6].

La significancia estadística de los factores sobre las variables de respuesta se realizó utilizando un análisis de varianza. Como se indica en el cuadro ANOVA (Cuadro 3) solamente la densidad del lecho tuvo un efecto significativo sobre el rendimiento ($P \leq 0,05$). Los factores tiempo y presión así como las interacciones no mostraron efectos significativos sobre la variable de respuesta en los niveles evaluados.

El efecto significativo de la densidad del lecho sobre el rendimiento se puede explicar teniendo en cuenta que al haber una mayor cantidad de materia prima sobre el lecho de extracción del equipo, existe un mayor contacto del vapor con las hojas de orégano por unidad de volumen; por tanto en este caso la mayor parte del vapor suministrado es aprovechado para lograr el rompimiento de las células que contienen el aceite esencial y su evaporación; al contrario, cuando se tiene poca cantidad de material vegetal por unidad de volumen de lecho, el vapor tiende a tomar canales preferenciales por donde

encuentra menos resistencia a su paso y por ende no alcanza a lograr un buen contacto con las hojas de orégano, disminuyéndose la extracción del aceite esencial.

La prueba de falta de ajuste (Lack of fit test) fue diseñada para determinar si el modelo seleccionado era adecuado para describir los datos observados o si un modelo más complejo debía ser usado. Dado que el P-Valor para esta prueba fue mayor o igual a 0,05 el modelo encontrado es adecuado para describir los datos observados con un 95% de nivel de confianza.

El modelo matemático encontrado (desarrollado con los valores reales) para estimar el rendimiento en función de todos los factores y sus interacciones es el siguiente:

$$\text{Rendimiento} = 0,297371 - (0,0599316 * t) (0,586882 * p) + (0,0624458 * d) - (0,0108413 * t^2) + (0,0525 * t * p) + (0,0005 * t * d) + (0,134116 * p^2) - (0,00025 * p * d) - (0,000309944 * d^2) \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde: t= tiempo (horas); p= presión de vapor (PSI); d= densidad del lecho (g/L).

Si se consideran únicamente aquellos factores e interacciones significativos el modelo matemático ajustado es el siguiente:

$$\text{Rendimiento} = 1,68995 + (0,0133548 * d) \quad (\text{Ec. 2})$$

Cuadro 3. ANOVA para el rendimiento de la extracción en aceite esencial de orégano a nivel piloto.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	GL	Cuadrados medios	Valor F	Valor P
A: Tiempo	0,0237514	1	0,0237514	0,30	0,6225
B: Densidad Lecho	0,974285	1	0,974285	12,27	0,0394
C: Presión Vapor	0,0163325	1	0,0163325	0,21	0,6810
AA	0,0014867	1	0,0014867	0,02	0,8998
AB	0,0008	1	0,0008	0,01	0,9264
AC	0,02205	1	0,02205	0,28	0,6347
BB	0,194425	1	0,194425	2,45	0,2156
BC	0,0002	1	0,0002	0,00	0,9631
CC	0,227521	1	0,227521	2,87	0,1891
Falta de ajuste	0,835433	5	0,167087	2,10	0,2869
Total error	0,2382	3	0,0794		
Total (corr.)	2,64665	17			

Estadístico de Durbin-Watson = 2,2524 (P=0,2083)

En el diagrama de efectos principales (Figura 2), se puede observar que al incrementarse la densidad del lecho de 60 a 100 g/L se obtiene un incremento en el rendimiento del aceite esencial de 0,42%. Con relación al tiempo de extracción se observa que a medida que éste aumenta, también lo hace el rendimiento, aunque alrededor de las 2 horas de extracción se llega a un punto en el cual el rendimiento se hace constante. El incremento marginal en el rendimiento debido al incremento en el tiempo es muy pequeño (0,07%), por lo cual no se justifica desde el punto de vista económico trabajar con tiempos mayores a una hora. Además, el tiempo de extracción prolongado puede causar el arrastre por solubilidad o emulsión del aceite provocando una disminución en el rendimiento [14].

De la misma manera se observa que los aumentos en la presión no conducen a incrementos significativos en el rendimiento, por lo que es suficiente realizar la extracción con presiones de 1,0 PSI. Además, si la presión del vapor de arrastre aplicada es muy alta se puede producir hidrólisis en los componentes del aceite afectando su calidad y rendimiento [14].

El análisis de superficie de respuesta (figura 3 y cuadro 4), indica que las condiciones de tiempo, densidad del lecho y presión que maximizan el rendimiento, de extracción del aceite esencial en el rango estudiado son 3,7 horas, 98,4 g/L y 3,6 PSI respectivamente.

De acuerdo con el modelo estadístico si la extracción se realiza con niveles de los factores que se presentan en el cuadro 4, se obtendría un rendimiento de aceite esencial de 3,4%.

Figura 2. Diagrama de efectos principales del rendimiento en la extracción del aceite esencial.

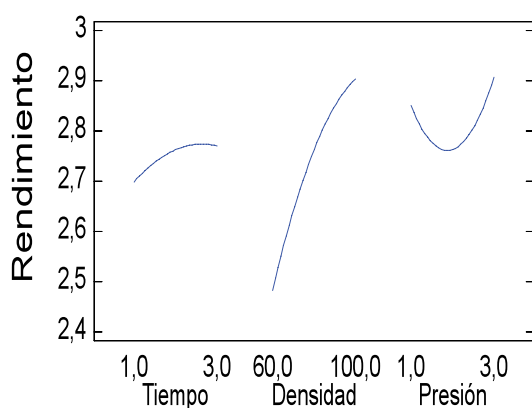
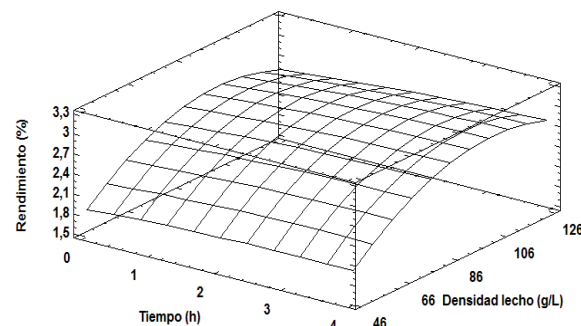


Figura 3. Superficie de respuesta del rendimiento en la extracción del aceite esencial (presión 2 PSI).



Cuadro 4. Respuesta óptima del rendimiento en la extracción de aceite esencial

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Tiempo (h)	0,32	3,7	3,7
Densidad (g/L)	46,1	113,6	98,4
Presión (PSI)	0,32	3,7	3,6

Análisis de resultados en función del contenido de timol. En el cuadro 2 se presentan los resultados que se obtuvieron para la optimización del proceso de extracción en función del contenido de timol del aceite esencial de orégano a escala piloto. El promedio de porcentaje de timol encontrado en las extracciones realizadas fue de 57,5%.

El análisis de varianza (Cuadro 5) muestra que solamente el factor presión de extracción tuvo un efecto estadísticamente significativo sobre el contenido de timol en el aceite esencial ($P \leq 0,05$). Este resultado puede justificarse por el hecho de que a mayor presión mayor temperatura de destilación, lo que permite la volatilización de las sustancias con puntos de ebullición elevados como el timol (232 °C). Por lo tanto se considera que la presión es el factor más determinante en el proceso de extracción en función del contenido de timol de aceite esencial de orégano. En este caso la densidad del lecho, el tiempo y las respectivas interacciones no fueron estadísticamente significativas ($P > 0,05$).

El test de Durbin-Watson, indica que no hubo una autocorrelación residual de los datos ($P > 0,05$), es decir que los experimentos fueron realizados adecuadamente de forma aleatoria. Dado que el valor P para la prueba de falta de ajuste (Lack of fit test) es mayor o igual a

Cuadro 5. ANOVA para contenido de timol (% relativo) en aceite esencial de orégano a nivel de planta piloto.

Fuente de variación	Sum de cuadrados	GL	Cuadrados medios	Valor F	Valor P
A: Tiempo	235,061	1	235,061	1,85	0,2110
B: Densidad Lecho	210,292	1	210,292	1,65	0,2344
C: Presión Vapor	781,484	1	781,484	6,15	0,0382
AA	20,2539	1	20,2539	0,16	0,7002
AB	0,00125	1	0,00125	0,00	0,9976
AC	175,781	1	175,781	1,38	0,2735
BB	21,9867	1	21,9867	0,17	0,6884
BC	49,5012	1	49,5012	0,39	0,5500
CC	146,602	1	146,602	1,15	0,3142
Falta de ajuste	333,49	5	66,698	0,29	0,8904
Total error	683,608	3	227,869		
Total (corr.)	2623,4	17			

Estadístico de Durbin-Watson = 1,81397 (P=0,2478)

0,05 (valor P = 0,8904) el modelo encontrado fue adecuado para describir los datos observados con un 95% de nivel de confianza.

El modelo matemático encontrado a partir de los valores reales, considerando todos los factores y sus interacciones fue el siguiente:

$$\% \text{ Timol} = 21,7358 - (0,114712*t) + (0,476063 *d) + (1,85713*p) - (1,26539*t^2) - (0,000625 * t*d) + (4,6875*t*p) - (0,003296*d^2) + (0,124375*p*d) - (3,40439*p^2) \quad (\text{Ec. 3})$$

Donde: t= tiempo (horas); p= presión de vapor (PSI); d= densidad del lecho (g/L).

Si se consideran únicamente aquellos factores e interacciones significativos el modelo matemático ajustado es el siguiente:

$$\% \text{ Timol} = 42,4097 + (7,56459*p) \quad (\text{Ec.4})$$

En el diagrama de efectos principales para contenido de timol (Figura 4) se observa que al aumentar los niveles de cada una de las variables del proceso se logra un incremento del contenido de timol en el aceite esencial de orégano. El efecto más significativo fue la presión de extracción, con el cual se logró aumentar el contenido de timol en un 15,1% al pasar de 1,0 a 3,0 PSI. El efecto promedio estimado del tiempo sobre el contenido de timol es de 8,3%, esto significa que al pasar de un tiempo de extracción de 1 a 3 horas, se

podría alcanzar un incremento en el porcentaje de timol en el aceite hasta de 8,3%. Del mismo modo el efecto estimado de la densidad del lecho fue del 7,8%.

La figura 5, corresponde a la superficie de respuesta que representa el efecto de los factores o variables del proceso de extracción sobre el contenido de timol. En este caso se puede observar que las condiciones que más favorecen la extracción de timol se encuentran en los niveles superiores de las variables, es decir a un tiempo de 3,7 horas, una densidad de lecho de 113 g/L y una presión de 3,7 PSI. Estos valores se verifican en el cuadro de respuesta óptima (Cuadro 6), donde se encuentran las condiciones óptimas calculadas por el programa estadístico.

Figura 4. Diagrama de efectos principales del contenido de timol en el aceite esencial.

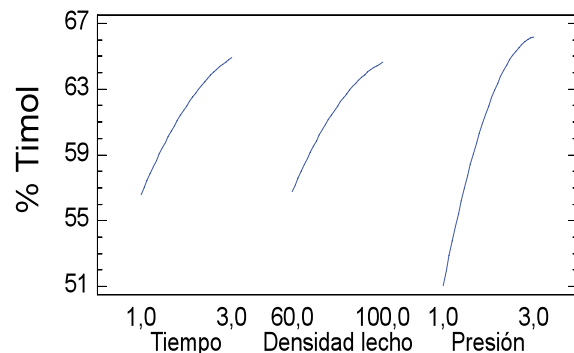
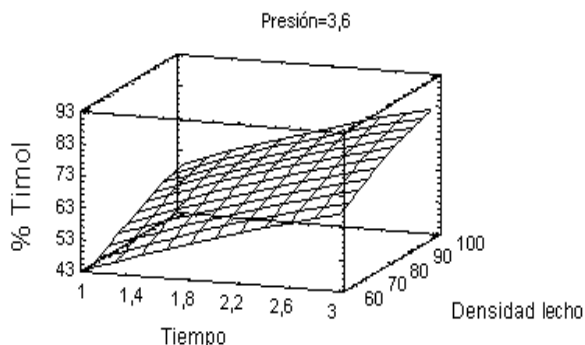


Figura 5. Superficie de respuesta del contenido de timol en el aceite esencial.



Cuadro 6. Respuesta óptima del contenido de timol en el aceite esencial de orégano a escala piloto

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Tiempo (h)	0,32	3,70	3,70
Densidad (g/L)	46,10	113,60	113,60
Presión (PSI)	0,32	3,70	3,7

Según en modelo matemático si la extracción del aceite esencial se llevara a cabo bajo los niveles de los factores del cuadro 6, se obtendría un contenido de timol de 91,9 %, valor que se aleja del máximo real encontrado en el estudio (74,7%), recordando que se deben considerar aspectos como posibles pérdidas de calidad del aceite por condiciones de hidrólisis y el aumento de costos por consumo energético.

CONCLUSIONES

El estudio del proceso de extracción del aceite esencial de orégano silvestre de la región del Alto Patía a nivel de planta piloto demostró que solamente el factor densidad del lecho tuvo una influencia significativa sobre la variable de respuesta rendimiento de extracción; el tiempo y la presión del vapor no influyeron significativamente. Según el modelo estadístico encontrado, los rendimientos más altos se obtendrían con una densidad de lecho de 98,4 g/L. El rendimiento promedio obtenido (2,76%), es considerado alto en el campo de la extracción de aceites esenciales y demuestran la potencialidad de aprovechamiento del orégano silvestre del Alto Patía.

La presión de vapor en el proceso de extracción mostró una influencia significativa sobre el contenido de timol en el aceite esencial de orégano. El contenido promedio de timol en el aceite esencial de orégano de 57,5%, es alto en comparación al encontrado en otros estudios de la misma especie, lo que indica que se trata de un quimiotipo rico en este compuesto.

En términos generales se concluye que para obtener los mejores rendimientos de extracción y contenido de timol en el aceite esencial de orégano trabajando con un equipo de extracción por arrastre con vapor como el utilizado en este estudio, se deben usar densidades de lecho altas (98,4 g/L) y presiones de vapor altas (3,6 PSI). Debido a que el tiempo no fue una variable estadísticamente significativa en los niveles estudiados, se recomienda trabajar con tiempos de extracción de una hora ya que tiempos superiores implicarían mayores costos de producción.

AGRADECIMIENTOS

Al Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural de Colombia por la financiación del presente trabajo. Se agradece el apoyo de las instituciones Corpoica y Universidad de Nariño, así como a la Asociación Vencedores del Verano del Alto Patía.

REFERENCIAS

- [1] CELIS, C., ESCOBAR, P., HIPÓLITO, J., STASHENKO, E. y MARTINEZ, J. Estudio comparativo de la composición y actividad biológica de los aceites esenciales extraídos de *Lippia alba*, *Lippia origanoides* y *Phyla dulcis*, especies de la familia *Verbenaceae*. *Scientia et Technica*, 13 (33), 2007, p. 103-105.
- [2] GOREN, A., BILSEL., G., BILSEL, M., HUSEYIN, D., KOCABAS, E. Analysis of essential oil of *Coridothymus capitatus* (L.) and its antibacterial and antifungal activity. *Z. Naturforsch*, 58, 2003, p. 687-690.
- [3] VERNIN, G., LAGEOT, C., GAYDOU, E., PARKANYI, C. Analysis of the essential oil of *Lippia graveolens* HBK from El Salvador. *Flav. Frag. J.*, 16 (3), 2001, p. 219-226.

- [4] PADULOSI, S. Orégano: Proceedings of the IPGRI International Workshop on Oregano. Bari (Italia), 1996, 182 p.
- [5] RUIZ, C., TUNAROSA, F., MARTÍNEZ, J. y STASHENKO, E. Estudio comparativo por GC-MS de metabolitos secundarios volátiles de dos quimotipos de *Lippia origanoides* obtenidos por diferentes técnicas de extracción. *Scientia et Technica*, 13, (33), 2007 p. 325-328.
- [6] BOLAÑOS, A. y VILLOTA, O. Estudio del proceso de extracción de aceite esencial de orégano silvestre del Alto Patía (*Lippia origanoides* Kunth) y determinación de la influencia de algunas condiciones agroecológicas en su composición y rendimiento. [Tesis Pregrado Ingeniería Agroindustrial]. Pasto (Colombia): Universidad de Nariño, 2010, 309 p.
- [7] TORRES, H., SÁNCHEZ, M. y POTES, J. Composición química del aceite esencial de dos quimotipos de *Lippia origanoides* H. B. K. Memorias III Congreso Internacional de Plantas Medicinales Aromáticas y Condimentarias, Palmira (Colombia), 2008.
- [8] ARCILA, C., LOARCA, G., LECONA, S. y GONZÁLEZ, E. El Orégano: propiedades, composición y actividad biológica de sus componentes. *Archivos Latinoamericanos de Nutrición*, 54 (1), 2004, p. 100-111.
- [9] RUSSO, M., GALLETI, G., BOCCHINI, P. y CARNACIN, A. Essential oil chemical composition of wild populations of Italian oregano spice (*Origanum vulgare* ssp. *hirtum* (Link) letswaart): A preliminary evaluation of their use in chemotaxonomy by cluster analysis. *Inflorescences. J. Agric. Food Chem.*, 46, 1998, p. 3741-3746.
- [10] BURDOCK, G. Fenaroli's handbook of flavor ingredients. 5 ed. Boca Raton (Florida): CRC Press., 262, 2005, p. 1789-1794.
- [11] DUKE, J. Handbook of Medicinal Herbs. Boca Raton (Florida): CRC Press, 1985, 325 p.
- [12] Statgraphics plus 5.0. Copyright by statistical graphics corporation. Estados Unidos, 2000.
- [13] ADAMS, R. Identification of essential oil components by gas chromatography quadrupole mass spectroscopy. 3 ed. Carol Stream, (Illinois): Allured Pub. Corporation, 2001, 456 p.
- [14] SÁNCHEZ, F. Extracción de Aceites Esenciales. Memorias II Congreso Internacional de Plantas Medicinales y Aromáticas. Palmira (Colombia), 2006.