



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2018 00853**

(22) Data de depozit: **30/10/2018**

(41) Data publicării cererii:
30/05/2019 BOPI nr. **5/2019**

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL DE CHIMIE
MACROMOLECULARĂ " PETRU PONI"**
ACADEMIA ROMÂNĂ,
ALEEA GR. GHICA VODĂ 41/A, IAȘI, IS, RO

(72) Inventatori:
• **IRIMIA ANAMARIA, STR.RÂPA GALBENĂ,
NR.10, BL.PAV.B, IAȘI, IS, RO;**
• **IOANID EMIL GHIOCCEL, STR.SARARIEI,
NR.43, IAȘI, IS, RO;**
• **VASILE CORNELIA, STR.PANTELIMON,
NR.29, IAȘI, IS, RO**

(54) **PROCEDEU ȘI COMPOZIȚII PENTRU OBȚINEREA
UNOR MATERIALE POLIMERICE CU PROPRIETĂȚI
ANTIMICROBIENE ȘI ANTIOXIDANTE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor materiale cu proprietăți antimicrobiene și antioxidante cu aplicații în industria ambalajelor alimentare. Procedeu, conform invenției, constă în aceea că hârtia nealbită și albită este activată, timp de 15 min, în plasmă rece de înaltă frecvență, utilizând un generator de 1,3 MHz și o putere în descărcare de 30 W la o presiune de 0,5 mbar sau prin expunerea la iradiația γ , utilizând un γ -iradiator dotat cu sursă ^{137}Cs , cu o viteză de 0,4 kGy/h, cu doze de iradiere cuprinse între 5 și 20 kGy, urmată de imersarea în soluție de ulei din sămburi de măceșe de concentrație 10% în cloroform sau ulei esențial de cuișoare de concentrație 10% în

metanol timp de 60 min, soluțiile fiind activate în prealabil cu un amestec de 1-(3-dimetilamino-propil)-3-etilcarbodiimidă și N-hidroxisuccinimidă, în raport molar 7:1, iar în continuare materialele sunt uscate la temperatura de 60°C și extrase timp de 6 h într-un extractor Soxhlet în cloroform sau etanol, în scopul îndepărtării urmelor de absorbție fizică a uleiurilor, rezultând hârtie de ambalaj cu modificări de suprafață uniforme, având activitate antimicrobiană și antioxidantă.

Revendicări: 2
Figuri: 4



PROCEDEU ȘI COMPOZIȚII PENTRU OBTINEREA UNOR MATERIALE POLIMERICE CU PROPRIETĂȚI ANTIMICROBIENE ȘI ANTIOXIDANTE

Anamaria Irimia, Ghiocel Emil Ioanid, Cornelia Vasile

Invenția se referă la un procedeu de modificare a hârtiei nealbite și albite cu uleiuri vegetale în scopul obținerii de materiale cu proprietăți antimicrobiene și antioxidante pentru aplicații în industria ambalajelor alimentare.

Industria ambalajelor alimentare este preocupată de dezvoltarea și producția de materii prime, de transformarea acestora în produse finite, îmbinând așteptărilor clienților cu privire la siguranța alimentară și a mediului, sănătatea umană care presupune înlocuirea aditivilor sintetici cu efecte negative asupra sănătății cu cei naturali și aplicarea unor tehnologii prietenoase fără impact negativ asupra mediului. Găsirea de noi produse, materii prime alternative și tehnologii de procesare mai "ecologice", obținute prin noi procese și în condiții apropiate de cele naturale, este esențială pentru dezvoltarea ulterioară a industriei alimentare.

Siguranța alimentelor este una din principalele probleme ale industriei alimentare. De aceea, metode diferite precum procesarea termică, scăderea retenției apoase, iradierea, procesarea la presiune înaltă și adăugarea de conservanți sintetici au fost utilizate pentru a produce alimente cu termen de valabilitate mai îndelungat [1, 2].

Tratamentele fizice de modificare a suprafețelor polimerice bazate pe tehnologii ca expunerea la plasma rece de înaltă frecvență sau radiații gamma sunt de preferat deoarece, în afara faptului că sunt prietenoase mediului, în condiții optime blânde, modifică doar straturile de la suprafață ale materialelor [3].

Uleiurile vegetale au fost intens studiate în vederea obținerii materialelor bioactive pentru industria ambalajelor alimentare, datorită cererii crescute de protecție a alimentelor fără utilizarea aditivilor sintetici.

Diferiți agenți naturali antioxidanți, antimicrobieni, îndulcitori și coloranți care sunt obținuți prin diferite procedee de extracție din plante, animale, alge marine sau microorganisme sunt folosiți ca și aditivi naturali cu impact pozitiv asupra percepției consumatorilor. Compuși fenolici și/sau flavonoide, polifenolii conținuți în uleiurile vegetale sunt exemple de conservanți naturali [4].

Uleiul extras din sâmburi de măceșe are o vâscozitate relativ mică. Conținutul de ulei din sâmburii de măceșe variază între 5 și 18 wt%, iar uleiul din sâmburi de măceșe prezintă o cantitate mare de acizi grași nesaturați cum ar fi acidul linoleic (36-55%), acidul linolenic (17-27) și acidul oleic (15-22%). Uleiul din sâmburi de măceșe conține vitamine (C și E), carotenoide, tocoferoli și acizi grași esențiali (omega 3, 6 și 9) care îi conferă activitate antioxidantă, antimicrobiană, antiseptică și antiinflamatoare [5].

În cazul uleiului de cuișoare, compusul principal este eugenolul (4-alil-2-metoxifenol), un compus fenolic natural, cu proprietăți antioxidante, de inhibarea a monoaminooxidazei, cu efecte neuroprotective. În plus, eugenolul prezintă o excelentă activitate bactericidă împotriva unei game largi de microorganisme cum ar fi *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Listeria monocytogenes* [6, 7]. Testele privind capacitatea de absorbție a radicalilor oxigenului au arătat o acțiune antioxidantă foarte puternică a uleiului de cuișoare, de 3 - 10 ori mai mare decât în cazul altor uleiuri esențiale [8].

Se cunoaște un procedeu de obținere a unui material polimeric constituit din chitosan (54,9 – 55,8 %) cu masă moleculară medie, ulei din sâmburi de măceșe (36,6 – 37,2 %), Tween 80 (6,87 – 6,97 %) și argilă C30B (1,64 %), prin prelucrarea materiilor prime în soluție la temperatura camerei, cu aplicații în industria ambalajelor[9].

Dezavantajul acestui procedeu de obținere al materialelor pentru ambalaje alimentare îl constituie faptul că materialele rezultate nu au o structură uniformă.

Se cunoaște un procedeu de obținere a unor compozite stratificate prin electrodepunerea coaxială a chitosanului care încapsulează uleiuri vegetale esențiale sau de presă, pe suprafața poliesterilor biodegradabili, de tip acid polilactic sau polihidroxibutirat, pretratați în plasmă [10].

Dezavantajele acestui procedeu sunt acoperire neuniformă și necesită timp îndelungat de tratament.

Problema pe care o rezolvă invenția de față constă în diversificarea procedeelelor de obținere a unor materiale bioactive utilizate în industria alimentară prin propunerea a două procedee noi aplicate la hârtia de ambalare.

Invenția de față înlătură dezavantajele procedeelelor mai sus menționate prin aceea că hârtia nealbită și albită a fost activată timp de 15 minute în plasmă rece de înaltă frecvență, folosind un generator de 1,3 MHz și o putere în descărcare de 30 W la o presiune de 0,5 mbar, sau prin expunere la radiața γ , utilizând un γ -iradiator model M-38 GAMMATOR (USA), dotat cu o sursă ^{137}Cs , cu o viteză de 0,4 kGy/h, cu doze de iradiere cuprinse între 5 și 20 kGy, urmată de imersarea în soluție de ulei din sâmburi de măceșe de concentrație 10% în

cloroform sau ulei de cuișoare de concentrație 10% în metanol timp de 60 minute, soluții care au fost în prealabil activate utilizând un amestec de doi activatori chimici EDC (1-(3-dimetilaminopropil)-3-etilcarbodiimidă) și NHS (N-hidroxisuccinimidă), în raport de molar 7:1, probele au fost apoi uscate la 60 °C și extrase timp de 6 ore într-un extractor Soxhlet în cloroform sau metanol în scopul îndepărtării urmelor de absorbție fizică a uleiurilor.

Procedeele de modificare al hârtiei brute nealbite și albite conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- Este un procedeu ecologic
- Este simplu de aplicat și sigur în exploatare
- Necesită un număr redus de faze de realizare fără manipulări suplimentare ale probelor
- Modificarea este uniformă
- Rezultă o hârtie cu proprietăți antimicrobiene și antioxidante potrivită pentru aplicații în industria ambalajelor alimentare

Pentru realizarea procedeei descrise în invenția de față s-au utilizat:

- Hârtie nealbită și albită (procurată de la firma Södra Cell Värö, Suedia)
- Ulei esențial de cuișoare (UC) comercial de la firma Fares, România
- Ulei din sămburi de măceșe (UM) presat la rece comercial de la firma Herbavit, România
- Activatori chimici EDC (1-(3-dimetilaminopropil)-3-etilcarbodiimidă) și NHS (N-hidroxisuccinimidă) de la Sigma-Aldrich (Germania).

Metode de caracterizare

ATR-FTIR. Probele au fost investigate cu ajutorul tehnicii ATR-FTIR, spectrele fiind înregistrate în absorbantă în domeniul 600 – 4000 cm^{-1} , utilizând un spectrometru Bruker VERTEX 70, la temperatura de 25°C. Pentru procesarea și analizarea spectrelor au fost utilizate programele OPUS și SPECVIEW.

Analiza **SEM-EDAX** s-a realizat cu ajutorul unui microscop electronic de baleiaj SEM/ESEM – EDAX QUANTA 200, fără alte tratamente, la o mărire de 1000 X.

Activitatea antioxidantă. Activitatea de stingere a radicalilor liberi a fost realizată utilizând un radical stabil, și anume 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH). DPPH este un radical liber stabil de culoare violet care, sub acțiunea compușilor donatori de protoni, se reduce având o culoare galbenă, iar acest efect poate fi monitorizat la 517 nm.

Activitatea de stingere a radicalilor liberi a fost calculată folosind următoarea ecuație:

$$\%RSA = 100 \times \left(1 - \frac{A_{proba}}{A_{control}} \right)$$

Unde: A_{proba} reprezintă absorbanta soluției probei de analizat și $A_{control}$ reprezintă absorbanta soluției de DPPH în care s-a adăugat proba nemodificată.

Activitatea antimicrobiană. Ambalajele filmelor active au fost tăiate în aceleași dimensiuni și plasate în vase sterile Petri și sterilizate utilizând o lampă UV timp de 24 de ore. Experimentul a fost efectuat pe caș proaspăt tăiat, provenit de la o fabrică de lactate selectată la întâmplare, și din carne de vită provenită de la un abator local, livrată la cel mult patru ore după sacrificare. Atât cuburile de caș, cât și carnea de vită au fost tăiate aseptice la o dimensiune de 1 cm^3 utilizând un felitor specific. Probele au fost distribuite pe foliile de ambalare active și pe plăcile Petri care au fost etanșate și depozitate la 7°C . După 24 și 48 de ore de depozitare, cașul și carnea de vită s-a determinat numărul total de germeni la 30°C (ISO 4833: 2003, ISO 4833: 2014 și SR EN ISO 7218/2014 Agar Agar la $30 \pm 1^\circ\text{C}$ timp de 72 de ore în condiții aerobe).

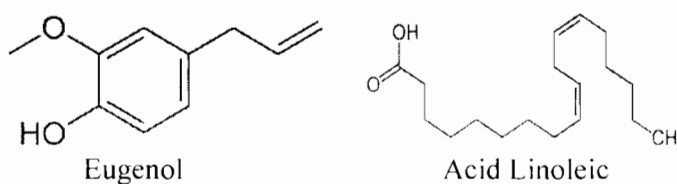
Se prezintă în continuare patru exemple de realizare a invenției:

EXEMPLUL 1

Probele de hârtie nealbită și albită au fost activate timp de 15 minute în plasmă rece de înaltă frecvență, realizată în interiorul unui reactor de sticlă, vidat la o presiune de 0,5 mb, în interiorul căruia sunt plasați doi electrozi conectați la o sursă de înaltă frecvență de 1,3 MHz și putere de 30 W în descărcare, timp de 15 minute. Instalația experimentală este prezentată în [11]. Pentru tratamentul în plasmă au fost folosite două gaze diferite: aer și azot.

După activare, hârtia a fost scoasă din camera de tratare și după 15-30 secunde imersată în soluție de ulei din sămburi de maceșe în cloroform (10 wt %) timp de 60 minute, sub agitare magnetică. Soluția utilizată conține doi agenți de cuplare chimici: EDC și NHS în raport molar 7:1; EDC folosită ca activator al grupelor carboxil, acestea fiind încorporate pe suprafața hârtiei în urma activării în plasmă sau aparțin unor componente din uleiurile vegetale pentru cuplarea aminelor primare în scopul creării legăturilor amidice; și NHS care a fost utilizată pentru a crește eficiența cuplării și a crea un produs amino-reactiv stabil. Probele au fost apoi uscate la 60°C și extrase timp de 6 ore într-un extractor Soxhlet în cloroform în scopul îndepărtării urmelor de absorbție fizică a uleiului.

În funcție de gazul utilizat diferite grupe funcționale sunt implementate pe suprafața probelor schimbându-le natura, și anume când se utilizează azotul sunt implementate grupări acide sau radicali, obținându-se suprafețe amfotere, în timp ce în cazul utilizării aerului sunt implementate grupări hidroxil, carbonil sau epoxi, obținându-se suprafețe acide. În toate cazurile ar trebui să se ia în considerare faptul că probele sunt tratate și investigate după expunere la aer pentru o perioadă de timp de aproximativ 30 sec, ceea ce duce la interacțiuni specifice cu reactanții din a doua etapă. Variațiile modificărilor de suprafață corespund cu structura compusului antioxidant utilizat. În cazul utilizării uleiului de cuișoare compusul principal este eugenolul, care conține doi atomi de oxigen, zece atomi de carbon și o legătură dublă, în timp ce în cazul uleiului din sâmburi de măceșe compusul principal este acidul linoleic, care are doi atomi de oxigen, optsprezece atomi de carbon și două legături duble.



S-au determinat următoarele proprietăți ale probelor modificate cu ulei din sâmburi de măceșe în comparație cu probele nemodificate: analiza spectrală și elementală a compoziției suprafeței care dau informații asupra modificării suprafeței, caracterul antioxidant și antimicrobian. Așa cum reflectă datele din figura 1 și tabelul 1, se poate menționa că efectele induse de tratamentul cu soluție de ulei din sâmburi de maceșe în plasmă rece de înaltă frecvență influențează proprietățile probei inițiale.

Figura 1

Comparând caracteristicile spectrale ale probelor martor cu cele ale probelor modificate cu ulei din sâmburi de măceșe sub acțiunea plasmei, se observă că acestea diferă esențial.

Modificările apărute în urma tratării se observă în spectrele FTIR în următoarele domenii: banda de la 3305 – 3285 cm^{-1} (legături OH inter și intramoleculare), intervalul 3007-2920 cm^{-1} (COOH, OH vibrații de valență), 1455 - 1450 cm^{-1} (-CH₂- vibrații de deformare), 1250 - 1245 cm^{-1} (-OC-O-CO-, C-O vibrații de valență).

Se poate concluziona că modificarea a avut loc în urma tratării în plasmă rece pentru ambele gaze, dar o eficiență mai mare o are utilizarea plasmei de aer asupra tuturor probelor, de aceea în continuare au fost analizate doar aceste probe.

Analiza elementală a compoziției suprafeței oferă informații asupra modificărilor care au loc (Tabel 1).

Tabel 1

După cum era de așteptat principalele elemente din compoziția probelor sunt carbonul și oxigenul. Pe suprafața probelor netratate o cantitate foarte mică de azot a putut fi detectată. În schimb, azotul este prezent în cantități semnificative pe suprafața probelor modificate, în special în cazul hârtiei nealbite, aceasta fiind o dovadă că a avut loc modificarea la suprafața probei.

Pentru a demonstra că uleiul din sămburi de măceșe imprimă caracterul antioxidant probelor modificate, s-a evaluat activitatea de captare a radicalilor liberi utilizând un radical stabil, și anume 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH) – Tabelul 3. Grupele hidroxil prezente în structura lor sunt asociate caracterului antioxidant. IC_{50} , a acestui ulei este de 14.19 mg/mL, deci o concentrație relativ mică de ulei este necesară pentru a imprima o activitate antioxidantă pentru hârtia nealbită. Proba IC_{50} , mg/mL

Table 3

Figure 2

Numărul total de germeni (NTG) crește cu timpul de depozitare. În cazul produselor ambalate în hârtie comercială NTG a fost semnificativ mai mare (între 800 și 950 UFC/cm² pentru brânză și între 8500 și 11000 UFC/cm² pentru carne) decât în cazul HNA și HA modificate cu ulei din sămburi de măceșe (între 200 și 370 UFC/cm² pentru brânză și între 1430 și 1850 UFC/cm² pentru carne). Uleiul din sămburi de măceșe s-a dovedit a fi un agent antimicrobian valoros pentru întârzierea alterării produselor alimentare.

EXEMPLUL 2

Se procedează similar ca în Exemplul 1 cu deosebirea că în acest caz se utilizează uleiul de cuișoare.

Așa cum reflectă datele din figura 1 și tabelul 2, se poate menționa că efectele induse de tratamentul cu soluție de **ulei de cuișoare** în plasmă de înaltă frecvență influențează proprietățile probei inițiale.

Figura 1

Comparând caracteristicile spectrale ale probelor martor cu cele ale probelor modificate sub acțiunea plasmei cu ulei de cuișoare, se observă că acestea diferă esențial.

Modificările apărute în urma tratării se observă în spectrele FTIR în următoarele domenii: banda de la 3305 – 3285 cm^{-1} (legături OH inter și intramoleculare), intervalul 3007-2920 cm^{-1} (COOH, OH vibrații de valență), 1655-1640 cm^{-1} (COOH, C=O vibrații de valență).

Se poate concluziona că modificarea a avut loc în urma tratării în plasmă rece pentru ambele gaze, dar o eficiență mai mare o are utilizarea plasmei de aer asupra tuturor probelor, de aceea în continuare au fost analizate doar aceste probe.

Analiza elementală a compoziției suprafeței oferă informații asupra modificărilor care au loc (Tabel 2).

Tabel 2

Probele tratate cu ulei de cuișoare prezintă valoarea IC50 de numai 0.052 mg/mL mult mai mică decât cele tratate cu ulei din sămburi de măceșe, ceea ce înseamnă că uleiul de cuișoare prezintă o activitate antioxidantă mai puternică.

Figure 2

Numărul total de germeni (NTG) crește cu timpul de depozitare. În cazul produselor ambalate în hârtie comercială NTG a fost semnificativ mai mare (între 800 și 950 UFC/cm^2 pentru brânză și între 8500 și 11000 UFC/cm^2 pentru carne) decât în cazul HNA și HA modificate cu ulei din sămburi de măceșe (între 240 și 390 UFC/cm^2 pentru brânză și între 1520 și 1870 UFC/cm^2 pentru carne). Uleiul din sămburi de măceșe s-a dovedit a fi un agent antimicrobian valoros pentru întârzierea alterării produselor alimentare.

EXEMPLUL 3

Expunerea la prelucrarea radiochimică a fost realizată în aer la temperatura camerei, în interiorul unui γ -iradiator model M-38 GAMMATOR (USA), dotat cu o sursă ^{137}Cs . Probele au fost iradiate cu o viteză de 0,4 kGy/h . Probele au fost centrifugate continuu asigurând un proces omogen. Probele au fost învelite în folie de aluminiu în scopul conversiei razelor γ în

γ -electroni pentru un transfer energetic mai eficient. Valorile dozelor de iradiere au fost 5, 10, 15 și 20 kGy. După iradiere probele au fost imersate în soluție de ulei din sămburi de măceșe în cloroform (10 wt %) timp de 60 minute, sub agitare magnetică, soluțiile activate în prealabil cu ajutorul unui amestec de doi activatori chimici, EDC și NHS în raport molar 7:1.NHS (N-hidroxisuccinimidă) și EDC (1-(3-dimetilaminopropil)-3-etilcarbodiimidă).

Probele au fost apoi uscate la 60 °C și extrase timp de 6 ore într-un extractor Soxhlet în cloroform sau metanol în scopul îndepărtării urmelor de absorbție fizică a uleiurilor.

S-au determinat următoarele proprietăți ale probelor modificate cu uleiuri vegetale din sămburi de măceșe în comparație cu probele nemodificate: analiza spectrală și elementală a compoziției suprafeței care dau informații asupra modificării, caracterul antioxidant și antimicrobian. Așa cum reflectă datele din figura 3 și tabelul 3, se poate menționa că efectele induse de tratamentul cu soluție de uleiuri vegetale din sămburi de măceșe în urma iradierii γ influențează proprietățile probei inițiale.

Figura 3

Modificările apărute în urma tratării se observă în spectrele FTIR (Figura 3) în următoarele domenii: banda de la 3366 - 3362 cm^{-1} (legături OH inter și intramoleculare), intervalul 3032 - 2824 cm^{-1} (COOH, OH vibrații de valență), 1555 - 1515 cm^{-1} (C=O vibrații de valență asimetrice), 1456 cm^{-1} (-CH₂- vibrații de deformare), 1243 - 1235 cm^{-1} (-OC-O-CO-, C-O vibrații de valență).

Se poate concluziona că a avut loc modificarea cu ulei din sămburi de măceșe în urma activării cu radiații γ , iar eficiența a fost mai mare în cazul utilizării unei doze de iradiere de 20 kGy.

Analiza elementală a compoziției suprafeței oferă informații asupra modificărilor care au loc (Tabel 4).

Tabel 4

După cum era de așteptat principalele elemente din compoziția probelor sunt carbonul și oxigenul. Pe suprafața probelor netratate o cantitate foarte mică de azot a putut fi detectată. În schimb, azotul este prezent în cantități semnificative pe suprafața probelor modificate, în special în cazul hârtiei nealbite, aceasta fiind o dovadă ca a avut loc modificarea la suprafața probei.

Pentru a demonstra că uleiurile vegetale imprimă caracterul antioxidant probelor modificate, s-a evaluat activitatea de captare a radicalilor liberi utilizând un radical stabil, și anume 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH) – Tabelul 6. Activitatea antioxidantă a probei HNA/20kGy/UM este de IC_{50} 27.76 mg/mL.

Tabel 6.

Figura 4

Numărul total de germeni (NTG) crește cu timpul de depozitare. În cazul produselor ambalate în hârtie comercială NTG a fost semnificativ mai mare (între 840 și 950 ufc/cm² pentru brânză și între 8600 și 11000 UFC/cm² pentru carne) decât în cazul HNA și HA modificate cu uleiuri vegetale (între 250 și 400 UFC/cm² pentru brânză și între 1400 și 1650 UFC/cm² pentru carne). Uleiul din sâmburi de măceșe s-a dovedit a fi un agent antimicrobian valoros pentru întârzierea alterării produselor alimentare.

EXEMPLUL 4

Se procedează la fel ca în Exemplul 3 cu diferența că în acest caz se folosește uleiul de cuișoare datele obținute fiind prezentate în Tablele 5 și 6 și Figurile 3 și 4.

Figura 3

Modificările apărute în urma tratării se observă în spectrele FTIR (Figura 3) în următoarele domenii: banda de la 3366 - 3362 cm⁻¹ (legături OH inter și intramoleculare), intervalul 3032 - 2824 cm⁻¹ (COOH, OH vibrații de valență), 1642 cm⁻¹ (COOH, C=O vibrații de valență).

Se poate concluziona că a avut loc modificarea cu ulei de cuișoare în urma activării cu radiații γ , iar eficiența a fost mai mare în cazul utilizării unei doze de iradiere de 20 kGy.

Tabel 6.

Probele tratate cu ulei de cuișoare prezintă valoarea IC_{50} de HNA/20kGy/UC de 0.076 mg-mL mai mică decât cele tratate cu ulei din sâmburi de măceșe, ceea ce înseamnă că uleiul de cuișoare prezintă o activitate antioxidantă mai puternică.

Figura 4

Numărul total de germeni (NTG) crește cu timpul de depozitare. În cazul produselor ambalate în hârtie comercială NTG a fost semnificativ mai mare (între 840 și 950 UFC/cm² pentru brânză și între 8600 și 11000 UFC/cm² pentru carne) decât în cazul HNA și HA modificate cu uleiuri vegetale (între 480 și 750 UFC/cm² pentru brânză și între 1450 și 1890 UFC/cm² pentru carne). Uleiul din sâmburi de măceșe s-a dovedit a fi un agent antimicrobian valoros pentru întârzierea alterării produselor alimentare.

Tabel 1. Date microanaliză EDAX probe activate în plasmă și modificate cu ulei din sămburi de măceșe

Element	HNA		HNA/aer/UM		HA		HA/aer/UM	
	M%	At%	M%	At%	M%	At%	M%	At%
C	59.87	65.4	55.87	63.39	57.12	63.51	55.12	62.30
O	38.29	33.32	42.59	35.37	41.78	35.72	43.12	36.45
N	0.79	0.77	1.33	1.09	0.50	0.48	1.44	1.10

M% = procente de masă; At% = procente atomice

Tabel 2. Date microanaliză EDAX probe activate în plasmă și modificate cu ulei de cuișoare

Element	HNA		HNA/aer/UC		HA		HA/aer/UC	
	M%	At%	M%	At%	M%	At%	M%	At%
C	59.87	65.4	53.28	61.47	57.12	63.51	54.82	62.15
O	38.29	33.32	44.51	36.74	41.78	35.72	43.97	36.87
N	0.79	0.77	1.81	1.66	0.50	0.48	0.98	0.85

Table 3. Valorile concentrației de probă necesare pentru a stinge 50% din radicalii liberi DPPH (IC50)

Proba	IC50, mg/mL	Proba	IC50, mg/mL
HNA	-	HA	-
HNA/aer/UC	0.052	HA/aer/UC	0.101
HNA/aer/UM	14.19	HA/aer/UM	41.43

Tabel 4. Date microanaliză EDAX probe activate prin iradiere și modificate cu ulei din sămburi de măceșe

Element	HNA		HNA/20kGy/UM		HA		HA/20kGy/UM	
	M%	At%	M%	At%	M%	At%	M%	At%
C	59.87	65.4	56.39	63.75	57.12	63.51	56.51	63.49
O	38.29	33.32	39.33	33.38	41.78	35.72	41.62	35.11
N	0.79	0.77	4.3	2.37	0.50	0.48	1.32	1.18

Tabel 5. Date microanaliză EDAX probe activate în plasmă și modificate cu ulei de cuișoare

Element	HNA		HNA/20kGy/UC		HA		HA/20kGy/UC	
	M%	At%	M%	At%	M%	At%	M%	At%
C	59.87	65.4	54.60	62.20	57.12	63.51	53.59	60.92
O	38.29	33.32	41.08	35.13	41.78	35.72	43.78	37.37
N	0.79	0.77	2.82	2.17	0.50	0.48	1.97	1.82

Table 6. Valorile concentrației de probă necesare pentru a stinge 50% din radicalii liberiDPPH (IC₅₀)

Proba	IC ₅₀ , mg/mL	Proba	IC ₅₀ , mg/mL
HNA	-	HA	-
HNA/20kGy/UC	0.076	HA/20kGy/UC	0.152
HNA/20kGy/UM	27.76	HA/20kGy/UM	55.522

REVEDICĂRI

1. Procedeu de obținere a unor materiale cu proprietăți antimicrobiene și antioxidante caracterizat prin aceea că se activează hârtia nealbită și albită utilizând plasma rece de înaltă frecvență de aer sau N_2 , folosind o presiune de 0,5 mbar, un generator de 1,3 MHz și o putere în descărcare de 30 W, după care probele de hârtie sunt imersate în soluție de ulei din sămburi de măceșe în cloroform de concentrație 10%, sau soluție de ulei de cuișoare în metanol (10 wt%) timp de 60 minute, sub agitare magnetică, soluții care au fost activate în prealabil cu ajutorul a doi activatori chimici, EDC (1-(3-dimetilaminopropil)-3-etilcarbodiimidă) și NHS (N-hidroxisuccinimidă) în raport molar 7:1, apoi probele au fost uscate la 60 °C și extrase timp de 6 ore într-un extractor Soxhlet în cloroform în scopul îndepărtării urmelor de absorbție fizică a uleiurilor.

2. Procedeu de obținere a unui material cu proprietăți antimicrobiene și antioxidante caracterizat prin aceea că se activează hârtia nealbită și albită prin iradiere utilizând un γ -iradiator model M-38 GAMMATOR (USA), dotat cu o sursă ^{137}Cs , cu o viteză de 0,4 kGy/h, cu doze de iradiere de 5, 10, 15 și 20 kGy, după care probele de hârtie sunt imersate în soluție de ulei din sămburi de măceșe (UM) în cloroform cu o concentrație de 10% sau soluție de ulei de cuișoare (UC) în metanol (10 wt%) timp de 60 minute, sub agitare magnetică, soluții care au fost activate în prealabil cu ajutorul a doi activatori chimici, EDC (1-(3-dimetilaminopropil)-3-etilcarbodiimidă) și NHS (N-hidroxisuccinimidă), apoi probele au fost uscate la 60 °C și extrase timp de 6 ore într-un extractor Soxhlet în cloroform sau metanol în scopul îndepărtării urmelor de absorbție fizică a uleiurilor.

DESENE EXPLICATIVE

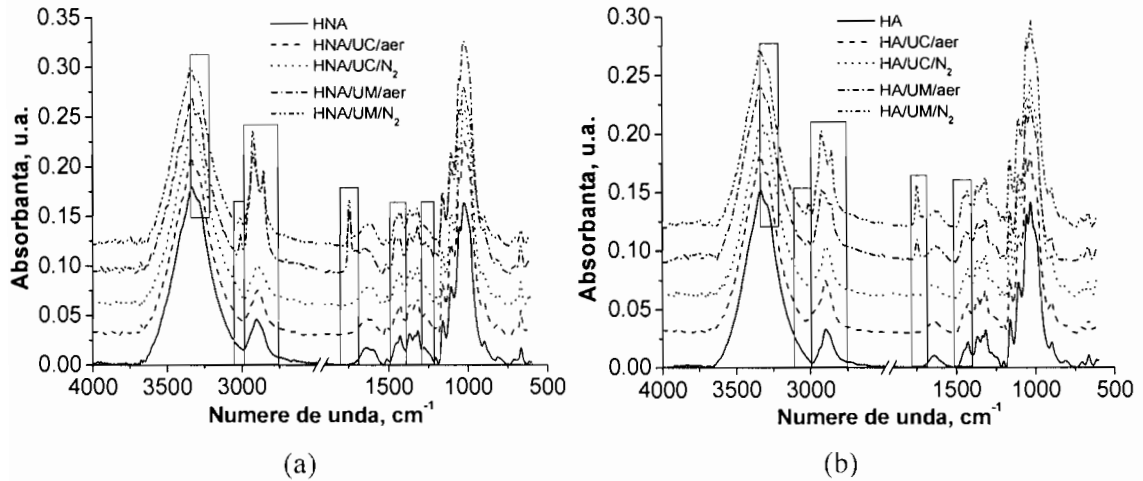


Figura 1. Spectrele ATR-FTIR normalizate pentru (a) hârtia nealbită și (b) hârtia albită netratată și tratată cu uleiuri vegetale sub acțiunea plasmiei reci

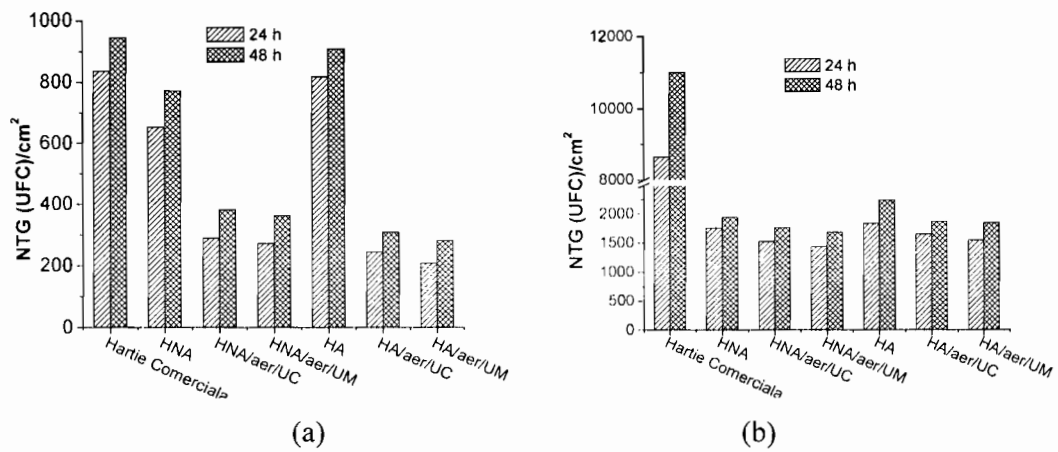


Figure 2. Numărul total de germeni pentru hârtia netratată și modificată cu uleiuri vegetale sub acțiunea plasmiei reci pentru: (a) brânză proaspătă și (b) carne proaspătă de vită

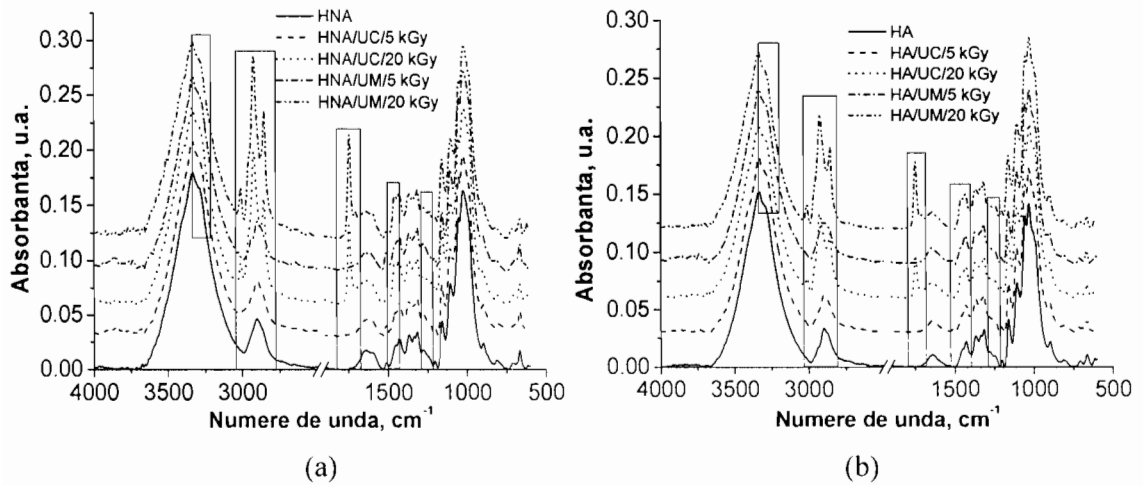


Figura 3. Spectrele ATR-FTIR normalizate pentru (a) hârtia nealbită și (b) hârtia albită netratată și tratată cu uleiuri vegetale sub acțiunea radiațiilor γ

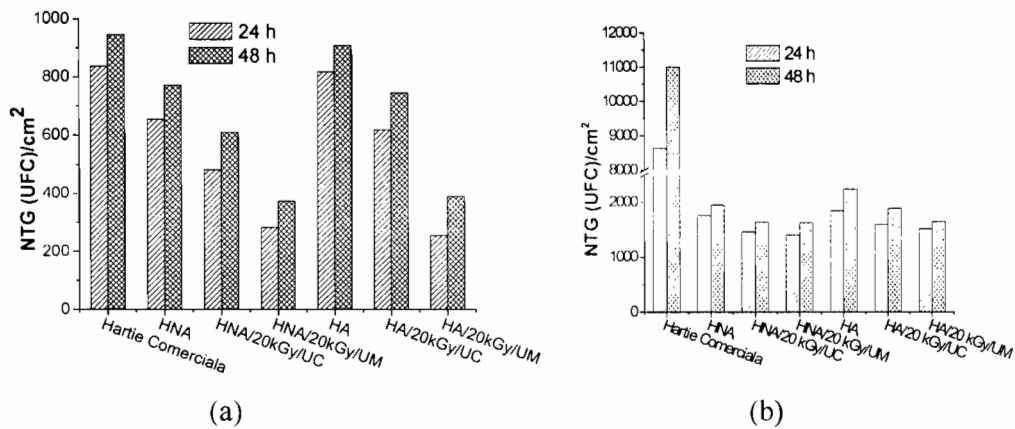


Figure 4. Numărul total de germeni pentru hârtia netratată și modificată cu uleiuri vegetale sub acțiunea radiației γ pentru: (a) brânză proaspătă și (b) carne proaspătă de vită