

RAPORT ȘTIINȚIFIC

I. REZUMATUL ETAPEI

Obiectivul general al proiectului

Obținerea unor paste de acoperire funcționale pe bază de hemiceluloză care vor fi aplicate la suprafața hârtiei sau cartonului în straturi succesive prin laminare umedă, pentru a îmbunătăți proprietățile necesare ambalării produselor alimentare, cum ar fi: proprietăți de barieră la apă, vapori de apă, uleiuri, grăsimi, oxigen și proprietăți antimicrobiene.

Obiectivul etapei

Elaborarea și validarea unei strategii eficiente pentru modificarea chimică prin esterificare a hemicelulozei tip xilan în scopul obținerii unor paste de acoperire cu proprietăți adecvate pentru hârtia de ambalaj alimentar

Lucrările au fost executate în cadrul activităților A1.1 și A.1.2, în cadrul Universității Dunărea de Jos din Galați, Departamentul Mediu, Inginerie Apșicată și Agricultură. În cadrul **activității 1.1 - Caracterizarea și testarea hemicelulozei de tip xilan în stare nativă** s-au testat 2 tipuri de hemiceluloză tip xilan (din porumb și lemn de fag) cu privire la analiza structurală, solubilitate, capacitatea de formare film și în paste de acoperire a hârtiei cu evaluarea caracteristicilor funcționale impuse unei ambalaj pentru produse alimentare. Rezultatele obținute au evidențiat că, în stare nativă, hemicelulozele tip xilan contribuie la o ușoară îmbunătățire a proprietăților de barieră la aer, apă și ulei și a rezistenței mecanice a hârtiilor acoperite. Se observă, de asemenea o bună capacitate de formare film a xilanului din lemn de fag precum și o ușoară activitate antifungică a hârtiei acoperite, comparativ cu hârtia suport. Pe baza rezultatelor obținute, în etapele următoare, de îmbunătățire a proprietăților hidrofobe prin modificare chimică, s-a utilizat doar hemiceluloza tip xilan din lemn de fag.

În cadrul **activității 1.2. - Modificarea chimică a hemicelulozei tip xilan prin reacții de esterificare (acetilare)** s-a conceput modul de lucru și programul experimental pentru testarea a trei metode de esterificare a xilanului din lemn de fag: (i) reacția xilanului cu alchilmercaptene AKD; (ii) acetilare cu anhidrida acetică și (iii) acetilare cu lichide ionice pe bază de săruri de imidazoliu. Proprietățile structurale, evaluate cu ajutorul analizei spectrale FT-IR, au evidențiat prezența benzilor de vibrație cu picuri de absorbție în domeniul $1716-1746\text{ cm}^{-1}$ specifice grupelor funcționale acetyl în structura xilanului acetyl și scăderea intensității benzii de vibrație cu absorbția la 3391 cm^{-1} specifică grupărilor OH din structura xilanului nativ. Hemicelulozele tip xilan modificate chimic cu AKD și prin acetilare cu anhidrida acetică au fost testate în paste de acoperire a hârtiei de ambalaj alimentar. Proprietățile de barieră la apă, uleiuri, aer și vapori de apă ale hârtiilor acoperite cu xilan funcționalizat s-au îmbunătățit comparativ cu cele ale hârtiei suport și ale hârtiei tratate cu xilan nativ. Îmbunătățiri mai accentuate s-au obținut în cazul acoperirilor cu xilan/AKD la un gramaj al acoperirii de $4,5\text{ g/m}^2$ obținut prin aplicarea a trei straturi succesive. Comparativ cu proba martor, capacitatea de inhibiție împotriva bacteriei Gram pozitive *Bacillus* sp. a probelor de hârtie tratate cu xilan acetyl este mai bună și la același nivel cu cea a hârtiilor acoperite cu xilan. Efectul de inhibiție al mucegaiului *Penicillium* sp. al probelor de hârtie acoperite cu xilan funcționalizat s-a manifestat după 14 și 21 de zile de termostatare, prin absența sporulării pe suprafața hârtiilor tratate. Cu privire la proprietățile de rezistență mecanică, rezistența la tracțiune în stare umedă și rezistența la plesnire a hârtiilor tratate cu xilan/xilan acetyl au înregistrat creșteri comparativ cu proba martor. Cu privire la acetilarea xilanului cu lichide ionice s-a conceput și testat o metodă de acetilare cu săruri de imidazoliu (acetat de 1-Ethyl-3-methylimidazoliu [Emim]Oac. S-a obținut un grad de substituție mai bun comparativ cu acetilarea clasică ($DS=0,487$), respectiv $DS=1,375$, iar randamentul a fost de 87%. Spectrele FT-IR au indicat prezența unui pic ascuțit de absorbție la 1742 cm^{-1} corespunzător benzilor de vibrație specifice grupelor acetyl. Acetilarea cu lichide ionice va continua și în activitățile viitoare prin testarea performanțelor acestui tip de xilan acetyl în paste de acoperire pentru hârtiile de ambalaj alimentar, precum și cu testarea altor lichide ionice pe bază de săruri de piridiniu. Rezultatele obținute în această etapă au stat la baza elaborării a unui articol indexat ISI (*Sustainability*, 14, 2022 – aflat în etapa de revizie finală) și prezentării a 8 lucrări din care 3 postere și 5 prezentări orale la conferințe științifice din țară și străinătate.

II. SUMAR AL PROGRESULUI (LIVRABILE REALIZATE, INDICATORI DE REZULTAT, DISEMINAREA REZULTATELOR)

Rezultate estimate conform planului de realizare	Rezultate realizate (livrabile asociate)	Observații
Sintetizarea esterilor de hemiceluloză tip xilan cu proprietăți hidrofobe în cantitate suficientă pentru obținerea mostrelor de hârtie de ambalaj cu proprietăți funcționale care va fi utilizată la testarea în procesul de ambalare a legumelor și alimentelor grase;	S-au obținut 3 tipuri de esteri ai hemicelulozei tip xilan, astfel: - Xilan/AKD (β cetoester) care a fost testat preliminar din punct de vedere al proprietăților funcționale conferite hârtiei de ambalaj alimentar - Xilan acetat prin esterificare cu anhidridă acetică testat preliminar din punct de vedere al proprietăților funcționale conferite hârtiei de ambalaj alimentar - Xilan acetat prin esterificare cu lichide ionice pe bază de săruri de imidazoliu	Obținerea xilanului acetilat va continua și în prima parte a etapei 2.
Raport de cercetare privind obținerea și caracterizarea esterilor de hemiceluloză tip xilan prin reacții de acetilare;	Realizat	
Sedința de lansare a proiectului (Kick off meeting);	Prima întâlnire de lucru s-a realizat la data de 23.06.2022	Livrabile: listă prezență, prezentare proiect <i>pptx</i>
Web site proiect; Plan de diseminare a rezultatelor proiectului;	Realizat https://susthc-coatpack.ugal.ro/	Modul de diseminare a rezultatelor a fost discutat cu membrii echipei de proiect. Iar lista lucrărilor publicate/prezentate se află pe site-ul proiectului
1 articol publicat în reviste indexate (Q2);	S-a elaborat un articol cu o parte din rezultatele obținute și trimis spre revizuire și publicare la data de 12.10.2022. ([Sustainability] Manuscript ID: Sustainability 2022, 14, 23, doi: 10.3390/su142316255, Q2 (FI: 3.889), WOS: WOS:000897124800001	https://www.mdpi.com/journal/sustainability/topical_collections/Biomass_Waste_Valorization
2 comunicări orale prezentate la conferințe și simpozioane interne/internaționale;	S-au elaborat și prezentat 8 lucrări din care 3 postere și 5 prezentări orale la conferințe științifice din țară și străinătate.	

III. RAPORT DE DISEMINARE

Lucrări publicate în reviste indexate ISI/WOS

1. Petronela Nechita, Mirela Roman, Alina Cantaragiu Ceoromila, Andreea Veronica (Dediu) Botezatu, *Improving barrier properties of xylan coated food packaging papers with alkyl ketene dimer*, under review, *Sustainability* 2022, 14, 23, doi: 10.3390/su142316255, Q2 (FI: 3.889), WOS: WOS:000897124800001
https://www.mdpi.com/journal/sustainability/topical_collections/Biomass_Waste_Valorization

Lucrări prezentate la conferințe interne și internaționale:

1. Mirela Roman (Iana-Roman), Petronela Nechita, *Xylan hemicelluloses – Alkyl Ketene Dimer coatings with improved barrier properties for food packaging paper*, **10th Edition of SCDS-UDJG, Perspectives and challenges in doctoral research**, organizată de CSUD, în data/perioada 9 – 10 iunie 2022, Galați, Romania, <http://www.cssd-udjg.ugal.ro/index.php/programme-2022>
2. Mirela Roman (Iana-Roman), Petronela Nechita, *Edible films and coatings based on Xylan hemicelluloses for vegetables packaging*, **10th Edition of SCDS-UDJG, Perspectives and challenges in doctoral research**, organizată de CSUD, în data/perioada 9 – 10 iunie 2022, Galați, Romania (poster), <http://www.cssd-udjg.ugal.ro/index.php/programme-2022>
3. Mirela Roman, Petronela Nechita, *The food packaging performances of papers coated with xylan hemicelluloses*, **The 4th INTERNATIONAL CONFERENCE „Natural Resources Green Technology and Sustainable Development“**, 14-16 September 2022, Zagreb, CROAȚIA, <https://www.sumins.hr/green2022/>
4. Mirela Roman (Iana-Roman), Petronela Nechita, *The performance of xylan hemicelluloses to form edible films used to preserve the quality of fresh vegetables*, **22nd Romanian International Conference on Chemistry and Chemical Engineering, RICCE 22**, 7-9 Septembrie 2022, Sinaia, Romania, <https://ricce22.chimie.upb.ro/>
5. Mirela Roman, Petronela Nechita, Marian-Silviu Năstac, *Innovative and sustainable food packaging solutions based on biopolymer coated papers (poster)* **22nd Romanian International Conference on Chemistry and Chemical Engineering, RICCE 22**, 7-9 Septembrie 2022, Sinaia, Romania, <https://ricce22.chimie.upb.ro/>
6. P. Nechita, M. Roman, A. V. Botezatu (Dediu), *Enhancement of hydrophobicity of xylan hemicellulose by chemical modification with alkyl ketene dimer*, **6th International Conference on Chemical Engineering, ICCE 2022**, Romania, Iași, October 5 – 7, 2022, [ICCE 2022 \(tuiasi.ro\)](http://tuiasi.ro)
7. Mirela Roman, Petronela Nechita, *Strategies to improve the hydrophobic properties of xylan hemicelluloses for food packaging applications*, **SCIENTIFIC COMMUNICATIONS OF YOUNG RESEARCHERS, MacroYouth 2022**, Iasi, Romania, November 18, 2022, <https://www.icmpp.ro/macroyouth2022>
8. Silviu Năstac, Petronela Nechita, *Innovative Bio-fiber Foam Composites for Soundproofing and Packaging Applications*, **The 9th International Conference on Advanced Composite Materials Engineering COMAT 2022**, Brasov, Romania, October 17-18, 2022, (poster) [COMAT 2022 \(google.com\)](http://comat2022.google.com)

Director de proiect,
Prof.dr.ing. Petronela Nechita

