

## 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

Obținerea și testarea pastelor de acoperire biopolimerice cu proprietăți specifice în concordanță cu cerințele de utilizare pentru hârtiile de ambalaj alimentar. Proiectarea și evaluarea unor formule de acoperire compozite pe bază de hemiceluloză pentru obținerea hârtiilor de ambalaj cu proprietăți active.

Lucrările au fost executate în cadrul activităților A2.1, A2.2, A2.3, A2.4, A2.5, A2.6, în cadrul Universității Dunărea de Jos din Galați, Departamentul Mediu, Inginerie Apșicată și Agricultură. În cadrul **activității 2.1 - Proiectarea programului experimental**, s-au stabilit direcțiile de lucru în vederea dezvoltării unei formule optime de acoperire pe bază de xilan acetilat și alți biopolimeri precum și a parametrilor optimi (masa stratului de acoperire, numărul și ordinea de aplicare a straturilor de acoperire) în vederea obținerii unor proprietăți adecvate hârtiei de ambalaj alimentar (bariera la apă, vapori de apă, gaze, uleiuri, grăsimi). În cadrul **activităților 2.2. - Obținerea hârtiei de ambalaj alimentar prin acoperire cu straturi multiple de biopolimeri și 2.3. - Evaluarea proprietăților de barieră (la apă, vapori de apă, uleiuri, grăsimi, gaze) și a proprietăților de rezistență mecanică ale hârtiei acoperite cu biopolimeri de tip esteri de hemiceluloză tip xilan** s-au obținut în laborator paste de acoperire pe bază de xilan acetilat (cu anhidridă acetică, cu lichide ionice pe bază de săruri de imidazoliu [EmimOAc] și piridiniu [EpyCl] și respectiv cu alchil dimer cetene) în amestec cu chitosan și celuloză nanocristalină, ale căror performanțe la obținerea ambalajelor pentru produse alimentare au fost testate sub formă de filme uniforme și prin aplicarea lor la suprafața hârtiei într-un singur și două straturi succesive (gramaj aprox. 5 g/m<sup>2</sup>). Au fost sintetizate cantități mai mari (25-50g) de xilan acetilat prin cele trei reacții menționate, iar derivații de xilan obținuți au fost caracterizați din punct de vedere structural prin tehnici FT-IR și H-RMN și al stabilității termice prin analize termogravimetrice (TGA). Pentru hârtiile acoperite au fost analizate proprietățile de barieră la apă, vapori de apă, permeabilitatea la aer, rezistența la uleiuri și grăsimi, precum și caracteristicile de rezistență mecanică și capacitatea antifungică și antibacteriană. Filmele obținute cu amestecuri de biopolimeri pe bază de xilan acetilat, chitosan și nanoceluloză au fost caracterizate din punct de vedere al uniformității, al solubilității pentru apă și a capacității de umflare. Pentru a evalua comportamentul acestor amestecuri de biopolimeri la contactul cu produsele alimentare, filmele obținute au fost testate și cu privire la comportamentul în simulanți alimentari *Simulant A* – apă distilată – pentru alimente cu conținut ridicat de apă (pH > 4,5); *Simulant B* – soluție de 3% acid acetic în apă – pentru alimente acide (pH ≤ 4,5); *Simulant C* – soluție de 10% etanol în apă – pentru alimente cu conținut de alcool; *Simulant D1* – soluție de 50% etanol în apă – pentru lactate și *Simlant D2* – soluție de 95% etanol în apă pentru produse cu conținut ridicat de uleiuri și grăsimi. În cadrul activităților **2.4. Caracterizarea și selecția aditivilor cu proprietăți active care vor fi utilizați în compoziția pastelor de acoperire biocompozite, 2.5. Prepararea și caracterizarea pastelor de acoperire compozite pe bază de biopolimeri de esteri de hemiceluloze tip xilan și 2.6. Testarea pastelor de acoperire biocompozite pentru obținerea hârtiei de ambalaj alimentar cu proprietăți active**. Pe baza studiului de literatură privind auxiliarii care conferă proprietăți active (antioxidante, antimicrobiene) atunci când sunt utilizați în compoziția ambalajelor pentru produsele alimentare s-au identificat următorii aditivi pentru utilizare în dispersiile de hemiceluloză tip xilan în stare nativă și xilan modificat prin acetilare: nanoparticule de ZnO și CuO și ulei esențial *Lophanthus extras* din *Agastache foeniculum* (Aromat de Buzău) plante aclimatizate în cultura autohtonă. S-au elaborat rețetele de lucru și s-au preparat amestecurile compozite care au fost aplicate la suprafața hârtiei (aprox. 5g/m<sup>2</sup>). Hârtiile acoperite au fost apoi testate din punct de vedere al proprietăților funcționale impuse de ambalajele pentru produsele alimentare (permeabilitate la aer și vapori de apă, barieră la apă, uleiuri și grăsimi, capacitate antioxidantă, teste de migrare în isoctane, capacitatea de inhibare a fungilor și bacteriilor). Rezultatele obținute au scos în evidență faptul că probele de hârtie testate au proprietăți comparabile cu ale ambalajelor existente în prezent pentru produsele alimentare, și pot sta la baza testării viitoare în condițiile contactului direct cu alimentele. Rezultatele obținute în această etapă au stat la baza elaborării și publicării a 3 articole ISI (2 Q1 și 1 Q2) a unei lucrări BDI și prezentării a 5 lucrări din care 1 poster și 4 prezentări orale la conferințe științifice din țară și străinătate.

Obținerea pastelor de acoperire pe bază de esteri de hemiceluloză tip xilan și nanoparticule de oxizi minerali (ZnO, CuO) cu proprietăți optime pentru obținerea hârtiei de ambalaj cu proprietăți de barieră, active și antimicrobiene destinate ambalării produselor alimentare (legume proaspete, alimente cu conținut ridicat de uleiuri și grăsimi).

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

Rezultate estimate conform planului de realizare	Rezultate realizate (livrabile asociate)
Obținerea combinației optime de pastă de acoperire și a metodei de aplicare (în straturi multiple) în scopul obținerii hârtiei de ambalaj cu proprietăți corespunzătoare ambalării legumelor proaspete și a alimentelor cu conținut de uleiuri și grăsimi	Au fost obținute 17 mostre de <i>filme omogene și uniforme</i> din esteri de hemiceluloză tip xilan în amestec cu chitosan și celuloză nanocristalină, cu diametrul de 11 cm, care au fost testate cu privire la solubilitatea în apă și simulanți alimentari; Au fost obținute 19 probe de hârtie <i>Seria 1 – acoperiri omogene într-un singur strat</i> cu masa de 4,5-5 g/m <sup>2</sup> format din xilan hidrofobizat cu AKD, xilan acetilat cu anhidridă acetică, xilan acetilat cu lichide ionice pe bază de săruri de imidazoliu [EmimOAc] și amestecul acestora în diferite proporții (1:1 sau 3:1) cu chitosan și celuloză nanocristalină, care a fost aplicat pe ambele fețe ale hârtiei. Au fost obținute 6 probe <i>Seria 2 – acoperiri stratificate (2 straturi de acoperire)</i> formate din cele două tipuri de biopolimeri. Gramajul stratului de acoperire a fost aprox. 4,5-5 g/m <sup>2</sup> pe ambele fețe ale hârtiei Toate probele obținute au prezentat proprietăți de barieră la apă, uleiuri și grăsimi corespunzătoare ambalării produselor alimentare. <i>Livrabile asociate:</i> Program experimental, mostre de filme biopolimerice, mostre de hârtii acoperite cu biopolimeri; Rapoarte de analiză și încercare
Mostre de hârtii de ambalaj cu proprietăți active/antimicrobiene și de barieră la apă, vapori de apă, uleiuri, grăsimi, oxigen	S-au obținut 15 probe de hârtii acoperite cu amestecuri de derivați de xilan și compuși cu proprietăți active și antimicrobiene (nanoparticule de ZnO și CuO, chitosan, ulei esențial de Lophantus) S-au obținut 5 probe de hârtii tratate cu dispersii de xilan acetilat cu [EmimOAc] și compuși activi. Probele de hârtie au prezentat proprietăți de barieră la apă, gaze, uleiuri și grăsimi, precum și proprietăți antimicrobiene (Bacillus sp)/antifungice ( <i>Penicillium</i> și <i>Aspergillus</i> ) și antioxidante comparabile cu hârtiile utilizate în prezent la ambalarea produselor alimentare pe bază de polimeri sintetici. <i>Livrabile asociate:</i> Program experimental, mostre de filme biopolimerice, mostre de hârtii acoperite cu biopolimeri; Rapoarte de analiză și încercare
Raport de cercetare privind obținerea pastelor de acoperire pe bază de esteri de hemiceluloză tip xilan cu proprietăți de barieră adecvate obținerii hârtiei de ambalaj alimentar	Realizat <i>Livrabile asociate:</i> Raport de cercetare
Raport de cercetare privind obținerea pastelor de acoperire compozite pentru ambalaje cu proprietăți active și antimicrobiene	Realizat <i>Livrabile asociate:</i> Raport de cercetare
Bază de date cu aditivi cu potențiale utilizări în acoperiri funcționale active	Realizat (Conținut: nanoparticule de oxizi metalici, uleiuri esențiale, chitosan)
2 Articole publicate în reviste indexate (Q1, Q2);	1.(Q1) WOS:000987643000001, <a href="https://doi.org/10.3390/polym15092088">https://doi.org/10.3390/polym15092088</a> , <a href="#">Polymers   Free Full-Text   Green Approaches on Modification of Xylan Hemicellulose to Enhance the Functional Properties for Food Packaging Materials&amp;mdash;A Review (mdpi.com)</a> 2.(Q2) WOS:001094152100001 <a href="https://doi.org/10.3390/coatings13101761">https://doi.org/10.3390/coatings13101761</a> , <a href="#">Coatings   Free Full-Text   Barrier and Antimicrobial Properties of Coatings Based on Xylan Derivatives and Chitosan for Food Packaging Papers (mdpi.com)</a> 3. (Q1)Polymers 2023, 15, x. <a href="https://doi.org/10.3390/xxxxx">https://doi.org/10.3390/xxxxx</a> , <a href="http://www.mdpi.com/journal/polymers">www.mdpi.com/journal/polymers</a> (în evaluare) 4. (BDI) DOI: 10.5281/zenodo.8162840, BIP-CIC,69(73)(2)2023 (tuiasi.ro)
2 lucrări prezentate la conferințe și simpozioane interne și internaționale	S-au elaborat și prezentat <b>5 lucrări</b> din care <b>1 poster</b> și <b>4 prezentări orale</b> la conferințe științifice din țară și străinătate.
Webinar privind obținerea ambalajelor de hârtie pe bază de biopolimeri pentru produse alimentare susținut pentru studenții masteranzi.	S-a organizat un webinar cu tema: <b>Obținerea ambalajelor de hârtie pentru produse alimentare pe bază de biopolimeri</b> <i>Livrabile asociate:</i> Liste de prezență;Prezentare ppt
Raport de diseminare.	Raport de diseminare cu lista lucrărilor publicate și susținute la conferințe.

## RAPORT DE DISEMINARE

### Lucrări publicate în reviste indexate ISI/WOS

1. Nechita, P.; Roman, M.; Năstac, S.M. *Green Approaches on Modification of Xylan Hemicellulose to Enhance the Functional Properties for Food Packaging Materials—A Review*. *Polymers* 2023, 15, 2088. (Q1)  
WOS:000987643000001, <https://doi.org/10.3390/polym15092088>, [Polymers | Free Full-Text | Green Approaches on Modification of Xylan Hemicellulose to Enhance the Functional Properties for Food Packaging Materials—A Review \(mdpi.com\)](#)
2. Roman, M.; Nechita, P.; Vasile, M.-A.; Cantaragiu Ceoromila, A.-M. *Barrier and Antimicrobial Properties of Coatings Based on Xylan Derivatives and Chitosan for Food Packaging Papers*. *Coatings* 2023, 13, 1761. (Q2)  
<https://doi.org/10.3390/coatings13101761>, [Coatings | Free Full-Text | Barrier and Antimicrobial Properties of Coatings Based on Xylan Derivatives and Chitosan for Food Packaging Papers \(mdpi.com\)](#)
3. Silviu Marian Nastac, Petronela Nechita, Maria Violeta Guiman, Mirela Roman and Ioan Calin Rosca, *Applications of Xylan Derivatives to Improve the Functional Properties of Cellulose Foams for Noise Insulation*. *Polymers* 2023, 15, x. <https://doi.org/10.3390/xxxxx>, [www.mdpi.com/journal/polymers](http://www.mdpi.com/journal/polymers) (în evaluare) (Q1)

### Lucrări publicate în reviste indexate BDI

4. Mirela Roman, Petronela Nechita, Cristian Silviu Simionescu. *Evaluation of barrier properties of food packaging papers coated with hemicellulose biopolymers*. *Bul. Inst. Polit. Iași*, Vol. 69 (73), Nr. 2, 2023,  
DOI: 10.5281/zenodo.8162840, BIP-CIC,69(73)(2)2023 (tuiasi.ro)

### Lucrări prezentate la conferințe interne și internaționale

5. Mirela Roman (Iana-Roman), Petronela Nechita, Aida Vasile, Alina Cantaragiu Ceoromila, *The study of functional properties of food packaging based on xylan/chitosan polyelectrolyte complexes*, **11<sup>th</sup> Edition of SCDS-UDJG, Perspectives and challenges in doctoral research**, organizată de CSUD, în data/perioada 8 – 9 iunie 2023, Galați, Romania, [Programme \(ugal.ro\)](#)
6. Mirela Roman, Petronela Nechita, Alina Cantaragiu Ceoromila, Andreea Veronica (Dediu) Botezatu, *FUNCTIONAL COATINGS BASED ON MODIFIED XLAN HEMICELLULOSES FOR FOOD PACKAGING PAPERS*, **24<sup>th</sup> International symposium in the field of pulp, paper, packaging and graphics, June 21<sup>st</sup> – 22<sup>nd</sup> 2023**, Belgrade, Serbia. [PROGRAM-OF-XXIV-CPAG-SYMPOSIUM\\_Belgrade-2023\\_2.pdf \(cpag-tmfbg.rs\)](#)
7. Petronela Nechita, Mirela Roman, Alina Cantaragiu, *Polysaccharides coatings an innovative alternative to improve the sustainability of food packaging materials*, **12<sup>th</sup> International Conference on Environmental Engineering and Management (ICEEM 12)**, 13 – 16 septembrie 2023, Iași, Romania, [ICEEM12\\_Program-04.09.2023\\_f.pdf \(tuiasi.ro\)](#)
8. Petronela Nechita, Mirela Roman (Iana-Roman), Aida Vasile, *Food packaging papers based on biopolymers polyelectrolyte complexes*, **3<sup>rd</sup> International Circular Packaging Conference 19-20 October 2023**, Ljubljana (Slovenia) (on line), [3. International Circular Packaging Conference – Icp \(icp-lj.si\)](#).
9. Petronela Nechita, Mirela Roman (Iana Roman), Silviu Marian Năstac. Merdalie de argint pentru tema: *Paste de acoperire pe bază de hemiceluloză pentru hârtii destinate ambalării produselor alimentare*, **Salonul Inovării și Cercetării UGAL INVENT, 9-10 Noiembrie 2023**, [www.invent.ugal.ro](http://www.invent.ugal.ro)

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

