



**Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați**  
**Școala doctorală de Inginerie**



# **TEZĂ DE DOCTORAT**

## **CERCETĂRI PRIVIND OBTINEREA PREPARATELOR DIN CARNE CU FOLOSIREA UNOR SISTEME NATURALE MICROÎNCAPSULATE**

**Doctorand**

**Ing. Dima Cristian-Vasile**

**Conducător științific**

**Prof. univ.dr.ing. Petru Alexe**

**Seria I 4: Inginerie Industrială Nr. 19**

**GALAȚI 2014**



**Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați**  
**Școala doctorală de Inginerie**



# **TEZĂ DE DOCTORAT**

## **CERCETĂRI PRIVIND OBTINEREA PREPARATELOR DIN CARNE CU FOLOSIREA UNOR SISTEME NATURALE MICROÎNCAPSULATE**

**Doctorand**

**Ing. Dima Cristian-Vasile**

**Președinte:  
Conducător științific  
Referenți științifici**

**Prof. univ.dr.ing. Iulian Gabriel Bîrsan  
Prof. univ.dr.ing. Petru Alexe  
Prof. univ.dr.ing. Ecaterina Andronescu  
Prof. univ.dr.ing. Mona Elena Popa  
Prof. univ. dr. ing. Daniela Borda**

**Seria I 4: Inginerie Industrială Nr. 19**

**GALAȚI 2014**

Seriile tezelor de doctorat sustinute public în UDJG începând cu 1 octombrie 2013 sunt:

**Domeniul ȘTIINȚE INGINEREȘTI**

Seria I 1: **Biotehnologii**

Seria I 2: **Calculatoare și tehnologia informației**

Seria I 3: **Inginerie electrică**

Seria I 4: **Inginerie industrială**

Seria I 5: **Ingineria materialelor**

Seria I 6: **Inginerie mecanică**

Seria I 7: **Ingineria produselor alimentare**

Seria I 8: **Ingineria sistemelor**

**Domeniul ȘTIINȚE ECONOMICE**

Seria E 1: **Economie**

Seria E 2: **Management**

**Domeniul ȘTIINȚE UMANISTE**

Seria U 1: **Filologie- Engleză**

Seria U 2: **Filologie- Română**

Seria U 3: **Istorie**

DECIZIA

nr. 1327/31.07.2014

În conformitate cu prevederile Legii Educației Naționale nr. 1/05.01.2011, ale Codului studiilor universitare de doctorat și ale Regulamentului instituțional privind organizarea și funcționarea studiilor universitare de doctorat în școlile doctorale din Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați;  
în baza referatului conducătorului științific **Prof.univ.dr.ing. Petru ALEXE**;  
conform aprobării Consiliului școlii doctorale din data de **30.07.2014**;  
în baza Ordinului Ministrului Educației, Cercetării, Tineretului și Sportului nr. 3288/20.02.2012 privitor la numirea rectorului;

**Rectorul universității decide:**

**Art. 1.** Se numește comisia pentru evaluarea și susținerea publică a tezei de doctorat de către doctorandul(a) **ing. DIMA Ș. CRISTIAN-VASILE**, domeniul **Ingenierie industrială**, în următoarea componență :

- |                                  |  |
|----------------------------------|--|
| <b>1. Președinte</b>             | <b>Prof.univ.dr.ing. Iulian-Gabriel BÎRSAN</b><br>Rector-Universitatea ”Dunărea de Jos” din Galați                 |
| <b>2. Conducător de doctorat</b> | <b>Prof.univ.dr.ing. Petru ALEXE</b><br>Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați                                  |
| <b>3. Referent oficial</b>       | <b>Prof.univ.dr.ing. Ecaterina ANDRONESCU</b><br>Președinte al Senatului Universității POLITEHNICA din București   |
| <b>4. Referent oficial</b>       | <b>Prof.univ.dr.ing. Mona-Elena POPA</b><br>Universitatea de Științe Agricole și Medicină Veterinară din București |
| <b>5. Referent oficial</b>       | <b>Prof.univ.dr.ing. Daniela BORDA</b><br>Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați                                |

**Art. 2.** Școala doctorală de Inginerie, Secretariatul doctorat, Compartimentul salarizare și Biroul financiar vor duce la îndeplinire prevederile prezentei decizii.

  
**Rector**  
Prof. univ. dr. ing. **Iulian Gabriel BÎRSAN**



Ce 94/3702.2014

C ă t r e

Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați vă face cunoscut că, în data de **05.09.2014**, ora **11.00**, în **sala Consiliului de administrație**, va avea loc susținerea publică a tezei de doctorat intitulată: **„CERCETĂRI PRIVIND OBTINEREA PREPARATELOR DIN CARNE CU FOLOSIREA UNOR SISTEME NATURALE MICROÎNCAPSULATE”**, elaborată de doamna/domnul **DIMA CRISTIAN-VASILE**, în vederea conferirii titlului științific de doctor în domeniul de doctorat **Ingenierie industrială**.

Comisia de doctorat are următoarea componență :

- |                                  |  |
|----------------------------------|--|
| <b>1. Președinte</b>             | <b>Prof.univ.dr.ing. Julian-Gabriel BÎRSAN</b><br>Rector-Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați                 |
| <b>2. Conducător de doctorat</b> | <b>Prof.univ.dr.ing. Petru ALEXE</b><br>Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați                                  |
| <b>3. Referent oficial</b>       | <b>Prof.univ.dr.ing. Ecaterina ANDRONESCU</b><br>Președinte al Senatului Universității POLITEHNICA din București   |
| <b>4. Referent oficial</b>       | <b>Prof.univ.dr.ing. Mona-Elena POPA</b><br>Universitatea de Științe Agricole și Medicină Veterinară din București |
| <b>5. Referent oficial</b>       | <b>Prof.univ.dr.ing. Daniela BORDA</b><br>Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați                                |

Cu această ocazie vă transmitem rezumatul tezei de doctorat, și vă invităm să participați la susținerea publică. În cazul în care doriți să faceți eventuale aprecieri sau observații asupra conținutului lucrării, vă rugăm să le transmiteți în scris pe adresa universității, str. Domnească nr. 47, 800008 Galați, Fax 0236 / 461353, e-mail rectorat@ugal.ro.



Prof. univ. dr. ing. **Julian Gabriel BÎRSAN**

## CUPRINS

	(T)	(R)
<b>INTRODUCERE</b> .....	X	6
Notaii și abreviații.....	1	
Listă figuri.....	2	
Listă tabele.....	6	
<b>I.STUDIUL DOCUMENTAR</b> .....	8	10
<b>CAPITOLUL 1. ULEIURI ESENȚIALE</b> .....	8	
1.1. Compoziția chimică a uleiurilor esențiale.....	8	
1.1.1. Terpene, terpenoide.....	9	
1.1.2. Compuși aromatici.....	11	
1.2. Extracția uleiurilor esențiale.....	12	
1.2.1. Extracția uleiurilor esențiale prin metoda hidrodistilării.....	12	
1.2.2. Extracția uleiurilor esențiale prin metoda cu ultrasunete.....	13	
1.2.3. Extracția uleiurilor esențiale prin metoda cu solvenți organici.....	13	
1.2.4. Extracția uleiurilor esențiale prin metoda cu microunde.....	14	
1.2.5. Extracția uleiurilor esențiale cu fluide supercritice.....	14	
1.3. Activitatea antioxidantă a uleiurilor esențiale.....	15	
1.3.1. Metode de determinare a activității antioxidante.....	16	
1.3.2. Activitatea antioxidantă a uleiurilor esențiale folosite la prepararea alimentelor.....	17	
1.4. Activitatea antimicrobiană a uleiurilor esențiale.....	22	
1.4.1. Teste „in vitro” de determinare a activității antimicrobiene a uleiurilor esențiale.....	23	
1.4.2. Activitatea antibacteriană și antifungică a uleiurilor esențiale folosite în alimente.....	24	
1.4.3. Citotoxicitatea uleiurilor esențiale și reglementări legislative.....	28	
<b>CAPITOLUL 2. ÎNCAPSULAREA ULEIURILOR ESENȚIALE</b> .....	31	
2.1. Materiale încapsulate.....	32	
2.2. Metode și tehnici de microîncapsulare a uleiurilor esențiale.....	33	
2.2.1. Coacervarea simplă.....	36	
2.2.2. Coacervarea complexă.....	36	
2.2.3. Emulsionare/Extrudere/Gelifiere externă.....	38	
2.2.4. Uscare prin pulverizare (Spray drying).....	39	
2.2.5. Încapsularea uleiurilor esențiale în ciclodextrine.....	42	
<b>CAPITOLUL 3. ELIBERAREA COMPONENTELOR LIPOFILE</b> .....	47	
3.1. Mecanisme de eliberare.....	47	
3.2. Modele matematice și ecuații cinetice ale eliberării componentelor din microcapsule.....	49	
<b>II. CERCETĂRI PERSONALE</b> .....	52	11
<b>CAPITOLUL 4. EXTRACȚIA ȘI CARACTERIZAREA FIZICO-CHIMICĂ A ULEIURILOR ESENȚIALE DE CORIANDRU ȘI IENIBAHAR</b> .....	52	11
4.1. Pregătirea și caracterizarea fizico-chimică a materiilor prime folosite la extracția uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar.....	52	
4.1.1. Materiale și metode.....	52	
4.1.2. Rezultate și discuții.....	56	
4.2. Extracția uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar.....	57	
4.2.1. Extracția uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar prin hidrodistilare.....	57	
4.2.1.1. Materiale și metode.....	58	
4.2.2. Extracția uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar cu CO <sub>2</sub> supercritic.....	59	
4.2.2.1. Materiale și metode.....	60	
4.2.3. Rezultate și discuții.....	63	
4.3. Caracterizarea fizico-chimică și compozițională a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar.....	66	
4.4. Concluzii.....	71	14

<b>CAPITOLUL 5. MICROÎNCAPSULAREA ULEIULUI ESENȚIAL DE CORIANDRU ȘI A ULEIULUI ESENȚIAL DE IENIBAHAR.....</b>	<b>73</b>	<b>14</b>
5.1. Microîncapsularea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar prin metoda gelifierii ionotrope externe.....	73	14
5.1.1. Introducere.....	73	
5.1.2. Materiale.....	76	
5.1.3. Metode experimentale.....	77	
5.1.3.1. Prepararea microsferelor de alginat și alginat/chitozan încărcate cu ulei esențial de coriandru și ienibahar.....	77	
5.1.3.2. Determinarea dimensiunii și a potențialului electrocinetic zeta a picăturilor emulsiei și a dimensiunii și morfologiei microsferelor încărcate cu ulei esențial de coriandru și ienibahar.....	77	
5.1.3.2. Determinarea gradului de umflare a microsferelor.....	78	
5.1.3.3. Determinarea eficienței încapsulării și eliberarea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar din microsferă.....	78	
5.1.4. Rezultate și discuții.....	79	
5.1.4.1. Optimizarea parametrilor de preparare a microsferelor încărcate cu ulei esențial de coriandru, prin metoda gelifierii ionotrope externe.....	79	
5.1.4.2. Prepararea microsferelor încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar prin gelifiere ionotropă externă.....	87	
5.1.4.3. Morfologia microsferelor de alginat și chitozan/alginat încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar.....	88	
5.1.4.4. Variația gradului de umflare a microsferelor încărcate cu ulei esențial de coriandru și cu ulei esențial de ienibahar.....	92	
5.2. Microîncapsularea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar prin metoda coacervării complexe.....	97	17
5.2.1. Introducere.....	97	
5.2.2. Materiale.....	99	
5.2.3. Metode experimentale.....	99	
5.2.3.1. Prepararea soluțiilor.....	99	
5.2.3.2. Analiza turbidimetrică a solubilității biopolimerilor.....	99	
5.2.3.3. Prepararea microsferelor cu chitozan și chitozan/k-carageenan încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar prin coacervare complexă.....	100	
5.2.3.4. Determinarea dimensiunii și morfologiei microsferelor cu chitozan și chitozan/k-carageenan.....	101	
5.2.3.5. Determinarea gradului de umflare a microsferelor cu chitozan și chitozan/k-carageenan.....	101	
5.2.3.6. Determinarea eficienței încapsulării și a ratei de eliberare a uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar.....	101	
5.2.3.7. Analiza statistică a rezultatelor.....	102	
5.2.4. Rezultate și discuții.....	102	
5.2.4.1. Solubilitatea chitozanului, k-carageenanului și a complexului chitozan/k-carageenan.....	102	
5.2.4.2. Prepararea și caracterizarea microsferelor cu chitozan și chitozan/k-carageenan încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar.....	103	
5.2.4.3. Variația gradului de umflare a microsferelor încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar în funcție de pH și temperatură.....	106	
5.2.4.4. Eliberarea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar din microsferă de chitozan și chitozan/k-carageenan.....	107	
5.3. Încapsularea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar în $\beta$ -ciclodextrină.....	109	20
5.3.1. Introducere.....	109	
5.3.2. Materiale.....	111	
5.3.3. Metode experimentale.....	111	
5.3.3.1. Construirea diagramei de fază Ulei/Apă/ $\beta$ -CD.....	111	
5.3.3.2. Prepararea complexului de incluziune ulei esențial/ $\beta$ -CD.....	111	
5.3.3.3. Determinarea gradului de retenție a uleiului esențial (R%) și a eficienței incluziunii (EI%).....	111	
5.3.3.4. Determinarea conținutului de umiditate.....	112	

5.3.2.5. Determinarea microstructurii $\beta$ -CD și a complexului de incluziune Ulei esențial/ $\beta$ -CD.....	112	
5.3.2.6. Determinarea gradului de eliberare a uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar din $\beta$ -CD.....	113	
5.3.4. Rezultate și discuții.....	113	
5.3.4.1.Solubilitatea uleiului esențial de coriandru în sistemul $\beta$ -CD/Apă-etanol.....	113	
5.3.4.2. Prepararea și caracterizarea complexilor de incluziune în $\beta$ -CD ai uleiului esențial de coriandru și uleiului esențial de ienibahar.....	114	
5.3.4.3. Studiul eliberării uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar din $\beta$ -CD.....	116	
5.4. Încapsularea uleiului esențial de coriandru în microcapsule de alginat/chitozan/inulină, prin metoda uscării prin pulverizare (Spray drying).....	118	24
5.4.1 Introducere.....	118	
5.4.2.Materiale.....	120	
5.4.3. Metode experimentale.....	121	
5.4.3.1.Prepararea soluțiilor.....	121	
5.4.3.2. Prepararea emulsiilor U/A cu ulei esențial de coriandru.....	121	
5.4.3.3. Măsurarea caracteristicilor reologice ale emulsiilor U/A cu ulei esențial de coriandru.....	122	
5.4.3.4. Prepararea microcapsulelor cu ulei esențial de coriandru prin metoda uscării prin pulverizare (spray drying).....	122	
5.4.3.5. Determinarea conținutului de umiditate al microcapsulelor.....	123	
5.4.3.6. Determinarea umectabilității și solubilității microcapsulelor cu ulei esențial de coriandru.....	123	
5.4.3.7. Determinarea proprietăților de curgere ale microcapsulelor cu ulei esențial de coriandru.....	124	
5.4.3.8. Determinarea dimensiunii și morfologiei microcapsulelor cu ulei esențial de coriandru.....	124	
5.4.3.9. Determinarea gradului de umflare al microcapsulelor cu ulei esențial de coriandru.....	125	
5.4.3.10. Determinarea eficiența încapsulării și a gradului de încărcare a microcapsulelor cu ulei esențial de coriandru.....	125	
5.4.3.11. Eliberarea uleiului esențial de coriandru din microcapsule.....	126	
5.4.3.12. Analiza statistică.....	127	
5.4.4 Rezultate și discuții.....	127	
5.4.4.1. Caracterizarea emulsiilor U/A cu ulei esențial de coriandru.....	127	
5.4.4.2. Dimensiunea și morfologia microcapsulelor încărcate cu ulei esențial de coriandru.....	130	
5.4.4.3. Caracterizarea microcapsulelor încărcate cu ulei esențial de coriandru.....	131	
5.4.4.4 Umflarea microcapsulelor cu chitozan/alginat/inulină încărcate cu ulei esențial de coriandru.....	134	
5.4.4.5. Cinetica procesului de eliberare <i>in vitro</i> a uleiului esențial de coriandru din microcapsule pe bază de chitozan/alginat/inulină.....	135	
5.5. Concluzii.....	140	28
<b>CAPITOLUL 6. STUDIUL ACTIVITĂȚII ANTIOXIDANTE A ULEIURILOR ESENȚIALE DE CORIANDRU ȘI IENIBAHAR ÎN STARE LIBERĂ ȘI MICROÎNCAPSULATĂ.....</b>	143	29
6.1. Introducere.....	143	
6.2. Materiale.....	144	
6.3. Metode experimentale.....	145	
6.3.1. Determinarea Conținutului de total de fenoli.....	145	
6.3.2. Determinarea activității antioxidante prin metoda DPPH.....	145	
6.3.3. Determinarea activității antioxidante prin captarea anionului radical superoxid.....	146	
6.3.4. Evaluarea activității antioxidante a uleiurilor esențiale folosind ca sistem model acidul linoleic. Metoda TBARS.....	146	
6.4. Rezultate și discuții.....	146	
6.4.1. Conținutul de total fenoli (TPC).....	146	
6.4.2.Captarea radicalilor liberi de DPPH.....	147	
6.4.3 Captarea anionului radical superoxid.....	149	



6.4.4. Determinarea activității antioxidante prin metoda TBA.....	150	
6.5 Concluzii.....	154	30
<b>CAPITOLUL7. ACTIVITATEA ANTIMICROBIANĂ A ULEIURILOR ESENȚIALE DE CORIANDRU ȘI IENIBAHAR LIBERE ȘI ÎNCAPSULATE.....</b>	155	30
7.1. Materiale și metode .....	155	
7.1.1. Materiale.....	155	
7.1.2. Microorganisme și medii de cultură.....	155	
7.1.3. Metode de evaluare a activității antimicrobiene.....	155	
7.1.3.1. Metoda difuzimetrică cu godeuri de evidențiere a activității antimicrobiene a uleiurilor esențiale.....	155	
7.1.3.2. Determinarea concentrației minimă inhibitorie (CMI) și a concentrației maximă tolerată (CMT).....	156	
7.1.3.3. Metoda difuzimetrică cu discuri de evidențiere a activității antibacteriene a uleiurilor esențiale față de microorganisme patogene.....	157	
7.2. Rezultate și discuții.....	157	
7.2.1. Activitatea antimicrobiană a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate.....	157	
7.2.2. Determinarea concentrației minimă inhibitorie (CMI) și a concentrației maximă tolerată (CMT) a uleiurilor esențiale.....	160	
7.2.3. Activitatea antibacteriana a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar.....	163	
7.3. Concluzii .....	165	
<b>CAPITOLUL8. TESTAREA EXTRACTELOR VEGETALE MICROÎNCAPSULATE LA OBTINEREA UNOR PREPARATE DIN CARNE.....</b>	167	31
8.1. Introducere.....	167	
8.2. Obținerea produsului din carne tip șuncă pe bază de uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate în β-Ciclodextrină.....	169	
8.2.1. Produse din carne tip Șuncă.....	169	
8.2.2. Rețete tehnologice de obținere a produsului din carne tip Șuncă pe bază de uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate în β-ciclodextrină.....	171	
8.2.3. Utilajele tehnologice și echipamentele de laborator folosite pentru obținerea produsului din carne tip Șuncă.....	172	
8.2.4. Descrierea fluxului tehnologic de obținere a produsului din carne tip Șuncă.....	173	
8.3. Analize fizico-chimice și microbiologice ale produsului din carne tip Șuncă.....	176	
8.3.1. Analize fizico-chimice. Metode analitice.....	176	
8.3.2. Analize microbiologice.....	178	
8.4. Analiza statistică.....	179	
8.5. Rezultate și discuții.....	179	
8.5.1. Analize fizico-chimice.....	179	
8.5.2. Analize microbiologice.....	186	
8.6. Analiza senzorială a produsului din carne tip Șuncă.....	187	
8.7. Rezultate și discuții.....	189	
8.8. Concluzii.....	192	35
<b>CAPITOLUL 9. CONCLUZII GENERALE, CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI PERSPECTIVE.....</b>	195	36
9.1. Concluzii generale.....	195	36
9.2. Contribuții personale și perspective ale dezvoltării cercetărilor.....	199	38
<b>LISTA LUCRĂRILOR ȘTIINȚIFICE PUBLICATE ȘI PREZENTATE.....</b>	200	39
<b>BIBLIOGRAFIE.....</b>	203	42

## MULȚUMIRI

Ca orice activitate de cercetare, realizarea acestei teze de doctorat a implicat colaborarea cu mai multe persoane care au intervenit în diferite momente ale activității. Aș dori cu această ocazie să le mulțumesc tuturor, deoarece colaborarea lor pe plan științific și sfaturile primite au fost extrem de prețioase și de utile.

În primul rând aș dori să mulțumesc conducătorului științific al tezei de doctorat, domnului Profesor univ.dr.ing. Petru Alexe, decanul Facultății de Știința și Ingineria Alimentelor, pentru timpul acordat, ideile și sfaturile pe care mi le-a dat în perioada de studii doctorale, precum și pentru contribuția sa la formarea mea ca inginer.

Mulțumesc, de asemenea, doamnelor: Prof. Univ. Dr. Ing. Anca Nicolau, Prof. Univ. Dr. Ing. Daniela Borda, Conf. Univ. Dr. Ing. Iuliana Aprodu pentru sfaturile date ca membri în comisia de îndrumare a activității de cercetare în vederea pregătirii tezei de doctorat.

Se cuvine să mulțumesc doamnei Conf. Univ. Dr. Ing. Liliana Gîtin pentru inițierea în tehnica de extracție cu fluide supercritice. Doamnelor Conf. Univ. Dr. Ing. Iordăchescu Gabriela, ȘL. Dr. Ing. Corina Neagu, ȘL. Dr. Ing. Oana Constantin, Dr. Ing. Mihaela Cotârleț, Dr. Ing. Livia Pătrașcu, Dr. Ing. Alina Cantaragiu, Ing. Mariana Stroiș și domnului Dr. Ing. Gigi Coman așe mulțumiri pentru sprijinul acordat în realizarea analizelor fizico-chimice, microbiologice și senzoriale necesare finalizării tezei de doctorat. Mulțumesc de asemenea colegilor mei Ing. Cornel Veliche, Ing. Cristian Tudose, Dr. Ing. George Ifrim, Drd. Mihaela Ifrim, Ing. Cercel Floricel și tehnician Ștefănașe Cașu pentru sprijinul acordat.

Un mulțumesc plin de recunoștință adresez părinților și surorii mele Dr. Farmacist Maria Magdalena, care, pe lângă educația oferită, m-au susținut și încurajat pe întregul drum al pregătirii tezei de doctorat. Mulțumesc în special tatălui meu, Profesor Universitar Dr. Ștefan Dima, pentru tot sprijinul acordat în activitatea de cercetare derulată în laboratorul de Sisteme disperse și Microîncapsulare.

Mulțumiri speciale, pline de afecțiune aduc soției mele, Iuliana și fetitei noastre Ioana Dalia, care au fost și sunt permanent alături de mine.

## **INTRODUCERE**

Producătorii de alimente și-au intensificat preocupările în direcția obținerii unor produse inovative, care să satisfacă simultan gustul și sănătatea consumatorilor. Cercetările din ultimii zece ani, în domeniul produselor alimentare inovative, cum sunt produsele funcționale, au arătat că la prepararea acestor alimente se manifestă trei tendințe:

- folosirea tehnologiilor tradiționale și fortifierea clasică a alimentelor de consum curent (pâine, lapte, produse lactate, margarină etc.) cu diferite biocomponente (vitamine, ulei de pește, minerale, iod, acid folic, probiotice etc.);
- folosirea unor tehnologii speciale, care previn deteriorarea componentelor bioactive, cum ar fi încapsularea, imobilizarea în matrici și filme etc.
- folosirea conceptului de „nutrigenomics” în proiectarea alimentelor funcționale personalizate pe baza interacției dintre alimente și caracteristicile genomice individuale.

Având în vedere aceste tendințe, ne-am propus să dezvoltăm o direcție de cercetare privind obținerea unor produse inovative din carne cu folosirea unor extracte vegetale microîncapsulate. În urma documentației realizate am constatat că la prepararea produselor din carne se folosesc pe arie extinsă plantele aromatice, sub formă de plantă proaspătă, sub formă de pulbere obținută prin măcinarea diferitelor organe ale plantei (frunze, semințe, boabe, bulbi, rădăcini etc) sau sub forma unor infuzii hidroalcoolice.

În aceste condiții, am considerat oportun să folosim în cercetările noastre ca extract vegetal, uleiurile esențiale, având în vedere și faptul că numărul de lucrări publicate în lume privind folosirea uleiurilor esențiale încapsulate în produsele alimentare, mai ales în industria cărnii și a produselor din carne, este mult mai mic decât al celor menționate mai sus.

Alegerea produselor din carne ca sisteme alimentare de încorporare a microcapsulelor încărcate cu ulei esențial se datorează mai multor factori, printre care: rolul și locul important pe care îl ocupă carnea în alimentația omului; sensibilitatea deosebită a produselor din carne la acțiunea factorilor fizico chimici și microbiologici; preocuparea consumatorilor de a opta pentru produsele din carne preparate cu ingrediente naturale.

Acestori factori li se alătură și factori subiectivi care se referă la: experiența de producție a autorului în domeniul industriei cărnii; existența în cadrul Facultății de Știința și Ingineria Alimentelor din Universitatea Dunărea de Jos din Galați a unei stații pilot care asigură toate operațiile necesare procesării cărnii și nu în ultimul rând, prezența unor specialiști cu renume în industria cărnii și a produselor din carne, de îndumarea cărora am beneficiat din plin pe întreaga perioadă de realizare a cercetărilor noastre.

### **Scop și obiective**

Ținând seama de cele menționate mai sus, scopul cercetărilor realizate în contextul pregătirii acestei lucrări a fost: **prepararea și caracterizarea unui produs din carne pe bază de uleiuri esențiale microîncapsulate.**

Îndeplinirea scopului propus s-a realizat pe baza următoarelor **obiective generale**:

- extracția uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar din semințe și boabe mature;
- caracterizarea compoziției chimice și a proprietăților fizice ale uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar;
- microîncapsularea uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar în matrici diferite;
- studiul activității antioxidante a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și microîncapsulate;
- studiul activității antimicrobiene a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și microîncapsulate;
- prepararea și caracterizarea fizico-chimică, microbiologică și senzorială a unui produs din carne cu uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar microîncapsulate.

Lucrarea cuprinde **9 capitole** și este structurată pe **două părți.**

În prima parte a lucrării din care fac parte capitolele 1-3 este prezentat stadiul actual al cercetărilor în domeniul uleiurilor esențiale cu aplicații în industria alimentară și a tehnicilor de încapsulare ale acestora.

În partea a doua a lucrării, din care fac parte capitolele 4-9 sunt prezentate rezultatele cercetărilor personale. Activitatea de cercetare s-a realizat diferențiat în instalația pilot de extracție cu CO<sub>2</sub> supercritic (CO<sub>2</sub>SC), în laboratoarele de analiză chimică, microbiologică și senzorială și în stația pilot de carne ale *Facultății de Știința și Ingineria Alimentelor* din Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați, realizate în cadrul proiectului *RE-SPIA (69/09.04.2010, SMIS cod 11377), finanțat de REGIO (Regional Operational Programme 2007–2013)* și implementat de Facultatea de Știința și Ingineria Alimentelor, „Dunărea de Jos”, Galați. Prepararea și caracterizarea microcapsulelor încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar s-a realizat în Laboratorul de Sisteme Disperse și Microîncapsulare din Facultatea de Științe și Mediu a Universității „Dunărea de Jos” din Galați.

În capitolul 4 sunt prezentate rezultatele cercetărilor privind obținerea uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar prin metoda hidrodistilării și extracția cu CO<sub>2</sub>SC. Sunt evidențiate condițiile de extracție corespunzătoare randamentelor maxime. Ca materii prime s-au folosit semințele de *Coriandrum Sativum* L. și boabele de *Pimenta dioica* Merr. L. Uleiurile esențiale obținute s-au caracterizat din punct de vedere al culorii, gustului, mirosului, densității, indicelui de refracție, solubilității și pH-ului. Componentele chimice ale uleiurilor au fost identificate prin analiză gaz-cromatografică.

În capitolul 5 se realizează un studiu privind încapsularea uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar. Sunt aplicate patru tehnici de microîncapsulare (gelifiere ionotropă externă, coacervare complexă, incluziune moleculară în β-ciclodextrină și uscare prin pulverizare-spray drying) și sunt preparate 20 de tipuri de microcapsule, dintre care 12 tipuri de microcapsule încărcate cu ulei esențial de coriandru și 8 tipuri de microcapsule sunt încărcate cu ulei esențial de ienibahar. Ca materiale încapsulante s-au folosit biopolimeri „food grade”, precum: alginatul de sodiu,

chitozanul, k-carageenanul și inulina. Un loc important în cadrul acestor cercetări îl ocupă caracterizarea microcapsulelor preparate și descrierea mecanismelor de eliberare a uleiurilor esențiale în diferite condiții de pH și temperatură. Sunt evidențiate corelațiile dintre gradul de încapsulare, rata de eliberare și interacțiunile dintre biopolimerii folosiți ca material încapsulant.

În capitolul 6 se realizează un studiu privind activitatea antioxidantă a uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar în stare liberă și microîncapsulată. Activitatea antioxidantă a uleiurilor esențiale libere și încapsulate s-a determinat prin două tipuri de metode: captarea radicalilor liberi (DPPH, anionul radical superoxid) și monitorizarea aldehidei malonice într-un sistem model acid linoleic/apă (metoda TBA). Rezultatele au arătat că acțiunea antioxidantă a uleiurilor esențiale libere este comparabilă cu a antioxidantilor de sinteză și se manifestă mai rapid decât cea a uleiurilor esențiale microîncapsulate ceea ce evidențiază o eliberare lentă a acestora din urmă.

Rezultatele prezentate în capitolul 7 evidențiază activitatea antimicrobiană a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar. Este testată capacitatea de inhibare a dezvoltării bacteriilor nepatogene și patogene cu impact asupra alterării alimentelor.

În capitolul 8 sunt prezentate rezultatele cercetărilor aplicative care urmăresc prepararea unor produse inovative din carne pe bază de uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar libere și incluse în  $\beta$ -ciclodextrină ( $\beta$ -CD). S-au preparat trei produse din carne tip Șuncă în care s-a folosit un amestec de ulei esențial de coriandru cu ulei esențial de ienibahar încapsulat în  $\beta$ -CD, un produs din carne tip Șuncă cu uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar libere și un produs fără adaos de uleiuri esențiale. Produsele preparate s-au analizat fizico-chimic, microbiologic și senzorial și s-au evidențiat calitățile superioare ale acestora în comparație cu produsele lipsite de uleiuri esențiale. Rezultatele arată că uleiurile esențiale de coriandru și ienibahar microîncapsulate determină prelungirea termenului de valabilitate a unui produs din carne de tip Șuncă cu un conținut scăzut de sare, nitrit și tripolifosfat.

Capitolul 9 cuprinde concluziile generale și sunt menționate aspectele originale ale lucrării și unele posibile direcții de dezvoltare ale domeniului cercetat.

Bibliografia care a stat la baza realizării lucrării cuprinde **278 de referințe**. Lucrarea cuprinde **220 pagini, 38 tabele și 94 figuri**.

Suportul financiar necesar pregătirii și finalizării tezei de doctorat a fost asigurat prin proiectul **POSDRU/159/1.5/S/138963 – „Performanța sustenabilă în cercetarea doctorală și post doctorală” – PERFORM /159/1.5/S/138963**.

## **I. STUDIUL DOCUMENTAR**

Capitolul 1 se intitulază (Uleiuri esențiale) face o prezentare a compoziției chimice a uleiurilor esențiale, a metodelor de extracție a uleiurilor esențiale și a activității antioxidante și antimicrobiene a acestora. Sunt prezentate informații din reviste și monografii de specialitate referitoare la metodele de extracție a uleiurilor esențiale precum: hidrodistilarea, extracția cu solvenți organici, extracția cu ultrasunete, extracția cu microunde și extracția cu fluide supercritice. Un loc important îl reprezintă studiile publicate în ultimii cinci ani cu privire la activitățile antioxidante și antimicrobiene ale uleiurilor esențiale aplicate în prepararea unor alimente și în special produse din carne.

În capitolul 2 intitulat Încapsularea uleiurilor esențiale se prezintă cele mai noi rezultate cu privire la materialele încapsulante și metodele de microîncapsulare a uleiurilor esențiale. Sunt caracterizate metodele folosite la încapsularea uleiurilor esențiale precum: coacervarea simplă și complexă, emulsionarea, gelifierea ionotropă internă și externă, uscarea prin pulverizare și incluziunea moleculară ( $\beta$ -ciclodextrină).

În capitolul 3 intitulat (Eliberarea coponentelor lipofile) sunt prezentate mecanismele de eliberare a uleiurilor esențiale din microcapsule și modele matematice care stau la baza acestor mecanisme precum: Higuchi, Korsmeyer-Peppas și Hixon-Crowel.

## II. CERCETĂRI PERSONALE

Cercetările personale s-au realizat în acord cu scopul și obiectivele propuse. Planul cercetărilor personale cuprinde următoarele etape:

- extracția uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar din semințe și boabe mature;
- caracterizarea compoziției chimice și a proprietăților fizice ale uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar;
- microîncapsularea uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar în matrici diferite;
- studiul acțiivității antioxidante a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și microîncapsulate;
- studiul activității antimicrobiene a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și microîncapsulate;
- prepararea și caracterizarea fizico-chimică, microbiologică și senzorială a unui produs din carne cu uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar libere și microîncapsulate;

### **Capitolul 4. Extracția și caracterizarea fizico-chimică a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar**

La baza realizării prezentului studiu au stat următoarele obiective operaționale:

- pregătirea și caracterizarea fizico chimică a materiilor prime folosite la extracția uleiurilor esențiale de coriandru și enibahar;
- extracția uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar prin hidrodistilare;
- extracția uleiurilor de coriandru și ienibahar cu CO<sub>2</sub> supercritic;
- caracterizarea proprietăților fizice și compoziția chimică a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar extrase.


Uleiurile esențiale de coriandru și ienibahar s-au extras prin două metode: hidrodistilarea și extracția cu dioxid de carbon supercritic.

Din rezultatele obținute reiese faptul că randamentul de extracție este influențat de mai mulți factori, precum:



temperatura, presiunea, timpul de extracție și debitul dioxidului de carbon. La extracție s-au folosit semințe de *Coriandrum sativum L.* și boabe de *Pimenta dioica Merryl L.* Uleiurile esențiale extrase s-au caracterizat din punct de vedere al proprietăților chimice respectiv al compoziției chimice. Rezultatele sunt prezentate în tabelele 4.3, 4.4 și 4.5.

*Tabelul 4.3. Proprietățile fizico chimice ale uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar*

Proprietatea	Ulei esențial de coriandru		Ulei esențial de ienibahar	
	Hidrodistilare	CO <sub>2</sub> supercritic	Hidrodistilare	CO <sub>2</sub> supercritic
Culoare, miros, gust	Incolor cu tenta galbuie pai, limpede, gust dulce arzător	Galben verzui, ușor turbure, gust dulce arzător	Galben oranj, limpede, gust piperat	Oranj brun, ușor turbure, gust piperat
				
Densitatea (g/cm <sup>3</sup> )	0,873	0,861	1,018	0,998
Indice de refracție	1,4657	1,4718	1,5832	1,5852
Rotația optică (°)	11	10	2	2
Vâscozitate cinematică (cSt)	1,014	1,118	1,086	1,125
Solubilitate în alcool etilic 70% (ulei/alcool-v/v)	1:3	1:3,5	1:2	1:3

Tabelul 4.4. Componentele chimice identificate în uleiul esențial de coriandru obținut prin hidrodistilare și prin extracție cu CO<sub>2</sub>SC[215]

Component	Hidrodistilare (%)	Extracție cu CO <sub>2</sub> SC(%)	cu
α-pinen	5,84	6,17	
Mircen	---	5,13	
γ- terpinen	6,28	4,80	
p-cimen	1,11	1,13	
Limonen	2,45	3,19	
Camfor	3,83	3,22	
<b>Linalool</b>	<b>64,37</b>	<b>70,26</b>	
Geraniol	---	1,08	
Acetat de geranil	2,82	1,08	
α-terpineol	---	0,40	
β-pinen	1,83	---	
<i>Compuși neidentificați</i>	11,47	3,29	

Tabelul 4.5. Componentele chimice identificate în uleiul esențial de ienibahar obținut prin hidrodistilare și prin extracție cu CO<sub>2</sub>SC[214]

Component	Hidrodistilare (%)	Extracție cu CO <sub>2</sub> SC(%)	cu
α-pinen	---	0,27	
Mircen	9,39	0,23	
α-felandren	---	6,67	
β-felandren	---	1,34	
1,8-cineol	---	1,65	
Trans-β-ocimen	---	0,72	
Terpinolen	---	1,36	
cavicol	---	0,26	
<b>Eugenol</b>	<b>69,38</b>	<b>68,06</b>	
Metileugenol	13,73	9,37	
Izoeugenol	---	0,12	
α-humulen	---	1,51	
β-selinen	---	0,38	
α-selinen	---	1,32	
α-(E,E)-Farnesen	---	0,09	
γ- cardinen	---	0,22	
δ-cardinen	---	0,48	
Trans-nerolidol	---	0,04	
γ- terpinen	---	0,48	
p-cimen	---	1,11	
Limonen	0,19	0,35	
Linalool	0,31	0,12	
<i>Compuși neidentificați</i>	7,70	3,85	

#### 4.4. Concluzii parțiale

- s-au stabilit parametrii de extracție cu CO<sub>2</sub> supercritic a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar; randamentele de extracție cu CO<sub>2</sub>SC au fost cuprinse între 0,35-0,85% (m/m), pentru coriandru și 0,20-0,46%(m/m), pentru ienibahar;
- în extracția cu CO<sub>2</sub>SC s-au obținut și uleiuri vegetale cu conținut de acizi grași saturați și mono și-polinesaturați, care au micșorat randamentul de extracție a uleiurilor esențiale;
- analiza chimică a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar s-a realizat prin Gaz-Cromatografie; în uleiul esențial de coriandru s-au identificat 10 componente, dintre care linaloolul a fost în procent de 64,37% în proba obținută prin hidrodistilare și 70,26% în proba obținută prin extracție cu CO<sub>2</sub>SC, iar în uleiul esențial de ienibahar obținut prin hidrodistilare s-au identificat 6 componente, dintre care eugenolul a fost în proporție de 69,38%.

### Capitolul 5. Microîncapsularea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar

5.1. Microîncapsularea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar prin metoda gelifierii ionotrope externe

**Scopul** acestui studiu îl reprezintă prepararea și caracterizarea microsferelor cu alginat și chitozan încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar.

Obiectivele acestui studiu sunt următoarele:

- optimizarea parametrilor fizico-chimici, în scopul îmbunătățirii calității microsferelor cu ulei esențial de coriandru;
- prepararea microsferelor cu alginat și chitozan încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar, prin metoda gelifierii ionotrope externe;
- determinarea eficienței încapsulării;
- determinarea gradului de umflare a microsferelor și a ratei de eliberare a uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar, în diferite medii lichide;

**Rezultatele acestui studiu au fost prezentate** la Conferința Internațională InsideFood Symposion, Leuven, Belgia, 9-12 Aprilie 2013, **Cristian Dima**, Gitin Liliana, Petru Alexe, Stefan Dima, “*Encapsulation of coriander essential oil in alginate and chitosan microspheres by emulsification external gelation method*”, și sunt publicate în proceedings pp.50, [http://www.insidefood.eu/INSIDEFOOD\\_WEB/UK/WORD/proceedings/061P.pdf](http://www.insidefood.eu/INSIDEFOOD_WEB/UK/WORD/proceedings/061P.pdf)

În scopul optimizării parametrilor implicați în prepararea microsferelor încărcate cu ulei esențial de coriandru s-a folosit programul Design Expert (Version 8.0.7.1 Trial; Stat-Ease Inc., Minneapolis, Minnesota), respectiv modelul Box-Behnken 4 factorial cu trei niveluri și metoda suprafeței de răspuns. În figura 5.4 sunt reprezentate suprafețele de răspuns care exprimă influența sinergică a doi factori asupra variabilelor dependente: dimensiunea picăturilor și eficiența încapsulării uleiului esențial de coriandru în microsferă de alginat și chitozan/alginat.

Astfel, în figura 5.4a și 5.4b sunt reprezentate variația dimensiunii picăturilor emulsiei U/A și variația eficienței încapsulării în funcție de concentrația materialului încapsulant (alginat de sodiu) și timpul de ultrasonare, la valori constante ale concentrației uleiului esențial de coriandru (30%) și în absența chitozanului.

Se observă că dimensiunea picăturilor scade cu creșterea timpului de ultrasonare și este ușor influențată de creșterea conținutului de biopolimer. De remarcat că scăderea dimensiunii picăturilor se corelează cu creșterea eficienței încapsulării.

Cu cât picăturile emulsiei sunt mai mici, cu atât eficiența încapsulării este mai mare.

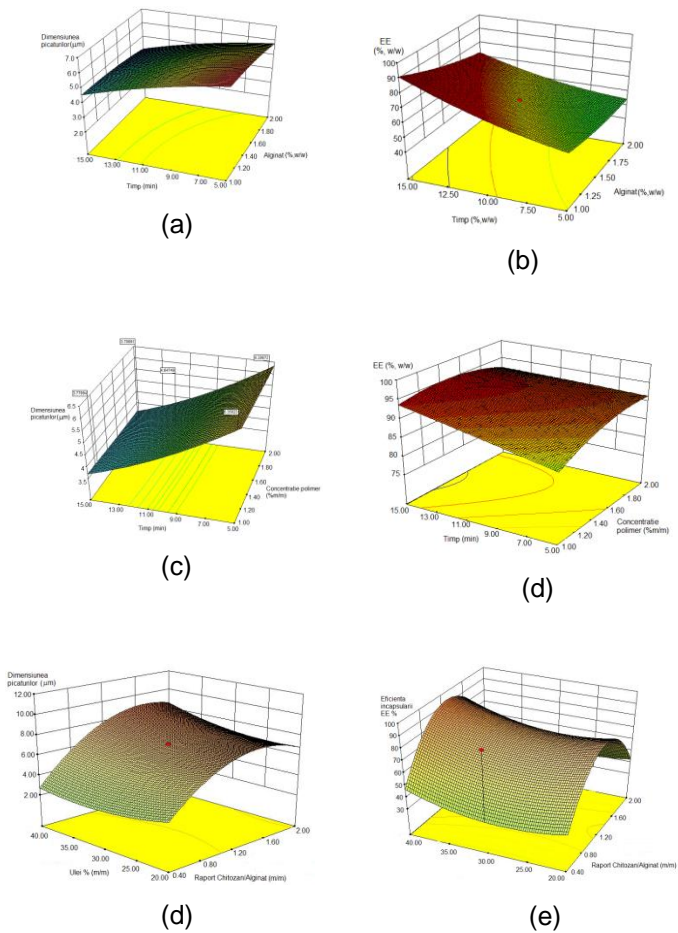
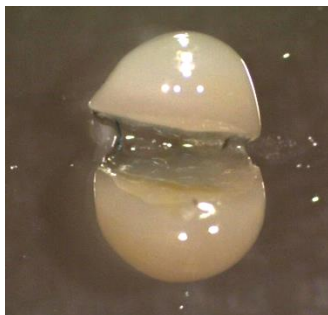


Figura 5.4  
 Suprafețele de răspuns ale variației dimensiunii picăturilor emulsiei și  
 eficienței încapsulării în funcție de variabilele independente  $X_i, X_j$

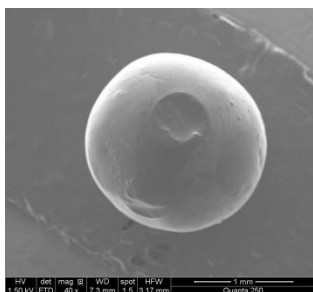
Forma, morfologia și culoarea microsferelor depinde de natura materialului încapsulant folosit și de natura uleiului esențial încapsulat. Astfel, microsferetele umede, separate prin filtrare sunt sferice cu dimensiunea cuprinsă între 1000 $\mu\text{m}$  și 1500 $\mu\text{m}$ .



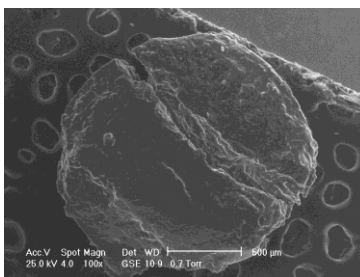
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 5.8  
Imagini microscopice (a și b) și SEM (c și d) ale microsferelor încărcate cu ulei esențial:

## 5.2. Microîncapsularea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar prin metoda coacervării complexe

**Scopul** acestui studiu îl reprezintă prepararea și caracterizarea microcapsulelor (microsferelor) încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar, prin metoda coacervării complexe.

La baza cercetărilor cuprinse în acest studiu au stat următoarele obiective:

- studiul condițiilor de coacervare a chitozanului și k-carageenanului;
- prepararea microsferelor cu chitozan și chitozan/k-carageenan încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar;
- studiul umflării microsferelor cu chitozan și chitozan/k-carageenan încărcate cu ulei esențial de coriandru și ulei esențial de ienibahar;
- determinarea eficienței încapsulării;
- studiul cinetic al procesului de eliberare a uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar din microsferile cu chitozan și chitozan/k-carageenan.

**Rezultatele acestui studiu au fost publicate în articolul: Cristian Dima, Mihaela Cotarlet, Petru Alexe, Stefan Dima., 2014, *Microencapsulation of essential oil of pimento [Pimenta dioica (L) Merr.] by chitosan/k-carrageenan complex coacervation method*, Innovative Food Science and Emerging Technologies, (20) 203-211.**

În cadrul acestui studiu s-au încapsulat uleiul esențial de coriandru și uleiul esențial de ienibahar în două tipuri de microcapsule: microcapsule tip microsferă de chitosan acoperite cu o membrană de k-carageenan și microcapsule tip microsferă din chitosan/k-carrageenan 3:1 (m/m). În ambele cazuri s-a realizat coacervarea complexă dintre doi biopolimeri cu sarcină electrică opusă capabili să interacționeze și să formeze un sistem complex în anumite condiții de pH. Potrivit studiilor de turbiditate, pH-ul optim de formare a complexelor polimerice a fost de 5,5. În cazul microsferelor de chitosan, acestea au un diametru mediu de  $1224 \pm 6,56 \mu\text{m}$  în stare uscată. Prin imersarea microsferelor de chitozan într-o soluție de k-carrageenan de 0,05% (pH 5,5), pe suprafața acestora s-a format o membrană neuniformă de k-carrageenan (Fig. 5.19a).

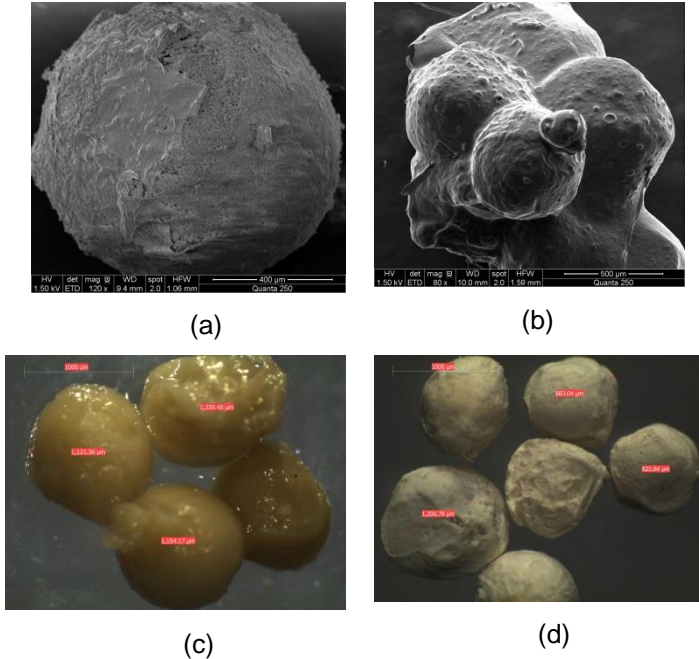


Figura 5.19

Imagini microscopice ale microsferelor încărcate cu ulei esențial de coriandru și ienibahar, obținute prin coacervare complexă:

- a) microsferă de chitozan acoperite cu k-carageenan 0,05%;
- b) microsferă de chitozan acoperite cu k-carageenan 0,15%;
- c) microsferă cu chitozan/k-carageenan încărcate cu ulei esențial de coriandru;
- d) microsferă cu chitozan/k-carageenan încărcate cu ulei esențial de ienibahar întărite cu aldehidă glutarică

S-a studiat variația gradului de eliberarea a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar cu pH-ul și temperatura din microsferă cu chitozan și chitozan/k-carageenan. Din analiza rezultatelor obținute se desprinde concluzia potrivit căreia gradul de eliberare crește cu temperatura și este influențat de natura uleiului esențial (Fig.5.22).



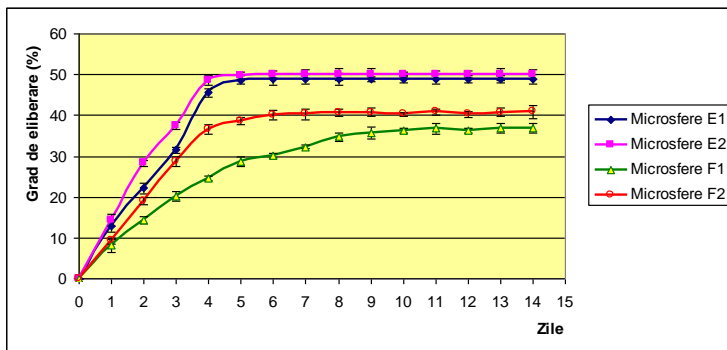


Figura 5.22

Curbele cinetice ale eliberării uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de enibahar din microcapsule de tip E<sub>1</sub>, F<sub>1</sub> respectiv E<sub>2</sub>, F<sub>2</sub>, la temperatura de 20<sup>0</sup>C și pH 5,5

Rata de eliberare cea mai mare se întâlnește la microcapsulele cu chitozan, din care uleiul esențial se eliberează mai rapid. Microcapsulele formate din polielectrolitul complex chitozan/k-carageenan și întărite cu aldehidă gultarică asigură o eliberare mai lentă a uleiului esențial, făcând ca după 8 zile de eliberare, în microcapsulă să rămână peste 60% din ulei, care poate fi eliberat în procesul de masticăție, asigurând menținerea și evidențierea aromei.

### 5.3. Încapsularea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar în $\beta$ -ciclodextrină

**Scopul** acestu studiu îl reprezintă „încapsularea” uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar în  $\beta$ -CD în vederea solubilizării acestora în mediu apos.

Cercetările au avut la bază următoarele obiective:

- construirea diagramei pseudoternare de fază Ulei/Apă/ $\beta$ -CD;
- stabilirea condițiilor de încluziune ale uleiului esențial de coriandru și ale uleiului esențial de ienibahar în  $\beta$ -CD;
- caracterizarea morfologică și fizico-chimică a complexului de incluziune ulei esențial /  $\beta$ -CD;

- determinarea gradului de reținere al uleiului esențial de coriandru și al uleiului esențial de ienibahar în  $\beta$ -CD;
- determinarea gradului de eliberare al uleiului esențial de coriandru și al uleiului esențial de ienibahar din  $\beta$ -CD.

**O parte din rezultatele acestui studiu au fost publicate în:** Cristian Dima, Mihaela Cotarlet, Balaies Tiberius, Gabriela Bahrim, Petru Alexe, Stefan Dima., 2014, “*Encapsulation of Coriander essential oil in Beta-Cyclodextrin: Antioxidant and antimicrobial properties*”, Romanian Biotechnological Letters, 19(2) 9128-9140.

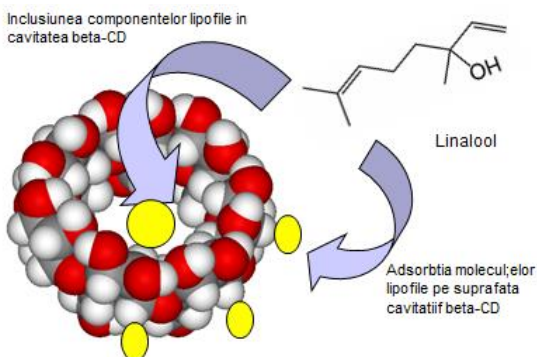


Figura 5.24  
Incluziunea componentelor lipofile în  $\beta$ -Ciclodextrină

Prin incluziunea uleiului esențial de coriandru și ienibahar în  $\beta$ -CD s-au obținut două pudre fine de culoare albă. Din tabelul 5.9 se observă că raportul optim Ulei esențial/  $\beta$ -CD este de 15:85 pentru care s-au obținut valori maxime atât pentru gradul de retenție cât și pentru eficiența incluziunii. Uleiul de ienibahar este reținut mai mult decât cel de coriandru.

Tabelul 5.9. Eficiența incluziunii (EI) și retenția (R) uleiurilor esențiale de coriandru și enibahar în  $\beta$ -CD

Complex ulei esențial / $\beta$ -CD	Raport masic Ulei esențial / $\beta$ -CD	Masa inițială de $\beta$ -CD +Ulei esențial (g)	Masa de complex de incluziune ulei esențial/ $\beta$ -CD (g)	Masa de ulei esențial inclus în $\beta$ -CD ( $m_1 - m_2$ ) (mg)	Eficiența incluziunii (EI) mgUlei/g $\beta$ -CD	Retenția uleiului esențial în $\beta$ -CD (%)
G1	15:85	5,786	5,455	598±0,87	122±1,23	94,23±0,49
H1	20:80	6,157	5,675	515±2,13	105±1,48	92,18±0,74
G2	15:85	5,462	4,575	482±1,76	133±1,11	96,76±0,43
H2	20:80	6,157	5,675	515±2,13	118±1,48	93,32±0,76

Analiza morfologică a complexului Ulei esențial/ $\beta$ -CD s-a realizat prin microscopie cu scanare electronică SEM. În figura 5.26 sunt reprezentate imaginile SEM ale  $\beta$ -CD și complexului Ulei esențial/  $\beta$ -CD. Prin compararea imaginilor obținute la aceeași magnitudine (x2000) se observă o creștere a dimensiunii particulelor în cazul raportului 15:85 (Fig. 5.26c), ceea ce explică gradul de încărcare ridicat al  $\beta$ -CD cu ulei de coriandru, comparativ cu dimensiunea particulelor corespunzătoare raportului 20:80 (Fig.5.26b) cu un grad de încărcare mai scăzut, respectiv cu dimensiunea particulelor de  $\beta$ -CD neîncărcate (Fig. 5.26a).

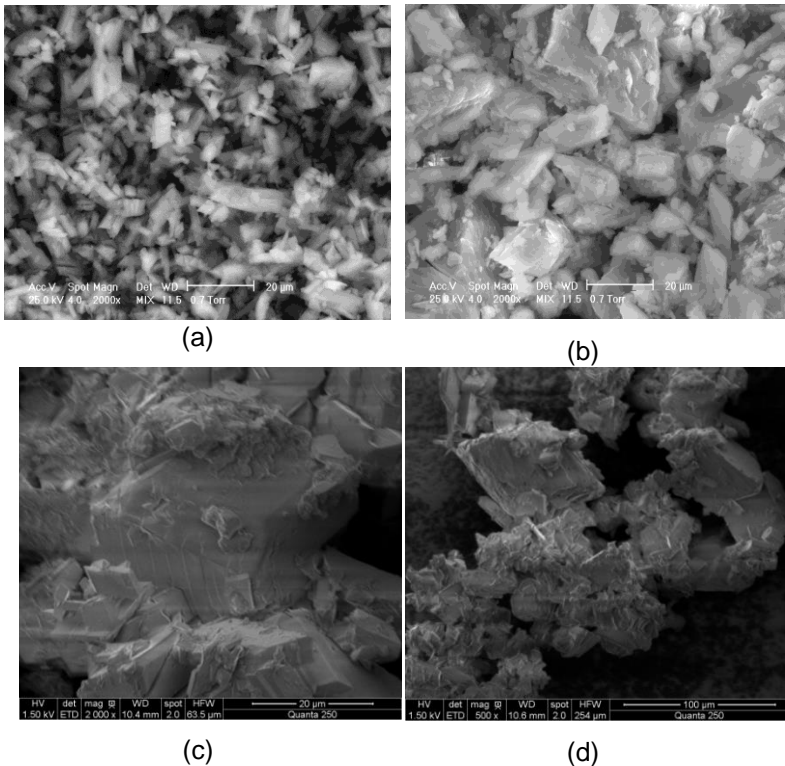


Figura 5.26

Imagini SEM ale  $\beta$ -CD și ale complexșilor de incluziune Ulei esențial/ $\beta$ -CD: a)  $\beta$ -CD fără ulei esențial solubilizată în apă/etanol și recristalizată; b) complex Ulei esențial de coriandru/  $\beta$ -CD pentru raportul Ulei:  $\beta$ -CD 20:80; c) complex Ulei esențial de coriandru/  $\beta$ -CD pentru raportul Ulei:  $\beta$ -CD 15:85; d) complex Ulei esențial de ienibahar/  $\beta$ -CD pentru raportul Ulei:  $\beta$ -CD 15:85 [215]

Pentru studiul eliberării uleiurilor esențiale din  $\beta$ -CD s-a determinat uleiul total existent în pudra de complex Ulei esențial/ $\beta$ -CD (din cavitate și de pe suprafața exterioră cavității), care s-a eliberat la anumite perioade de timp. Curbele cinetice arată că în primele zile ale experimentelor se observă o eliberare rapidă a uleiului esențial, datorită

desprinderii moleculelor adsorbite pe suprafața exterioară a cavității.

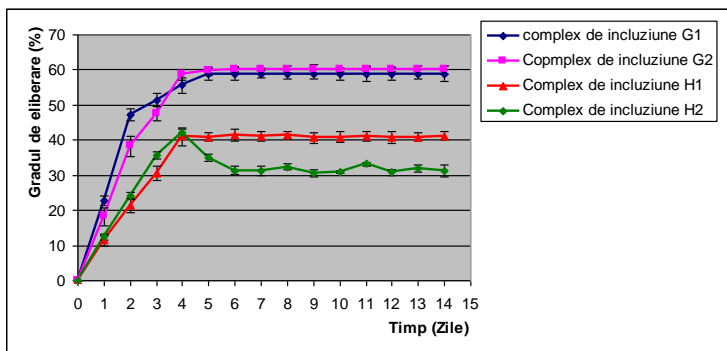


Figura 5.28

Curbele cinetice ale eliberării uleiului esențial de coriandru din complexul de incluziune (G1, G2) și a uleiului esențial de enibahar (H1, H2) la temperatura de 20°C și pH 5.5

Curbele cinetice privind eliberarea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de enibahar din  $\beta$ -CD, arată că în prima perioadă de eliberare procesul de difuzie are loc după o cinetică de ordinul zero (Fig. 5.28).

#### 5.4. Încapsularea uleiului esențial de coriandru în microcapsule de alginat/chitozan/inulină, prin metoda uscării prin pulverizare (Spray drying)

**Scopul** acestui studiu îl reprezintă caracterizarea microcapsulelor încărcate cu ulei esențial de coriandru preparate prin metoda spray drying, folosind ca material încapsulant chitozanul, alginatul și inulina.

##### **Obiective:**

- stabilirea compoziției materialului încapsulant și prepararea emulsiilor U/A stabile;
- caracterizarea proprietăților reologice ale emulsiilor U/A;
- stabilirea parametrilor tehnici de preparare a microcapsulelor prin metoda uscării prin pulverizare (spray drying);

- caracterizarea proprietăților de curgere a pudrei cu ulei esențial de coriandru;
- studiul umectabilității și solubilității pudrei cu ulei esențial de coriandru;
- realizarea unui studiu cinetic al proceselor de umflare și eliberare a uleiului esențial de coriandru în condiții diferite de pH și temperatură.
- stabilirea influenței inulinei asupra caracteristicilor microcapsulelor încărcate cu ulei esențial de coriandru.

**Rezultatele acestui studiu au făcut obiectul prezentării orale a lucrării: Cristian Dima et al.2014, *Kinetics of swelling process and release mechanism of coriander sativum L essential oil from chitosan/alginate/inulin microcapsules in water*, la Conferința Internațională 8<sup>th</sup>International Conference on Water in Food, secțiunea Water and food stability and safety, organizată sub egida revistei Food Chemistry, Timișoara 25-27 mai, Book of Abstract, pp.26.**

Procesul de pulverizare-uscare s-a realizat cu aparatul Buchi minispraydryier (Model B-191, Büchi Laboratoriums-Technik, Germania), în următoarele condiții : debitul gazului în atomizor 360 L/h ; debitul gazului de uscare 30L/h ; debitul materialului încapsulant 10 L/h, temperatura interioară 120°C, temperatura exterioară 70°C. Calitatea emulsiilor reprezintă unul dintre factorii importanți care influențează reținerea uleiurilor în timpul procesului de uscare prin pulverizare. Emulsiile U/A stabile s-au preparat în două etape : mai întâi s-au preparat macroemulsiile, apoi acestea au fost ultrasonate și s-au obținut emulsii fine În tabelul 5.10 se arată dimensiunea picăturilor de ulei ale emulsiilor fine, măsurate după două ore de la preparare și caracteristicile microcapsulelor cu ulei esențial de coriandru. Rezultatele testelor reologice oscilatorii explică proprietățile vâscoelastice ale emulsiilor preparate. Pentru toate emulsiile s-a observat o creștere a modulilor dinamici și o scădere a unghiului de fază în funcție de creșterea frecvenței.

Tabelul 5.10. Compoziția emulsiilor U/A cu ulei esențial de coriandru și caracteristicile microcapsulelor încărcate cu ulei esențial de coriandru (UEC)

EMULSII CU UEC					MICROCAPSULE CU UEC					
Cod	Compoziția emulsiilor (g/100)				Dimensiune picături (μm)	Cod	Dimensiune (μm)	Rândament (%)	W <sub>suprafață</sub> (g/100g microcapsules)	Eficiența încapsulării EE (%)
	Ch	Al	In	U						
E <sub>Ch</sub>	20	-	-	5	1,12±0,08	M <sub>Ch</sub>	9,87±0,76	58,89±2,78	14,38±0,62	54±2,15
E <sub>Alg</sub>	-	20	-	5	1,86±0,05	M <sub>Alg</sub>	9,36±0,21	69,34±1,65	8,74±0,36	63±3,63
E <sub>Ch-Alg</sub>	10	10	-	5	1,32±0,01	M <sub>Ch-Alg</sub>	10,28±0,47	67,12±2,59	10,76±0,47	59±1,73
E <sub>Ch-In</sub>	10	-	10	5	1,67±0,02	M <sub>Ch-In</sub>	14,86±0,64	63,56±3,42	11,63±0,52	51±3,12

Studiile de umflare au arătat că pătrunderea apei în microcapsule este puternic influențată de natura materialului încapsulant și de condițiile mediului de umflare (pH, tăria ionică și temperatura). Potrivit figurii 5.35 la pH 2,5, capacitatea de umflare cea mai scăzută o au microcapsulele M<sub>Alg</sub>, deoarece la acest pH, grupările carboxil ale acizilor uronici din alginatul de sodiu devin neionizate, iar o parte din alginatul de sodiu se poate transforma în acid alginic, care are o solubilitate scăzută în apă.

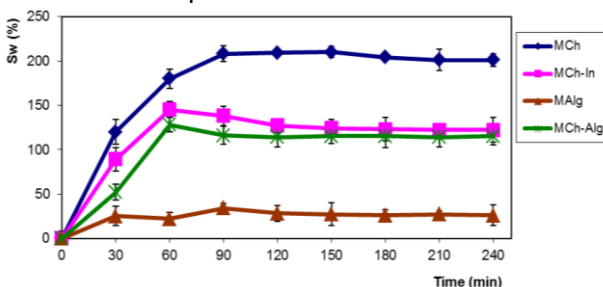


Figura 5.35. Curbele cinetice ale procesului de umflare a microcapsulelor cu chitozan/alginat/inulină încărcate cu ulei esențial de coriandru, la pH 2,5 și temperatura de 37°C

Studiul eliberării uleiului esențial de coriandru din microcapsule pe bază de chitozan/alginat/inulină s-a făcut în condiții de pH și temperatură care simulează condițiile de procesare a produselor alimentare sau condițiile tractului gastro intestinal. Astfel, s-a studiat eliberarea uleiului esențial de coriandru din microcapsule de chitozan/alginat/inulină la pH scăzut (pH 2,5) întâlnit în stomac și pH 6,5, specific intestinului, și produselor din carne. Cele două temperaturi la care s-a studiat eliberarea uleiului esențial de coriandru au fost 37°C, specifică corpului uman și 65°C întâlnită la procesarea produselor din carne.

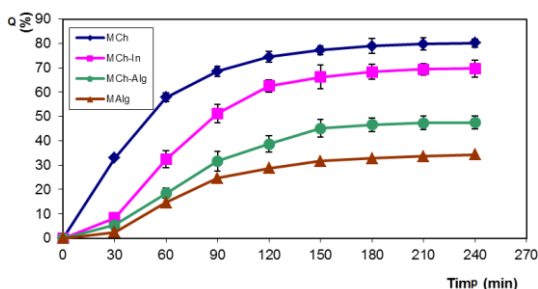


Figura 5.37

Curbele cinetice ale procesului de eliberare *in vitro* a uleiului esențial de coriandru din microcapsule cu chitozan/alginat/inulină încărcate cu ulei esențial de coriandru, la pH 2,5 și temperatura de 37°C

După cum se arată în figura 5.37 curba cinetică de eliberare a uleiului esențial de coriandru din microcapsule M<sub>Ch</sub>, în soluție tampon fosfat, la pH 2,5 și 37°C, are două sectoare cu pante diferite.

Primul segment corespunde etapei de eliberare rapidă (burst effect), când după 60 de minute se eliberează mai mult de jumătate din cantitatea de ulei esențial de coriandru încapsulată (57,78±1,78%), urmată de o creștere lentă a ratei de eliberare, până la o valoare constantă pe care o are după 120 minute. Eliberarea rapidă se datorează, prezenței unui conținut ridicat de ulei pe suprafața microcapsulelor, și ratei de umflare a microcapsulelor.



## 5.5. Concluzii parțiale

- s-au preparat 20 de tipuri de microcapsule, dintre care 12 tipuri de microcapsule au fost încărcate cu ulei esențial de coriandru și 8 tipuri de microcapsule au fost încărcate cu ulei esențial de ienibahar;
- prin optimizarea parametrilor, emulsiile cele mai stabile, care au asigurat o eficiență a încapsulării maxime conțin: 30% ulei esențial, 2% material încapsulant și 1-1,5% surfactant (m/m); emulsiile fine s-au preparat prin ultrasonare timp de 15 minute la o amplitudine de 30%;
- morfologia microcapsulelor a fost determinată prin microscopie optică și prin microscopie electronică (SEM). Imaginile obținute au evidențiat atât microstructura suprafețelor exterioare, cât și microstructura domeniilor interioare ale microcapsulelor; s-a arătat că morfologia microcapsulelor depinde de metoda și tipul de materiale încapsulante folosite;
- s-a studiat variația gradului de umflare a microcapsulelor în diferite condiții de pH (2,5, 4,0; 5,5; 6,5) și temperatură (20<sup>0</sup>, 37<sup>0</sup>C, 75<sup>0</sup>C sau 80<sup>0</sup>C). Gradul de umflare al microcapsulelor depinde de metoda de încapsulare, tipul materialului încapsulant și condițiile mediului de umflare. Rezultatele arată că la pH scăzut (2,4-5,5) gradul maxim de umflare îl prezintă microcapsulele cu chitozan sau cu un conținut ridicat de chitozan, iar la pH ridicat (6,5) gradul maxim de umflare îl prezintă microcapsulele cu alginat sau cu un conținut mai ridicat de alginat;
- s-a realizat un studiu cinetic privind eliberarea uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar din microcapsulele preparate; rata de eliberare a uleiurilor esențiale depinde de următorii factori: materialul încapsulant, pH-ul sistemului, temperatura și este în acord cu variația gradului de umflare a microcapsulelor.

## Capitolul 6. Studiul activității antioxidante a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar în stare liberă și microîncapsulată

În cercetările noastre privind studiul activității antioxidante a uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar în stare liberă și încapsulată, s-au folosit două tipuri de metode: metode care au la bază captarea de radicali liberi (radicali DPPH și anionul radical superoxid) și metode care au la bază formarea de produși de oxidare (metoda TBARS).

Din figura 6.2 se observă că la concentrații de 50  $\mu\text{g/mL}$ , procentele de inhibiție a radicalilor DPPH în cazul uleiurilor esențiale libere sunt cele mai mari și comparabile cu cele ale probelor martor. Astfel uleiul de ienibahar liber a manifestat un procent de inhibiție de  $88,36 \pm 2,25\%$ , uleiul esențial de coriandru  $79,15 \pm 2,25\%$ ; comparativ cu BHT ( $85,35 \pm 1,78\%$ ) și AcAsc ( $71,78 \pm 2,15\%$ ). Pentru uleiurile esențiale microîncapsulate activitatea antioxidantă a variat între 40% pentru microcapsulele (D1-D2) și 55% pentru sistemele de incluziune în  $\beta$ -CD. De remarcat este faptul că în toate cazurile activitatea antioxidantă în raport cu radicalul DPPH s-a corelat cu gradul de eliberare a uleiului din microcapsule.

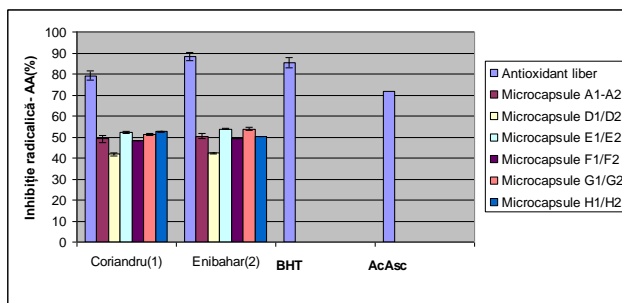


Figura 6.2

Variația activității antioxidante a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate, la concentrație de 50  $\mu\text{g/mL}$ , pH 5,5, după 60 de minute

## 6.5 Concluzii parțiale

- acțiunea antioxidantă a uleiurilor esențiale libere se manifestă mai rapid decât cea a uleiurilor esențiale microîncapsulate;
- gradul de inhibiție manifestat de uleiurile esențiale microîncapsulate, asupra radicalilor liberi proveniți din degradarea acidului linoleic este în strânsă corelație cu gradul de eliberare a uleiurilor din microcapsule
- rezultatele ceretărilor conduc la concluzia generală potrivit căreia, folosirea uleiurilor esențiale în stare microîncapsulată poate asigura o bună funcționalitate produselor alimentare.

## Capitolul 7. Activitatea antimicrobiană a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate

Pentru determinarea activității antimicrobiene a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate s-au folosit următoarele microorganisme:

Bacterii: *Bacillus subtilis* MIUG B106B, *Bacillus cereus* MIUG B107B,

Fungi: *Rhodotorula glutinis* MIUG D7, *Candida utilis* MIUG D8, *Saccharomyces cerevisiae* MIUG D9, *Aspergillus niger* MIUG M5, *Penicillium glaucum* MIUG M9, *Geotrichum candidum* MIUG D18 aparținând Colecției de Microorganisme (acronim MIUG), Universitatea „Dunărea de Jos”, Galați. Culturile stoc s-au conservat prin menținerea celulelor pe mediu specific solidificat, sub ulei de parafină steril, la temperatura de 4°C.

Bacterii patogene: Testele pe *Escherichia coli*, *Salmonella* sp. și *Staphylococcus aureus* s-au realizat la Laboratorul de analize medicale din Spitalul Județean „Sfântul Apostol Andrei” din Galați.

Analizând datele obținute se constată efectul puternic inhibitor al uleiului esențial de coriandru față de cel de ienibahar. Uleiul esențial de ienibahar a prezentat o activitate antifungică mai slabă, dar o bună activitate antibacteriană față de microorganismului indicator *B. cereus*.

De asemenea, s-a observat că uleiurile esențiale încapsulate în microcapsule obținute prin gelifiere ionotropă, cu 33% chitozan manifestă acțiune antimicrobiană comparativ cu uleiurile libere datorită activității antimicrobiene a chitozanului. Aceste rezultate au fost arătate și de alți cercetători. Complexul de incluziune cu beta-ciclodextrină, care au conținut un amestec de ulei de coriandru:ulei de ienibahar 1:1 (m/m) a indicat un potențial antimicrobian ridicat față de *P. glaucum* MIUG M9 și *B. cereus* MIUG B107B comparativ cu *C. utilis* MIUG D8 (2,0 mm) și *S. cerevisiae* MIUG D9 (1,0 mm).

Uleiul esențial de coriandru a prezentat cel mai intens efect antimicrobian față de microorganismele testate. S-au obținut valori apropiate ale diametrului zonei de inhibiție de 17-18 mm în cazul tulpinilor de *Salmonella spp.* și *Escherichia coli*. Se observă, de asemenea, că uleiul esențial de ienibahar nu prezintă efect antibacterian față de bacteriile patogene testate.

## **Capitolul 8. testarea uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și microîncapsulate la obținerea unor preparate din carne**

**Scopul** acestui studiu îl reprezintă obținerea unui produs din carne tip șuncă cu uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar încapsulate în  $\beta$ -ciclodextrină. În acest sens s-au avut în vedere următoarele obiective:

- stabilirea rețetelor tehnologice de obținere a produsului din carne tip șuncă cu uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar încapsulate în  $\beta$ -ciclodextrină.
- stabilirea parametrilor tehnologici în vederea obținerii produsului din carne tip șuncă pe bază de uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar încapsulate în  $\beta$ -ciclodextrină.
- analiza comparativă a caracteristicilor fizico-chimice și microbiologice ale produsului din carne tip șuncă obținut cu uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate în  $\beta$ -ciclodextrină.
- analiza comparativă a caracteristicilor senzoriale ale produsului din carne tip șuncă obținut cu uleiuri

esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate în  $\beta$ -ciclodextrină.

Principalele etape de obținere a produsului tip Șuncă sunt: recepția materiilor prime, masarea (tamblerezarea), tratamentul termic, răcirea și depozitarea (Fig. 8.1).

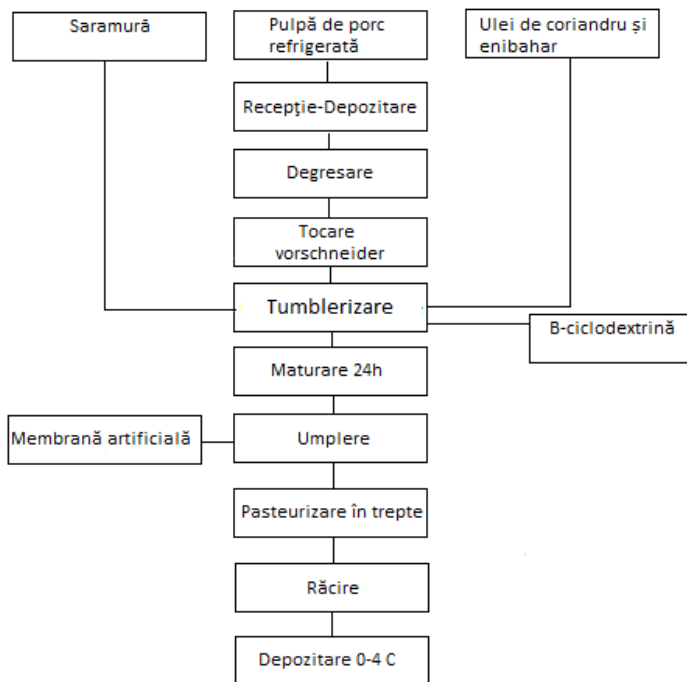


Figura 8.1

*Schema tehnologică de obținere a produsului din carne tip Șuncă cu uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate în  $\beta$ -ciclodextrină*

Pentru produsul din carne tip Șuncă au fost realizate determinări fizico-chimice și microbiologice din 7 în 7 zile, pe întreaga perioadă de depozitare care a fost de 28 de zile. Analizele fizico-chimice ale produselor din carne tip Șuncă au arătat faptul că starea în care se folosesc uleiurile esențiale (libere sau încapsulate) influențează doar pH-ul și activitatea antioxidantă exprimată prin indicele TBA. Din figura 8.6 se observă că în prima zi de depozitare, proba martor P<sub>0</sub> manifestă un grad ridicat de oxidare a lipidelor, exprimat printr-o valoare ridicată a conținutului de aldehydă malonică (0,3759±0,021 mg/Kg), în comparație cu proba P<sub>1</sub> (0,1782±0,028), care conține amestecul de uleiuri esențiale în stare liberă. Faptul că pentru fiecare probă (P<sub>2</sub>, P<sub>3</sub>, P<sub>4</sub>), scăderea conținutului de aldehydă malonică după șapte zile de depozitare, nu este semnificativă (p >0,05) explică eliberarea lentă a uleiurilor esențiale din complexul β-CD.

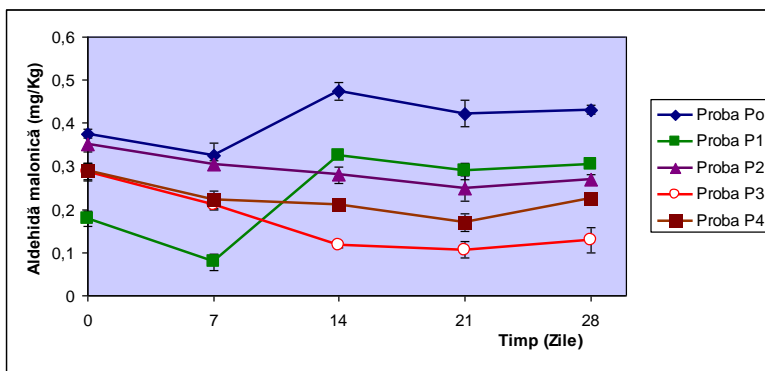


Figura 8.6  
 Variația oxidării lipidelor din produsul tip Șuncă  
 cu amestec de ulei esențial de coriandru și ienibahar liber și  
 microîncapsulat

Analiza senzorială a produsului din carne tip Șuncă s-a efectuat în laboratorul de Analize Senzoriale din cadrul Facultății Știința și Ingineria Alimentelor. Analiza senzorială s-a făcut pe un grup de 20 paneliști (10 fete și 10 baieti), studenți din cadrul facultății, care au fost instruiți în timpul cursului de analiză senzorială conform unui protocol de lucru după modelul lui Moskowitz. În timpul celor 28 zile (Fig.8.11) de depozitare nu s-au observat diferențe majore privind percepția mirosului și gustului de coriandru/ienibahar pentru produsele P<sub>1</sub> și P<sub>3</sub>, aceste caracteristici rămânând constante astfel: pentru produsul P<sub>3</sub> (miros de coriandru < gust de coriandru; miros de ienibahar < gust de ienibahar) datorită folosirii uleiurilor esențiale de coriandru/ienibahar în sistem încapsulat; pentru produsul P<sub>1</sub> (miros de coriandru ≥ gust de coriandru; miros de ienibahar ≥ gust de ienibahar) datorită folosirii uleiului esențial de coriandru/ienibahar în stare liberă și a impermeabilității membranei.

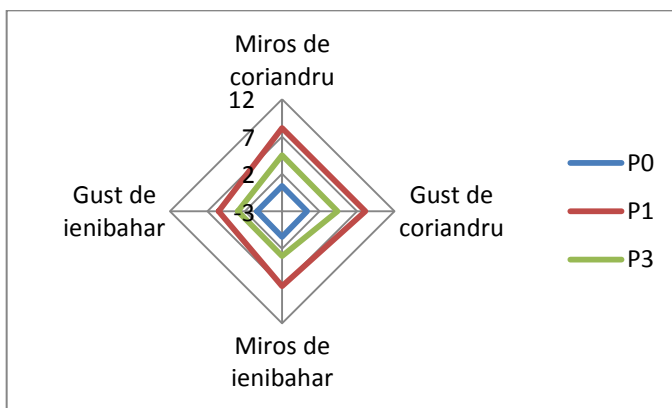


Figura 8.11

Profilul senzorial al produselor din carne tip Șuncă (P0, P1 și P3) cu ulei esențial de coriandru și ienibahar liber și microîncapsulat după 28 de zile de depozitare



Figura 8.13  
Produsul P<sub>3</sub> în secțiune pe întreaga perioadă de depozitare

## 8.8. Concluzii parțiale

- doza optimă de  $\beta$ -CD complexată cu amestec de uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar a fost cea corespunzătoare de 0,2 g/Kg carne, în acord cu Standardele internaționale privind folosirea ciclodextrinelor în alimente;
- uleiurile esențiale de coriandru și ienibahar pot duce la prelungirea termenului de valabilitate a unui produs din carne de tip Șuncă cu un conținut scăzut de sare, nitrit și tripolifosfat;
- uleiurile esențiale de coriandru și ienibahar au gust și miros foarte puternic înțepător, care ar putea respinge consumatorii; din acest motiv, folosirea acestor uleiuri cu scopul de a mări perioada de valabilitate, fără ca produsul să fie respins de către consumator, pe criteriile senzoriale, încapsularea în  $\beta$ -CD poate fi o metodă de diminuare a acestor neajunsuri.



## Capitolul 9. Concluzii generale, contribuții personale și perspective

Pe baza rezultatelor obținute în cadrul cercetărilor privind obținerea preparatelor din carne cu folosirea unor sisteme naturale microîncapsulate se desprind următoarele concluzii:

- Extractele naturale, în principal uleiurile esențiale, datorită compoziției chimice complexe, constituie o alternativă la aditivii sintetici, și contribuie la obținerea unor alimente sigure, cu efecte benefice asupra sănătății consumatorilor;
- Uleiurile esențiale de coriandru și de ienibahar se folosesc la prepararea produselor din carne, acționând ca substanțe de aromă, antioxidanți și conservanți;
- Uleiurile esențiale de coriandru și ienibahar folosite în experimente s-au extras și caracterizat în laboratoarele de analiză din Facultatea de Știința și Ingineria Alimentelor din Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați;
- În scopul funcționalizării uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar s-a realizat încapsularea acestora în diferite tipuri de microcapsule. Prin analiza rezultatelor obținute se pot formula următoarele concluzii:
  - la încapsularea uleiului esențial de coriandru și a uleiului esențial de ienibahar s-au folosit patru metode: gelifiere ionotropă externă, coacervare complexă, incluziune moleculară în  $\beta$ -ciclodextrină și uscare prin pulverizare (spray drying);
  - s-au preparat 20 de tipuri de microcapsule, dintre care 12 tipuri de microcapsule au fost încărcate cu ulei esențial de coriandru și 8 tipuri de microcapsule au fost încărcate cu ulei esențial de ienibahar;
  - la prepararea microcapsulelor s-au folosit ca materiale încapsulante substanțe „food grade”, recunoscute ca materiale sigure pentru prepararea alimentelor și medicamentelor

- (GRAS), precum: alginatul de sodiu, chitozanul, k-carageenanul și  $\beta$ -ciclodextrina;
- s-a studiat variația gradului de umflare a microcapsulelor în diferite condiții de pH (2,5, 4,0; 5,5; 6,5) și temperatură (20<sup>0</sup>, 37<sup>0</sup>C, 75<sup>0</sup>C sau 80<sup>0</sup>C). Gradul de umflare al microcapsulelor depinde de metoda de încapsulare, tipul materialului încapsulant și condițiile mediului de umflare. Rezultatele arată că la pH scăzut (2,4-5,5) gradul maxim de umflare îl prezintă microcapsulele cu chitozan sau cu un conținut ridicat de chitozan, iar la pH ridicat (6,5) gradul maxim de umflare îl prezintă microcapsulele cu alginat sau cu un conținut mai ridicat de alginat;
  - studiul cinetic privind eliberarea uleiurilor esențiale de coriandru și enibahar din microcapsulele preparate a arătat că rata de eliberare a uleiurilor esențiale depinde de următorii factori: materialul încapsulant, pH-ul sistemului, temperatura și este în acord cu variația gradului de umflare a microcapsulelor;
  - Activitatea antioxidantă a uleiurilor esențiale libere și încapsulate s-a determinat prin două tipuri de metode: captarea radicalilor liberi (DPPH, anionul radical superoxid) și monitorizarea aldehidei malonice într-un sistem model acid linoleic/apă (metoda TBA);
  - S-a demonstrat, efectul puternic inhibitor al uleiului esențial de coriandru comparativ cu uleiul esențial de ienibahar față de microorganismele: *Aspergillus niger*, *Bacillus cereus*, *Saccharomyces cerevisiae*, *Escherichia coli*, *Salmonella spp.* și *Staphylococcus aureus*;
  - S-au stabilit rețetele tehnologice pentru prepararea a patru produse din carne tip Șuncă pe bază de uleiuri esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate în  $\beta$ -CD;
  - Produsele obținute au fost analizate fizico-chimic, microbiologic și senzorial, iar rezultatele analizelor sunt în acord cu Standardele specifice produselor din carne tip Șuncă;

## 9.2. Contribuții personale și perspective ale dezvoltării cercetărilor

Rezultatele cercetărilor realizate în cadrul studiului privind obținerea preparatelor din carne cu folosirea unor sisteme naturale microîncapsulate sunt în acord cu cele menționate în literatura de specialitate și reprezintă o contribuție originală în următoarele direcții:

- stabilirea parametrilor optimi de extracție cu CO<sub>2</sub> supercritic a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar;
- optimizarea parametrilor fizico-chimici și tehnologici de preparare a emulsiilor U/A și proiectarea experimentelor folosind metoda factorială de tip 3<sup>4</sup>, cu aplicarea modelului Box-Behnken;
- studiul interacțiunilor fizico-chimice ale sistemelor de biopolimeri folosiți ca materiale încapsulante: chitozan-alginat; chitozan-k-carageenan; chitozan-inulină;
- prepararea și caracterizarea unor microcapsule pH sensibile;
- studiul cinetic al procesului de eliberare a uleiurilor esențiale din microcapsule preparate pe bază de biopolimeri;
- evaluarea comparativă a activității antioxidante și antimicrobiene a uleiurilor esențiale de coriandru și ienibahar libere și încapsulate în diferite matrici hidrofile;
- proiectarea și prepararea unor produse inovative din carne pe bază de uleiuri esențiale microîncapsulate.

Rezultatele obținute în cadrul acestui studiu pot constitui premise ale unor cercetări viitoare, care să urmărească:

- studiul acțiunii biologice a unor amestecuri de uleiuri esențiale în vederea stabilirii sinergismului dintre componente;
- extracția uleiurilor esențiale prin metode mai puțin agresive asupra mediului;
- folosirea uleiurilor esențiale libere și încapsulate ca biopesticide;

- folosirea uleiurilor esențiale încapsulate sau imobilizate în filme, la fabricarea ambalajelor active pentru produsele alimentare;
- folosirea unor materiale încapsulante cu proprietăți funcționale sporite care să asigure eliberarea controlată a uleiurilor esențiale;
- studiul impactului micro și nanocapsulelor asupra sănătății umane și a mediului înconjurător.

## **Lista lucrărilor științifice publicate și prezentate**

### **A. Lucrari publicate in reviste indexate (ISI)**

1. **Cristian Dima**, Mihaela Cotarlet, Petru Alexe, Stefan Dima., (2014), *Microencapsulation of essential oil of pimento [Pimenta dioica (L) Merr.] by chitosan/k-carrageenan complex coacervation method*, Innovative Food Science and Emerging Technologies, (20) 203-211 (Factor de Impact 2,528).
2. **Cristian Dima**, Mihaela Cotarlet, Balaies Tiberius, Gabriela Bahrim, Petru Alexe, Stefan Dima., (2014), *Encapsulation of Coriander essential oil in Beta-Cyclodextrin: Antioxidant and antimicrobial properties*, Romanian Biotechnological Letters, 19(2) 9128-9140. (Factor de Impact 0,363).
3. Ștefan Dima, **Cristian Dima**, Gabriela Iordăchescu., (2014), *Encapsulation of Functional Lipophilic Food and Drug Biocomponents*, Food Engineering Reviews, (Factor de Impact 3,036) (în recenzie).

### **B. Lucrari publicate in reviste indexate (BDI)**

1. **Cristian Dima**, Gigi Coman, Mihaela Cotarlet, Petru Alexe, Stefan Dima., (2013), *Antioxidant and antibacterial properties of capsaicine microemulsions*, The Annals of the University Dunarea de Jos of Galati, Fascicle VI-Food Technology, 37(1), 39-49.
2. **Cristian Dima**, Romică Crețu, Petru Alexe.,(2013) *Microencapsulation of coriander oil using complex*

*coacervation method*, Scientific Study & Research - Chemistry & Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry, 14(3), 155-162.

3. Romica Cretu, **Cristian Dima**, Gabriela Bahrim, Stefan Dima., (2011), *Improved solubilization of curcumin with a microemulsification formulation*, The annals of the University Dunarea de Jos of Galati, fascicle VI-Food Technology, 35(2), 46-55.
4. Gitin,L., Stoica, M., **Dima, C.**, Alexe, P. (2013), *Unconventional techniques for the extraction of bioactive compounds from various plants*, Journal of Agroalimentary Processes and Technologies, 19(2), 204-207.
5. Petru Alexe, **Cristian Dima.**, (2014), *Microencapsulation in food products*, AGROLIFE SCIENTIFIC JOURNAL, 3(1) 9-14.

### **C. Participări conferințe internaționale**

1. **Cristian Dima**, Livia Patrascu, Alina Cantaragiu, Petru Alexe, Stefan Dima., „*Kinetics of swelling process and release mechanism of coriander sativum L essential oil from chitosan/alginate/inulin microcapsules in water*”, prezentare orală, 8<sup>th</sup>International Conference on Water in Food, secțiunea Water and food stability and safety, 25-27 mai 2014, Timisoara, Book of Abstracts, pp.26, ISBN 978-606-569-796-6.
2. Petru Alexe, **Cristian Dima.**, “*Microencapsulation in food products*”, Conferința Internațională ”Agriculture for Life-Life for Agriculture”, prezentare orală, secțiune Biotehnologii, 5-7 iunie, București 2014.
3. **Cristian Dima** , Mihaela Cotarlet , Petru Alexe , Stefan Dima, “*Microencapsulation of Pimenta dioica essential oil by k-carrageenan-chitosan complex coacervation method*”, prezentare poster, International Conference “From Model Foods to Food Models”, 24-

- 26 iunie 2013, Nantes, **France**, Book of Abstracts, pp.66, ISBN 978-6379-21-2.
4. **Cristian Dima**, Gitin Liliana, Petru Alexe, Stefan Dima, 2013, "*Encapsulation of coriander essential oil in alginate and chitosan microspheres by emulsification external gelation method*", prezentare poster, InsideFood Symposium, 9-12 aprilie 2013, Leuven, **Belgium**, Book of Abstracts, pp. 50, articol publicat in proceedings <http://www.insidefood.eu/proceedings.awp>.
  5. **Cristian Dima**, Gitin Liliana, Alexe Petru, Dima Stefan, 2012, "*Maximizing the health benefits of functional foods through microencapsulation techniques*", prezentare poster, International Conference "Modern Technologies in the Food Industry", 1-3 octombrie 2012, **Chisinau**, Volume I, pp.340, ISBN 978-9975-80-645-9.
  6. Gitin, L., Stoica, M., **Cristian Dima**, Alexe, P. "*Unconventional techniques for the extraction of bioactive compounds from various plant*", The 4<sup>th</sup> International Conference on Food Chemistry, Engineering & Technology, May 30-31, 2013, Timisoara, **Romania**, Book of Abstracts, pp.185, ISSN 2343-9459.
  7. **Cristian Dima**, Petru Alexe, Stefan Dima, "*Essential oils microcapsules: Preparation, delivery, innovation and incorporation in meat products*", prezentare orală, International Workshop "Challenges in food chemistry", 31 mai-1 iunie 2013, Constanta, **Romania**, Book of Abstracts, pp.19-20, ISBN 978-973-674-777-7.
  8. **Cristian Dima**, Maria Popescu, Petru Alexe, Stefan Dima, "*Etude de l'activite anti-oxydante de la capsaicine dans des systemes disperses heterogenes*", prezentare poster, 7<sup>ème</sup>. Colloque Franco-Roumain de Chimie. Appliquée – **COFrRoCA 2012**, 27-29 iunie 2012, Bacău, **Romania**, pp.32-33, ISSN 2068-6382.

9. **Cristian Dima**, Romica Cretu, Petru Alexe, Stefan Dima, “*Microencapsulation of coriander oil using complex coacervation method*”, prezentare poster, Conferința Internațională de Științe Aplicate (CISA), 24 – 27 aprilie 2012, Bacău, **Romania**.

#### **D. Participari conferințe naționale**

1. **Cristian Dima**, Mihaela Cotarlet, Gabriela Bahrim, Balaies Tiberiu, Petru alexe, Stefan Dima, “*Encapsulation of Coriander Essential Oil in Beta-Cyclodextrin: Antioxidant and Antimicrobial Properties*”, prezentare orală, Conferința Științifică a Școlilor Doctorale din UDJ Galați, 16-17 mai (2013), **Galati**, Book of Abstracts, pp.28.

#### **E. Competiții naționale și internaționale**

1. **Cristian Dima**, Andrei Sorin Bolocan, “*Danubian Dietetic Salami*”, locul I - faza națională, ECOTROPHELIA, iulie 2012, **Galati**.
2. **Cristian Dima**, Andrei Sorin Bolocan, “*Danubian Dietetic Salami*”, participare faza internațională, ECOTROPHELIA, octombrie 2012, **Paris**.  
<http://www.ecotrophelia.eu/wp-uploads/Fiches-2012web.pdf>

#### **Bibliografie selectivă**

Bakkali, F., Averbeck S., Idaomar M., *Biological effects of essential oils – A review*, Food and Chemical Toxicity, 46 (2008) 446-475.

Burt, S., *Essential oils: Their antimicrobial properties and potential application in foods – A review*, International Journal of Food Microbiology, 94 (3) (2004) 223-253.

Grosso, C., Ferraro, V., Figueiredo, A. C., Barroso J. G., Coelho, J. A., & Palavra, A. M. *Supercritical carbon dioxide extraction of volatile oil from Italian coriander seeds*, Food Chemistry, 111 (2008) 197–203.

Teixeira, D., Leme, M.C., Delarmelina, E.E., Soares, C., Figueira, A.A., Sartoratto, A. *Activity of essential oils from Brazilian medicinal plants on Escherichia coli*. Journal of Ethnopharmacology, 111 (2007) 197–201.

Jirovetz, L., Buchbauer, G., Stoilova, I., Krastanov, A., Stoyanova, A., Schimdt, E. *Spice Plants: Chemical composition and antioxidant properties of Pimenta Lindl. Essential oils, Part 1: Pimenta dioica (L.) Merr., leaf oil from Jamaica*. ErNahrung/Nutrition, 2 (2007) 55-62.

Dussault, D., Dang Vu, K., Lacroix M., *In vitro evaluation of antimicrobial activities of various commercial essential oils, oleoresin and pure compounds against food pathogens and application in ham*. Meat Science, 96 (2014) 514-520.

Gutierrez, J., Rodriguez, G., Barry-Ryan, C., Bourke, P. *Efficacy of plant essential oils against food borne pathogens and spoilage bacteria associated with ready-to-eat vegetables: Antimicrobial and sensory screening*. Journal of Food Protection, 71(9) (2008) 1846–1854.

Burdock, A. G., Carabin, G. I. *Safety assessment of coriander (Coriandrum sativum L.) essential oil as a food ingredient*. Food and Chemical Toxicology, 47 (2009) 22–34.

Zuidam, J. N., Shimoni E. *Overview of Microencapsulation for Use in Food Product or Processes and Methods to Make Them*. *Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing*. Edited by N. J. Zuidam and V. A. Nedović, Springer: Dordrecht, The Netherlands, (2009) 3-30.

Champagne, P. C., Fustier, P. *Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods*. Current Opinion in Biotechnology 18 (2007) 184-190.

Tomović, M. V., Jokanović, R. M., Petrović, S. L., Tomović, S. M., *Sensory, physical and chemical characteristics of cooked ham manufactured from rapidly chilled and earlier deboned M. semimembranosus*, Meat Science, 93 (2013) 46–52.