



Dezvoltarea tehnologiei de microîncapsulare a unor compuși bioactivi vegetali

Doctorand: Székely-Szentmiklósi István

Conducător de doctorat: Prof. univ. dr. Sipos Emese

Introducere

Microcapsulele sunt particule sferice cu diametrul cuprins între 1-1000 μm , fiecare conținând un nucleu solid, lichid sau gazos într-o formă acoperită individual, produs prin diferite tehnici de microîncapsulare. De la introducerea lor la sfârșitul anilor 1930 și extinderea tehnologiei în anii 1960 și 1970, microîncapsularea a rămas un domeniu intens studiat. Mai mult, prin extinderea metodelor și materialelor, aceasta a căpătat din ce în ce mai mult interes în ultimele decenii în diferite domenii științifice, inclusiv în industria farmaceutică, cosmetică și alimentară. Dintre gama largă de metode dezvoltate pentru microîncapsulare, tehnologia coacervării complexe rămâne una dintre cele mai larg răspândite datorită simplității și rentabilității sale. Microcapsulele formate prin acest proces sunt complet înconjurate de un înveliș, protejând nucleul de factorii de stres externi, cum ar fi umiditatea, lumina și oxidarea.

Obiective

Obiectivele principale ale lucrării curente au fost: cultivarea plantelor medicinale aromatice în condițiile pedoclimatice specifice regiunii noastre, extracția uleiurilor esențiale prin distilare cu abur din biomaterialul recoltat și evaluarea calității uleiurilor esențiale prin tehnologia GC-MS conform standardelor internaționale. Un alt scop al acestui studiu a fost obținerea microcapsulelor cu conținut de ulei esențial prin tehnologia coacervării complexe și transformarea microcapsulelor coacervate în material solid prin liofilizare, caracterizarea microcapsulelor liofilizate prin metode microscopice și spectrale precum și optimizarea tehnologiei de microîncapsulare prin diferite tehnici.

Metodologia generală

Uleiurile esențiale au fost extrase prin distilare cu abur, utilizând o unitate de laborator din sticlă de 2 L și un sistem semi-industrial din oțel inoxidabil cu o capacitate de 50 L. Microîncapsularea a fost realizată prin coacervare complexă, iar liofilizarea a fost aplicată pentru a transforma coacervatele în material solid. Optimizarea procesului de microîncapsulare a fost realizată prin metodologia OFAT (One Factor At a Time) și DoE (Design of Experiments).

Studiul 1 – Cultivarea plantelor medicinale aromatice, extracția uleiului esențial prin distilare cu abur și caracterizarea prin GC-MS

Obiective

Obiectivul studiului a fost cultivarea de salvie (*Salvia officinalis* L.), lavandă (*Lavandula angustifolia* Mill.) și coada șoricelului (*Achillea millefolium* L.), extragerea uleiurilor esențiale prin distilare cu abur și analiza acestora prin metoda GC-MS în vederea evaluării calității în comparație cu standardele internaționale de calitate, mostrele disponibile în comerț, precum și datele din literatura de specialitate.

Concluzii

Compoziția uleiului esențial de salvie a fluctuat în ani consecutivi, anumiți compuși precum α -tuiona, 1,8-cineolul și camforul prezentând concentrații variabile, care poate fi atribuită diferențelor de condiții de depozitare și degradării naturale a compușilor volatili, afectând parametrii de calitate specificați de standardele ISO. Uleiul esențial de lavandă în mare parte a fost în conformitate cu standardele ISO 3515:2002 și European Pharmacopoeia (Ph. Eur.) pentru componente cheie, cum ar fi acetatul de linalil și linalolul, însă unii compuși minori au prezentat fluctuații, foarte probabil din cauza condițiilor de depozitare. Uleiul esențial de coada șoricelului s-a caracterizat printr-un conținut ridicat de camazulenă și germacrenă D, iar mostrele obținute în cadrul studiului au prezentat niveluri mai mari de camazulenă comparativ cu mostra comercială din Bulgaria.

Studiul 2 – Microîncapsularea uleiurilor esențiale: experimente de optimizare prin metodologia OFAT și analiza microcapsulelor

Obiective

S-a propus microîncapsularea diferitelor uleiuri esențiale în sisteme de tip proteină-polizaharidă folosind gelatină și gumă arabică ca material de înveliș, optimizarea procesului de microîncapsulare utilizând trei sortimente diferite de gelatină de tip A și investigarea factorilor de formulare și de proces. Un alt deziderat al studiului a fost caracterizarea microcapsulelor prin tehnici microscopice și spectroscopice și determinarea eficacității microîncapsulării.

Concluzii

Microscopia optică a coacervatelor în suspensie și microscopia electronică a formelor liofilizate au evidențiat formarea cu succes a microcapsulelor polidisperse, cu diferite mărimi de particule. Diferitele sortimente de gelatină au influențat atât dimensiunea microcapsulelor, cât și caracteristicile structurale, gelatina cu valori de Bloom mai mari producând particule mai mari, cu o structură mai rară. Analizele FT-IR, DSC, UV-VIS și GC-MS au confirmat încapsularea cu succes a uleiurilor esențiale, indicând în același timp o interacțiune minimă între nucleu și înveliș. Analiza GC-MS a evidențiat pierderi minore ale componentelor volatile după microîncapsulare, însă constituenții principali au rămas stabili.

Studiul 3

Optimizarea coacervării complexe a uleiului de lavandă prin metodologia suprafețelor de răspuns (RSM)

Obiective

Pe baza observațiilor din Studiul 2 cu privire la caracteristicile dimensiunii particulelor microcapsulelor folosind metodologia de optimizare OFAT, s-a propus o evaluare a efectului diferitelor sortimente de gelatină în combinație cu alți parametri pentru a studia ulterior o posibilă modulare a dimensiunii particulelor prin metodologia DoE. Planul experimental tip D-optimal a fost aplicat generându-se o matrice cu 18 experimente. S-au ales ca factori de intrare raportul nucleu/înveliș, sortimentul de gelatină și viteza de agitare. Caracteristicile dimensiunii particulelor, proprietățile de sedimentare, precum și compoziția uleiului de lavandă obținut prin GC-MS au constituit răspunsurile de ieșire.

Concluzii

S-au obținut microcapsule cu caracteristici morfologice diverse, cu diametre variind de la mici (mai puțin de 10 μm) la mari (peste 200 μm), cu nuclee mono- sau polinucleate, având forme perfect

rotunde până la ovale. Proprietățile de sedimentare au arătat o variabilitate similară. Valoarea Bloom a gelatinei a fost factorul cel mai important pentru dimensiunea a particulelor și sedimentare, în timp ce viteza de rotație a fost esențială pentru a obține o distribuție uniformă a dimensiunii particulelor. Modelul a avut o putere predictivă limitată pentru monoterpene și esterii monoterpenici, dar a fost eficient pentru sesquiterpene.