**DESIGN DE PRODUS FARMACEUTIC PE BAZĂ**

**DE ULEI DE CAMELINĂ - PLANTĂ**

**OLEAGINOASĂ MULTIPOTENTĂ**

**DESIGN DE BIOPRODUS DE UZ TOPIC**

**Director proiect: CS I Prof. univ. Dr. Natalia ROŞOIU **

**MEMBRU TITULAR AL ACADEMIEI OAMENILOR DE ŞTIINŢĂ DIN**

**ROMÂNIA**

**Doctorand Ana-Simona Copaci** 

**RAPORT FINAL – Noiembrie 2019**

**CUPRINS**

**INTRODUCERE.................................................................................................................3**

**TESTAREA EFICACITĂŢII PRODUSULUI ÎN COMBINAŢIE CU ALTE ULEIURI VEGETALE.......................................................................................................................5**

**DISEMINAREA REZULTATELOR...................................................................................7**

**REFERINŢE BIBLIOGRAFICE**

**INTRODUCERE**

Încă din cele mai vechi timpuri se utilizau preparate emoliente pe bază de grăsimi animale şi uleiuri vegetale. Tehnologia a avansat, astăzi nu se mai foloseşte grăsimea vegetală sau uleiul ca atare, ci se incorporează în preparate mai complexe pentru un efect mult mai bun, numite cosmetice. În industria cosmetică sunt utilizate multe uleiuri vegetale ca uleiul de cocos, uleiul de avocado, uleiul de ricin, uleiul de argan, uleiul de germeni de grâu, uleiul de şofrănel, precum şi uleiul de cânepă (Berdick, 1972). În ştiinţa cosmeticelor actuale, rolul ingredientelor naturale este foarte important deoarece pe de-o parte structura lor este compatibilă cu fiziologia umană, neavând rol toxic şi capacitate alergenică foarte mică, iar pe altă parte interesul este din ce în ce mai are pentru proprietăţile de protecţie şi reactivare benefice pentru piele Rigano et al.,2006).

Uleiul de Camelină este principalul compus obţinut din seminţele de Camelină, iar randamentul de obţinere al acestuia este cuprins între 30-40% DM (Budin et al., 1995, Rode, 2002, Zubr, 2003).Uleiul de camelină a fost utilizat încă din cele mai vechi timpuri in scopuri medicale precum şi ca gaz lampant, însă în industria cosmeticelor, deşi se încearcă utilizarea sa, nu este decifrat nici până astăzi adevăratul său potenţial. Acesta face parte din familia Brassicaceae fiind o plantă ce nu necesită o tehnologie specială si complicată de cultivare (Waraich, 2013).

Uleiurile vegetale obţinute din plante sunt nu doar o sursă regenerabilă nepoluantă, ci şi furnizează o largă paletă de acizi graşi cu diverse aplicaţii (Kumar et al., 2016). Compoziţia chimică a uleiului de Camelină este pretabilă mai multor ramuri ale industriei, cea vizată in acest review este industria cosmetică. Principala caracteristică a uleiul de Camelină este compoziţia sa în acid gras linolenic, în procent de 20 – 40% - esenţial şi foarte rar omega trei (Aldivia, 2007). Uleiul obţinut din seminţele de Camelină are un conţinut variat în acizi graşi, având un aport de 50- 60% acizi graşi nesaturaţi, 35-40% conţinut de omega 3 precum şi un conţinut de 15-20% omega 6. Într-un studiu recent s-au identificat noi proporţii ale uleiurilor componente şi anume 22,31-26,57% acid linolenic, 21,25-24,05% acid linoleic și 19,46-21,47% acid oleic (Ergönül, 2018). Procesul de extracţie al acestuia s-a incercat mereu a se imbunătăţii pentru a mentine calitatea acestuia cât mai ridicată. Condiția optimă pentru obținerea celei mai bune recuperări de ulei precum și cea mai bună calitate a uleiului s-a înregistrat la temperatura de 52 ° C, frecvența de 20 Hz și utilizarea duzei cu ID 9 mm (Moslavac et al., 2014).

Activitățile antioxidante ale extractelor metanolice de Camelina sativa au fost evaluate prin diferite teste chimice: puterea de reducere, testul de 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH), metoda de albire a β-carotenului și analiza activității de chelatare a metalului (Terpinca, 2012). Acest studiu a evidenţiat faptul că după presarea uleiului, majoritatea compușilor fenolici rămân în reziduurile de semințe, doar câțiva compuși au fost identificați în ulei. (Terpinca, 2012).

Un biocompus interesat găsit în compoziţia uleiului de camelină este lecitina. Aceasta nu se găseşte ca atare în seminţele de camelină sau în ulei ci este obţinută în urma unor procese numite degumare enzimatică şi degumare cu ajutorul apei (Balayneh et al., 2018). Lecitina obţinută cu ajutorul degumării enzimatice conţine o cantitate mai mare de lisofosfolipide, generând o emulsie mai stabilă. Uleiul de camelina analizat din acest punct de vedere, promite a fi o alternativă bună de emulgator (Balayneh et al., 2018).

S-a facut o comparaţie în ceea ce priveşte conţinutul total de fenoli între uleiul de şofrănel şi uleiul de camelină. Conținutul total de fenol al uleiurilor de șofrănel a fost mai mare (272,20-525,30 mg GAE / kg) decât uleiurile de semințe de camelină (25,90-63,70 mg GAE / kg). Apigenina, luteolina, tirozolul, acidul siringic, 3-hidroxitirozolul, acidul p-cumaric și acidul sinapic au fost detectate în uleiurile de semințe. Uleiul de semințe Camelina era bogat în tocoferol (144,11-168,69 mg / 100 g). γ-Tocoferolul a fost tocoferolul predominant în uleiurile de semințe de camelină, constând din 80% din tocoferol total (Ergönül, 2018).

**TESTAREA EFICACITĂŢII PRODUSULUI ÎN COMBINAŢIE CU ALTE ULEIURI VEGETALE**

În urma etapei de purificare a uleiului, din probele obţinute am utilizat mai departe proba ce a indeplinit criteriile de adminsibilitate. Această probă de ulei a fost obţinută prin presarea seminţelor de camelină din soiul Mădalina ecologică, anul 2018.

Purificarea probei de ulei de camelină ce a fost utilizată mai departe pentru testarea eficacităţii produsului în combinaţie cu alte uleiuri vegetale, respectiv condiţionarea acestuia.

**Ulei de camelină filtrat fără pretratament + tratament cu zeolit 0,05%**

**Protocol de lucru**

1. Filtarea probei de ulei;
2. Decantarea probei de ulei;
3. Spălarea uleiului - Adăugarea a 10 mL de apă caldă;
4. Divizarea probei in eprubete şi centrifugarea 10 minute la 5000 rpm;
5. Transvazarea în pahar Erlenmayer, măsurarea cantităţii şi adăugarea a 0.40 g bentonită;
6. Proba se lasă în repaus 30 de minute;
7. Se verifică pH-ul înainte şi după filtrare;
8. Se analizează caracteristicile probei.

**Proba**

1. V1= 53 mL, obţinut din presarea a 200 g de seminţe soiul Mădălina
2. V1+10 mL = 63 mL
3. După centrifugare → V2= 48 mL
4. V2 + 0,402g zeolit
5. Repaus 30 minute
6. pH înainte de filtrare =5, pH după filtare =5
7. V3= 31 mL, culoarea uleiului: galben închis spre verzui, fără depuneri, opac, câteva bule de apă

**Caracteristicile fizice ale uleiului utilizat pentru condiţionarea cu alte uleiuri vegetale**

* Aspect - Lichid slab opalescent
* Culoare - galben
* Miros – specific de plantă
* Densitate relativă, d2020 - 0,9232
* Indice de refracţie, nD20 - 1,47748
* Indice de aciditate, mg KOH/g - 1,997
* Indice de iod, gI/100g - 147,28
* Indice de saponificare, mg KOH/g – 180,21
* Indice de peroxid, meq O2/kg – 9,44

**Caracteristice fizico-chimice ale uleiului utilizat pentru condiţionarea cu alte uleiuri vegetale**

**Conţinut acizi graşi,%**

* Acid miristic – 0,04
* Acid palmitoleic – 0,05
* Acid palmitic – 6,02
* Acid linoleic – 17,81
* Acid linolenic + oleic – 48,56
* Acid vaccenic - 1,42
* Acid stearic – 2,43
* Acid cis-11,14 – eicosadienoic – 1,17
* Acid 11-eicosenoic – 16,86
* Acid 13-eicosenoic – 0,61
* Acid eicosanoic 1,47
* Acid 13-docosenoic – 3,02
* Acid behenic – 0,19
* Acid nervonic - 0,26
* Acid linoleic, g/100g ulei – 16,42
* Acid linolenic, g/100g ulei – 28,35
* Identificare ᵞ-tocoferol – pozitiv

**DISEMINAREA REZULTATELOR**

1. **Participarea la SESIUNEA DE COMUNICĂRI ŞTIINŢIFICE STUDENŢEȘTI, Ediţia a XVII-a, organizată de Facultatea de Inginerie Alimentară, Turism şi Protecţia Mediului, Universitatea “Aurel Vlaicu” din Arad, 2019 (prezentare orală)**

PRELIMINARY RESEARCH ON THE PURIFICATION OF ECOLOGICALCAMELINE OIL FOR USE IN THE COSMETIC INDUSTRY, Authors: Ana-Simona Copaci, Andrei-Georgian Pîrvan, Florentina Israel-Roming, Ştefana Jurcoane

„Camelina (Camelina sativa) is a flower plant belonging to the family Brassicaceae, originating in Eastern Europe. Camelina oil has many applications in various fields such as cosmetics, pharmaceuticals, animal feed, etc. The oil obtained from Camelina seeds has a high content of fatty acids with 50-60% unsaturated fatty acids, 35-40% omega 3-fatty acids and 15-20% omega 6-fatty acids. It is considered to be one of the richest vegetable sources of omega 3-fatty acids. In the present study we investigated different methods of purifying camelina oil for use in the cosmetic industry. Cold pressing was carried out, followed by degumming and centrifugation in a first step, followed by the bentonite treatment, which was applied prior to filtration, in the second phase of the experiment. An important parameter for the quality of the obtained oil is the pH, measured over the entire experimental period. This experiment had three samples, with a common purification part, with small preliminary changes. The obtained oil had a clear appearance, without deposits, with a light yellow color. The objective of the present study was to find and optimize the best method for purifying Camelina oil, which will be used in medical research, later in the cosmetics industry.”

1. **Conferinţa naţională de toamnă a AOSR de la Braşov, 2019 (prezentare orală)**

CERCETĂRI PRIVIND PURIFICAREA ULEIULUI DE CAMELINĂ UTILIZAT ÎN COMPOZIŢIA PRODUSELOR COSMETICE

Simona COPACI, Laura OLARIU, Roxana NIŢĂ, Ştefana JURCOANE, Acad. Prof. Emerit Dr. Natalia ROŞOIU, Drd. Cristina Nicoleta DĂNĂILĂ (STOICA)

„Este cunoscută compoziţia uleiului de camelină în acizi graşi, preponderent acizi graşi nesaturaţi, în special acid linolenic, acesta având numeroase întrebuinţări în industria farmaceutică, dar şi în cea cosmetică. Uleiul de Camelină se obţine din seminţele de Camelină (Camelina sativa) printr-un proces de presare la rece. Calitatea uleiului, dar şi întrebuinţarea sa depind de procesele de filtrare şi purificare. Scopul acestui proiect a fost urmărirea şi analizarea parametrilor fizico-chimici a unor probe de ulei obţinute prin presarea seminţelor cultivate in sistem ecologic, păstrate în diferite condiţii de temperatură. Probele de ulei au fost obţinute din seminţe de Camelina, soiul Mădălina, la cultivat la ferma Belciugatele, punct de lucru Moara Domnească (comuna Găneasa, judeţul Ilfov) în perioada 2017-2018. Probele au fost păstrate la temperatură ambiantă, în bidoane de plastic de culoare albastru inchis (capacitate10l) umplute cu 5l ulei, în paralel fiind efectuate experimente de păstrare la frigider în recipiente de culoare brună din sticlă, complet pline. După presare, s-au aplicat tratamente de absorbţie a impurităţilor prin adaos de bentonită, zeolit, tuf vulcanic, în diferite proporţii. Parametrii fizico-chimici urmăriţi imediat după presare şi purificare, precum şi după păstrare în diferite condiţii de temperatură au fost: aspect, culoare, miros, precum şi determinarea indicilor de saponificare, de iod, dar şi compoziţia in acizi graşi. Rezultatele analizelor efectuate au permis stabilirea fluxului tehnologic de purificare în laborator şi stabilirea condiţiilor de păstrare a uleiului purificat, până la utilizarea ca adaos in produsele cosmetice.”

1. **Lucrare publicată în ANNALS, Series on BIOLOGICAL SCIENCES, vol. 8, nr.2, 2019**

Research on the Purification of Camelina Oil Used in the Composition of Cosmetic Products

Simona COPACI, Laura OLARIU, Roxana NIŢĂ, Diana ENE, Ştefana JURCOANE, Cristina Nicoleta DĂNĂILĂ (STOICA), Natalia ROŞOIU

„It is known the composition of camelina oil in fatty acids, mainly unsaturated fatty acids, in special linolenic acid, it can have many uses in the pharmaceutical industry, but also in the cosmetic industry. Camelina oil is obtained from Camelina seeds (Camelina sativa) through a cold pressing process. The quality of the oil, but also its use depends on the filtration and purification processes. The purpose of this project was to track and analyze the physico-chemical parameters of some oil samples obtained by pressing the seeds grown in the ecological system, kept under different temperature conditions.The evidence of understanding was obtained from the seeds of Camelina, the Mădălina variety, cultivates the Belciugatele farm, working point Moara Domnească (Găneasa village, Ilfov county) during 2017-2018. The samples kept maintaining the ambient temperature, in dark blue plastic (capacity 10l) filled with 5l oil, in parallel, there are experiments of keeping the refrigerator in the brown glass container, completely filled. After storage, impurity absorption treatments are applied with the addition of bentonite, zeolite, volcanic tuff, in small proportions. The physico-chemical parameters followed immediately after the sprinkling and purification, as well as after keeping under each temperature and encouraging conditions: appearance, color, odor, as well as the determination of the saponification, iodine, but also fatty acid composition. The results of the analyzes carry out and authorize the stabilization of the technological purification flow in the laboratory and the stabilization of the storage conditions of a purified oil, until they can be added in the cosmetic products.”

**REFERINŢE BIBLIOGRAFICE**

1. Rigano, I., Giammarrusti, G., Rastrelli, F., 2006. Vegetable Oils –The Base of New Active Principles. SÖFW-Journal | 132 |
2. Zubr, J., 2003. Qualitative variation of Camelina sativa seed from different locations. Industrial Crops and Products, 17,161-169
3. Waraich, E. A., Ahmed, Z., Ahmad, R., Muhammad, Y. A., Saifullah, Naeem, M. S., Rengel, Z., 2013. Camelina sativa, a climate proof crop, has high nutritive value and multipleuses: a review, Australian Journal of Crop Science
4. Budin, J. T., Breene, W. M., Putnam, D. H., 1995. Some compositional properties of camelina (camelina sativa L. Crantz) seeds and oils. Journal of the American Oil Chemists’ Society, Volume 72, Issue 3, pp 309–315
5. Ergönül, P. G., Özbek, Z. A., (2018). Identification of bioactive compounds and total phenol contents of cold pressed oils from safflower and camelina seeds. Journal of Food Measurement and Characterization, Volume 12, Issue 4, pp 2313–2323
6. Kumar, A., Sharma, A., Upadhyaya, K. C., 2016. Vegetable Oil: Nutritional and Industrial Perspective. Curr Genomics. 17(3): 230–240
7. Moslavac, T., Jokića, S., Šubarić, D., Aladić, K., Vukojac, J., Prce, N., 2014. Pressing and supercritical CO2 extraction of Camelina sativa oil. Industrial Crops and Products Volume 54, Pages 122-129
8. Terpinca, P., Polaka, T., Makucbc, D., Poklar Ulriha, N., Abramovič, H., 2012. The occurrence and characterisation of phenolic compounds in Camelina sativa seed, cake and oil. Food Chemistry Volume 131, Issue 2, Pages 580-589
9. Belayneh. D. H., Wehling. R. L., Cahoon. E., Ciftcia. O. N., 2015. Extraction of omega-3-rich oil from Camelina sativa seed using supercritical carbon dioxide. The Journal of Supercritical Fluids, Volume 104, Pages 153-159

Semnătura student-doctorand Semnătura Conducător științific

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_