

**UNIVERSITATEA „ȘTEFAN CEL MARE” DIN SUCEAVA
FACULTATEA DE INGINERIE ALIMENTARĂ
Domeniul Ingineria Produselor Alimentare**

**TEZĂ DE DOCTORAT
- REZUMAT -**

Coordonator științific:
Prof. univ. dr. ing. Mircea-Adrian OROIAN

Doctorand:
Ing. Mariana SPINEI

Suceava
2022

**UNIVERSITATEA „ȘTEFAN CEL MARE” DIN SUCEAVA
FACULTATEA DE INGINERIE ALIMENTARĂ
Domeniul Ingineria Produselor Alimentare**

**CERCETĂRI PRIVIND VALORIFICAREA
TESCOVINEI DE STRUGURI DIN SOIURI
AUTOHTONE ÎN VEDEREA OBȚINERII DE
FIBRE ALIMENTARE**

REZUMATUL TEZEI DE DOCTORAT

Coordonator științific:

Prof. univ. dr. ing. Mircea-Adrian OROIAN

Doctorand:

Ing. Mariana SPINEI

Suceava
2022

Mulțumiri

Cu ocazia finalizării acestei lucrări științifice, doresc să adresez cuvinte de mulțumire, considerație și grațitudine coordonatorului meu științific, domnului **prof. univ. dr. ing. Mircea-Adrian OROIAN** pentru permanenta sa încurajare, îndrumare și sprijinire pe parcursul acestei teze de doctorat. Vă sunt recunoscătoare pentru sfaturile acordate, pentru înțelegerea și atenția cu care m-ați călăuzit pe toată perioada studiilor doctorale.

Doresc să mulțumesc membrilor comisiei de îndrumare: doamnei **prof. univ. dr. ing. Sonia AMARIEI**, domnului **prof. univ. dr. ing. Gheorghe GUTT** și doamnei **prof. univ. dr. ing. Silvia MIRONESA** pentru toate sugestiile și sfaturile acordate, care au avut o contribuție semnificativă în definitivarea cercetării doctorale.

Cu deosebită recunoștință și grațitudine, îndrept mulțumiri către cadrele didactice ale Facultății de Inginerie Alimentară și de asemenea către părinți, fratele meu, colegi de doctorat și prieteni, care au fost alături de mine și m-au încurajat în această perioadă.

Mariana SPINEI

CUPRINS

Listă de termeni și abrevieri	9
Scopul și obiectivele tezei de doctorat	11
Capitolul I. Stadiul actual al cercetărilor în domeniul extracției de fibre solubile din tescovina de struguri	12
1.1. Introducere	12
1.2. Structura și compoziția tescovinei de struguri	13
1.2.1. Structura și compoziția pielii de struguri	14
1.2.1.1. Structuri poliglucidice	15
1.2.1.2. Compuși fenolici	17
1.2.2. Structura și compoziția semințelor de struguri	20
1.2.2.1. Uleiul din semințe de struguri	20
1.2.2.2. Compuși fenolici	21
1.2.3. Structura și compoziția ramificațiilor de inflorescență	22
1.2.3.1. Compuși lignocelulozici	23
1.2.3.2. Compuși fenolici	23
1.3. Substanțe pectice	24
1.3.1. Structura și compoziția substanțelor pectice	24
1.3.2. Surse și metode de extracție ale pectinei	27
1.3.2.1. Surse de pectină	27
1.3.2.2. Metode de extracție	28
1.3.3. Caracterizarea proprietăților fizico-chimice ale pectinei	31
1.4. Substanțe pectice din tescovina de struguri	32
1.4.1. Extracția substanțelor pectice din tescovina de struguri	34
1.4.2. Caracterizarea compoziției pectinei din tescovina de struguri	34
1.5. Utilizarea pectinei în industria alimentară	37
1.5.1. Pectină – agent de emulsifiere	38
1.5.1.1. Mecanismul de stabilizare și formare a emulsiei	39
1.5.1.2. Emulsii alimentare	40
1.5.2. Pectină – agent de gelifiere	41
1.5.3. Pectină – ambalaj alimnetar	41
1.6. Concluzii	44
Capitolul II. Studiu privind extracția fibrelor din tescovina de struguri utilizând metoda convențională	45
2.1. Introducere	45

2.2. Materiale	46
2.2.1. Sursă de pectină	46
2.2.2. Extracția, precipitarea și purificarea pectinei	47
2.3. Metode de analiză	47
2.4. Analiza statistică	48
2.5. Rezultate și discuții	50
2.5.1. Studiu privind influența temperaturii și a pH-ului	50
2.5.2. Studiu privind influența parametrilor de extracție ai pectinei	55
2.5.2.1. Influența soiului de struguri al tescovinei utilizate	55
2.5.2.2. Influența tipului de acid	58
2.5.2.3. Influența dimensiunii particulelor	59
2.5.2.4. Influența pH-ului	60
2.5.2.5. Influența timpului de extracție	62
2.5.2.6. Influența temperaturii de extracție	64
2.5.3. Studiu privind influența extracției convenționale	66
2.6. Concluzii	79
Capitolul III. Studiu privind extracția fibrelor din tescovina de struguri utilizând metode neconvenționale	80
3.1. Introducere	80
3.2. Materiale	81
3.2.1. Sursă de pectină	81
3.2.2. Extracția, precipitarea și purificarea pectinei	81
3.3. Metode de analiză	81
3.4. Analiza statistică	81
3.5. Rezultate și discuții	82
3.5.1. Studiu privind influența extracției cu microunde	82
3.5.2. Studiu privind influența extracției cu ultrasunete în puls	95
3.6. Concluzii	106
Capitolul IV. Studiu privind caracterizarea fibrelor solubile din tescovina de struguri	108
4.1. Introducere	108
4.2. Materiale și metode	109
4.2.1. Probe de pectină	109
4.2.2. Metode de analiză	109
4.3. Analiza statistică	113
4.4. Rezultate și discuții	113
4.4.1. Randament de extracție	113
4.4.2. Conținut de acid galacturonic	114
4.4.3. Grad de esterificare	115

4.4.4. Masă echivalentă	115
4.4.5. Conținut de metoxil	116
4.4.6. Masă moleculară	116
4.4.7. Culoare	118
4.4.8. Conținut de monoglucide	118
4.4.9. Analiza FT-IR	120
4.4.10. Proprietăți termice	122
4.4.11. Microstructura pectinei	122
4.4.12. Proprietățile reologice ale soluțiilor de pectină	127
4.4.13. Proprietățile de emulsionare ale pectinei	129
4.4.13.1. Capacitatea de emulsionare a pectinei, de reținere și de legare a apei	129
4.4.13.2. Activitatea de emulsionare și stabilitatea emulsiilor de pectină	130
4.4.13.3. Proprietățile reologice ale emulsiilor de pectină	132
4.4.14. Analiza componentelor principale	134
4.5. Concluzii	135
Capitolul V. Concluzii generale	136
Diseminarea rezultatelor cercetărilor	138
Bibliografie	140

Listă de termeni și abrevieri

Terroir – concept care cuprinde toate particularitățile distincte (climă, sol, poziție geografică, topografie și caracteristicile biodiversității) ale unei anumite zone viticole, cu efect asupra gustului și calității vinului (OIV/VITI, 33/2010).

AA – acid azotic

AC – acid citric

AE – activitate de emulsionare

AS – acid sulfuric

CRA – capacitate de reținere a apei

CEP – capacitate de emulsionare a pectinei

CLA – capacitate de legare a apei

CM – conținut de metoxil

EC – extracție convențională

EM – extracție cu microunde

EUP – extracție cu ultrasunete în puls

FN – Fetească Neagră

FT-IR – spectroscopie în infraroșu cu transformată Fourier

GalA – acid galacturonic

GE – grad de esterificare

ΔH_d – entalpie de degradare

ME – masă echivalentă

MM – masă moleculară

PC – pectină comercială din citrice

PM – pectină comercială din mere

RE – randament de extracție

RN – Rară Neagră

T_d – temperatură de degradare

SCOPUL ȘI OBIECTIVELE TEZEI DE DOCTORAT

Scopul tezei de doctorat constă în studierea și stabilirea condițiilor optime de extracție a pectinei din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) prin metode convenționale și neco convenționale, precum și în determinarea proprietăților fizico-chimice și funcționale ale pectinei extrase în vederea obținerii de geluri și emulsii.

Cercetările realizate cu privire la atingerea scopului propus au vizat următoarele obiective:

- Realizarea unui studiu al literaturii de specialitate asupra stadiului actual al cercetărilor în vederea extracției de fibre solubile (substanțe pectice) din tescovina de struguri.
- Studierea influenței parametrilor de extracție – dimensiunea particulelor, tipul de acid, soiul de struguri, timpul, temperatura și pH-ul soluției asupra extracției pectinei din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.).
- Studierea proprietăților fizico-chimice ale pectinei extrase din tescovina de struguri prin metoda convențională în vederea stabilirii condițiilor optime de extracție.
- Studierea proprietăților fizico-chimice ale pectinei extrase din tescovina de struguri prin metode neconvenționale (extracție cu microunde și extracție cu ultrasunete în puls) și optimizarea parametrilor de lucru utilizați în procesul de extracție.
- Determinarea proprietăților fizico-chimice și funcționale ale pectinei extrase din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) prin metoda convențională, cu microunde și ultrasunete în puls în vederea obținerii de geluri și emulsii.

Cuvinte cheie:

tescovină de struguri, pectină, extracție, proprietăți fizico-chimice, emulsie

Teza de doctorat intitulată „CERCETĂRI PRIVIND VALORIFICAREA TESCOVINEI DE STRUGURI DIN SOIURI AUTOHTONE ÎN VEDEREA OBȚINERII DE FIBRE ALIMENTARE” cuprinde un număr de 5 capitole, în care ultimul capitol este destinat *Concluziilor generale*, listă de abrevieri, referințe bibliografice și o listă de

lucrări publicate sau susținute la manifestări științifice din țară și din străinătate.

Capitolul I prezintă *Stadiul actual al cercetărilor în domeniul extracției de fibre solubile din tescovina de struguri.*

1.1. Structura și compoziția tescovinei de struguri

Tescovina de struguri reprezintă rezultatul presării strugurilor în timpul producerii mustului (fig. 1.1). Cantitatea de tescovină reprezintă aproximativ 20-25% din masa strugurilor prelucrați (Beres et al., 2017; Boussetta et al., 2009; Panouillé et al., 2007; Yu & Ahmedna, 2013).

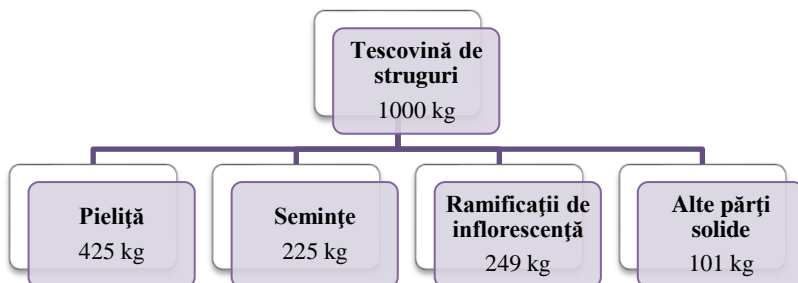


Fig. 1.1. Compoziția tescovinei de struguri raportată la 1000 kg (Nerantzis & Tataridis, 2006; Spinei & Oroian, 2021)

Cantitatea de tescovină obținută depinde de *terroir*, soiul strugurilor, maturitatea strugurilor și de tipul presei utilizate în procesul de producție (Lafka et al., 2007; Sanhueza et al., 2014; Ye et al., 2016). Conform estimărilor, din 6 l de vin se generează 1 kg de tescovină de struguri (Dávila et al., 2017; Mendes et al., 2013). Cu privire la compoziția generală a tescovinei de struguri, conținutul de umiditate variază de la 50% până la 72%, fiind influențat de soiul și gradul de maturare al strugurilor. Lignina prezintă valori cuprinse între 16,8% și 24,2%, iar conținutul de proteină este mai mic de 4% din totalul compușilor tescovinei (Teixeira et al., 2014).

1.2. Substanțe pectice din tescovina de struguri

Poliglucidele sunt compuse din molecule de monoglucide care sunt legate în lanțuri prin legături glicozidice și pot forma catene liniare și ramificate. Aproximativ 90% din numărul total de poliglucide naturale sunt obținute din plante. Fibrele sunt o categorie de carbohidrați care se clasifică

în fibre insolubile (celuloză, hemiceluloză, lignină etc.) și solubile (pectină, inulină, gume și mucilagii). Cerealele, fructele și legumele reprezintă surse naturale de fibre (Elleuch et al., 2011). Subprodusele de la prelucrarea cerealelor, fructelor și legumelor sunt cele mai studiate surse vegetale de extracție a fibrelor din industria agro-alimentară (Dávila et al., 2017; Galanakis, 2012). Prelucrarea uscată/umedă, metodele chimice, gravimetrice, enzimatiche, fizice și combinarea acestor tehnici sunt utilizate pentru extracția fibrelor (Yang et al., 2017), însă aceste metode sunt responsabile de modificarea structurii și funcționalitatea fibrei extrase. Prin urmare, odată cu avansarea tehnologiei s-a optat pentru utilizarea tratamentului cu ultrasunete, microunde și apă subcritică care reduc timpul de extracție și măresc randamentul de pectină (Tejada-Ortigoza et al., 2017).

1.3. Utilizarea pectinei în industria alimentară

În industria alimentară pectina este utilizată ca agent de gelifiere, îngroșare, emulsifiere, textură și stabilizare. Recent, utilizările pectinei s-au extins la înlocuitor de grăsimi și zahăr în produsele cu valoare energetică scăzută. Proprietățile versatile ale pectinei depind de natura moleculelor în care se găsesc regiuni polare și nepolare, care permit încorporarea acesteia în diferite sisteme alimentare. Funcționalitatea moleculei de pectină este determinată de o serie de factori, inclusiv gradul de metoxilare și masa moleculară. Complexitatea determinării acestor parametri în procesul de utilizare industrială a condus la evaluarea funcționalității pectinei sub formă de „grade”. „Gradele” de pectină se bazează pe numărul de părți de zahăr pe care o parte din pectină le va gelifica în condiții standard, pH (3,2-3,5), zahăr (65-70%) și pectină (1,5-2,0%).

A. Pectină – agent de emulsifiere. Aditivii alimentari care au un capăt hidrofil și unul hidrofob și datorită cărora poate fi posibilă dispersia uleiului în apă și invers se numesc emulsifianți sau emulgatori. Acești aditivi acționează ca agenți activi de suprafață la capătul straturilor imiscibile, reducând cristalizarea uleiului și împiedicând separarea apei. Emulgatorii sunt adăugați într-un număr mare de produse alimentare, cum ar fi înghețată, iaurt, margarină, dressing-uri pentru salate, produse de panificație și în multe sosuri cremoase pentru a le menține stabile (Ngouémazong et al., 2015). În funcție de faza de dispersie, emulsiile se clasifică în apă/ulei și ulei/apă. Laptele, maioneza, dressing-urile și diverse băuturi sunt câteva exemple de emulsie ulei/apă, în timp ce untul și margarina sunt exemple tipice de emulsie apă/ulei. Progresele înregistrate în chimia hidrocoloizilor au dus la dezvoltarea mai multor sisteme de emulsii ulei/apă/ulei și apă/ulei/apă (fig. 1.2).

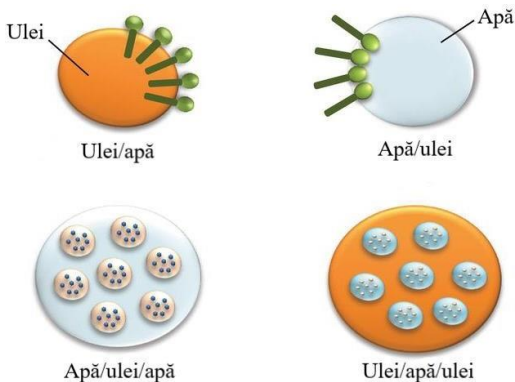


Fig. 1.2. Reprezentarea schematică a diferitor tipuri de emulsii (Vanitha & Khan, 2020)

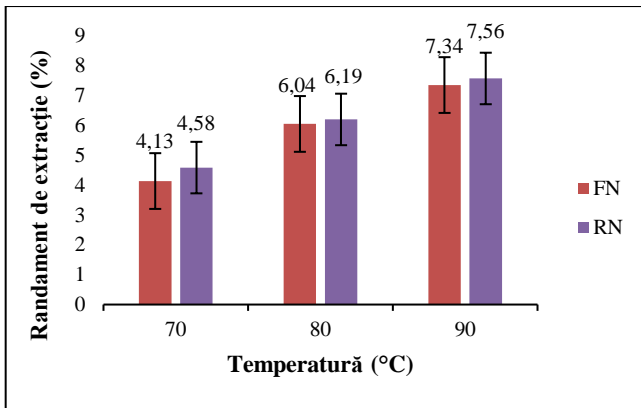
B. Pectină – agent de gelifiere. Pectina formează diferite tipuri de soluții vâscoelastice în condiții optime. Această proprietate a pectinei este utilizată la fabricarea gemurilor, jeleurilor și marmeladelor. Comportamentul reologic al pectinei depinde atât de sursa de pectină, gradul de metilare și acetilare și distribuția unităților de GalA nemetilate în catena laterală a pectinei, cât și de factorii extrinseci (pH, concentrația și prezența ionilor bivalenți). Prin urmare, pectinele se clasifică în pectine cu gelifiere rapidă, medie și lentă. Procesul de gelifiere și stabilizarea pectinei prezintă mecanisme diferite în funcție de sursa utilizată. Pectinele înalt metilate formează geluri într-un anumit interval de pH (2-3,5) în prezența zaharozei la concentrații mai mari de 55%. În timpul procesului de gelifiere al pectinelor înalt metilate, zonele de joncțiune sunt formate datorită reticulării a două sau mai multe molecule de pectină. Aceste geluri sunt termic reversibile. Pectinele slab metilate formează geluri la pH 2-6, dar necesită ioni bivalenți (ioni de calciu) (Kjønksen et al., 2005). În timpul gelificării pectinei slab metilate, ionii de calciu încărcăți pozitiv sunt prinși între grupările carboxilice încărcate negativ ale pectinei.

C. Pectină ambalaj alimentar. Ambalarea produselor reprezintă sectorul cu cea mai mare dezvoltare din industria alimentară. Datorită globalizării pieței alimentare și creșterii cererii pe piață, nevoia de ambalaje funcționale este în continuă creștere. Pentru a răspunde cererii industriale, o serie de polimeri sunt sintetizați și folosiți la ambalarea produselor alimentare datorită versatilității, flexibilității și eficienței costurilor. Dintre toți polimerii naturali, poliglucidele prezintă o atenție deosebită deoarece au proprietăți versatile și sunt disponibile la prețuri relativ scăzute. În cadrul producerii

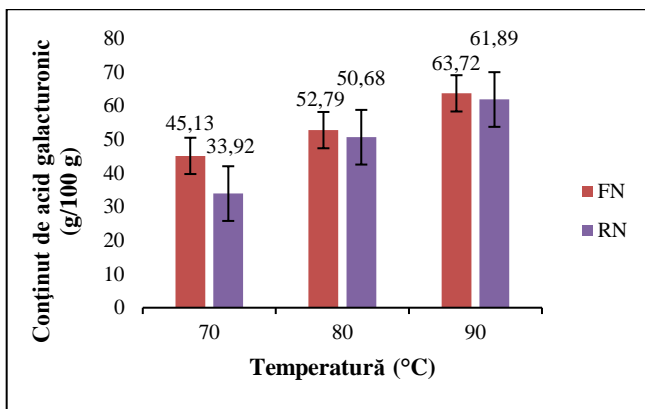
filmelor și ambalajelor comestibile se utilizează o varietate de poliglucide naturale cum ar fi pectina, derivații de chitosan, alginatii, celuloza, extractul de alge marine și amidonul (Bourtoom, 2008). Datorită flexibilității, pectina și derivații săi sunt utilizați în componența materialelor biodegradabile.

Capitolul II, Studiu privind extracția fibrelor din tescovina de struguri utilizând metoda convențională, prezintă rezultatele studiilor efectuate asupra extracției fibrelor solubile din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) prin utilizarea metodei convenționale de extracție. În prima parte sunt descrise metodele de analiză pentru determinarea randamentului și proprietăților fizico-chimice ale pectinei (conținut de GalA, grad de esterificare, conținut de metoxil, culoare, masă moleculară și masă echivalentă). Tescovina de struguri a fost obținută prin procesarea strugurilor din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) din recolta anului 2019.

În a doua parte a capitolului a fost analizat efectul temperaturii (70, 80 și 90 °C) și al pH-ului (1, 2 și 3) asupra randamentului de extracție și a conținutului de acid galacturonic (GalA) al pectinei. Rezultatele obținute au arătat că randamentul de pectină a fost influențat semnificativ de temperatura aplicată în procesul de extracție. Astfel, pentru pectina obținută din soiul Fetească Neagră (FN) s-a obținut un randament cuprins între 4,13% și 7,34%, în timp ce pentru pectina extrasă din soiul Rară Neagră (RN) s-a evidențiat un randament cu valori între 4,58% și 7,56%, temperatura variind de la 70 la 90 °C (fig. 2.1(a)).



(a)



(b)

Fig. 2.1. Influența temperaturii aplicate la extracția pectinei asupra (a) randamentului de extracție și (b) conținutului de acid galacturonic (FN – Fetească Neagră, RN – Rară Neagră)

Influența temperaturii asupra conținutului de GalA al pectinei extrase din tescovina de struguri este reprezentată în fig. 2.1(b). Luând în considerare rezultatele obținute se poate remarca că pectina extrasă la temperatura de 90 °C a prezentat un conținut mai mare de acid galacturonic (61,89 g/100 g pentru pectina din soiul RN și 63,72 g/100 g pentru pectina din soiul FN) în comparație cu pectina extrasă la temperatura de 70 °C (33,92 g/100 g pentru pectina din soiul RN și 45,13 g/100 g pentru pectina din soiul FN).

În ceea ce privește influența pH-ului, s-a observat că cele mai mici valori pentru randamentul de pectină extrasă din tescovina de struguri din soiurile FN și RN au fost înregistrate pentru pH 3 (6,28% și respectiv 6,38%). În schimb, extracția pectinei din tescovina de struguri la pH 1 a contribuit la atingerea celui mai mare randament de pectină (9,86% și 15,54% pentru randamentul de pectină extrasă din tescovina de struguri din soiurile RN și respectiv FN).

În a treia parte a capitoului s-a urmărit influența mai multor parametri de extracție, precum tipul de acid, dimensiunea particulelor materialului vegetal, temperatura, pH-ul și timpul de extracție, asupra randamentului de extracție și a proprietăților fizico-chimice ale pectinei (conținut de acid galacturonic, grad de esterificare, conținut de metoxil, masă echivalentă, masă moleculară și culoare) obținute din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.).

Conform datelor, pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul RN a prezentat cea mai mare valoare a luminozității (49,14), croma (11,26)

precum și ale nuanței (39,27) în comparație cu pectina obținută din tescovina de struguri din soiul FN (41,62, 10,89 și 31,06 pentru L^* , C^*_{ab} și respectiv h^*_{ab}). Astfel, conform diagramei de cromaticitate în sistemul de coordonate CIEL*a*b*, culoarea probelor de pectină extrasă din tescovina de struguri din soiurile FN și RN tinde să varieze de la roșu spre roșu-violet. Având în vedere faptul că strugurii din soiurile FN și RN prezintă pieliță groasă de culoare neagră-albăstrui, culoarea roșie-violet a pectinei obținute prin extracție acidă poate fi rezultatul prezenței polifenolilor (de exemplu antociani și taninuri galice) și a altor pigmenți solubili în apă.



Fig. 2.2. Probele de pectină extrasă din tescovina de struguri din soiurile (a) Fetească Neagră și (b) Rară Neagră cu diferiți acizi (AA – acid azotic, AC – acid citric și AS – acid sulfuric)

În ultima parte a capitoului este prezentat studiul efectuat asupra extracției convenționale a pectinei, în care s-a utilizat tescovină cu dimensiuni ale particulelor de $\geq 125 - < 200 \mu\text{m}$, iar condițiile de extracție au fost variate, astfel: temperatură – 70, 80 și 90 °C; pH – 1, 2 și 3 și timp – 1, 2 și 3 h. Influența acestor condiții de extracție a fost studiată pe baza modificărilor înregistrate pentru randamentul de extracție, conținutul de GalA, masă moleculară și gradul de esterificare al pectinei. În condițiile optime de extracție ale pectinei din tescovina de struguri (pH de 1,9, temperatură de 90 °C și timp de 164 min) s-a estimat obținerea unui randament de extracție de

11,08%, grad de esterificare de 80,86%, conținut de GalA de 80,05 g/100 g și masă moleculară de $5,59 \times 10^4$ g/mol pentru extracția pectinei din tescovina de struguri din soiul RN, iar pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul FN s-a estimat un randament de extracție de 9,96%, grad de esterificare de 81,28%, conținut de GalA de 79,91 g/100 g și masă moleculară de $5,52 \times 10^4$ g/mol.

Capitolul III, Studiu privind extracția fibrelor din tescovina de struguri utilizând metode neconvenționale, reprezintă rezultatele asupra extracției pectinei din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) prin utilizarea metodelor neconvenționale de extracție: extracția cu microunde și extracția cu ultrasunete în puls și ulterior, prin stabilirea condițiilor de extracție optime ale acestora (puterea microundelor, pH, amplitudine și timp). Tescovina de struguri a fost obținută prin procesarea strugurilor din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) din recolta anului 2019, iar pentru determinarea randamentului și proprietăților fizico-chimice de extracție s-au utilizat următoarele aparate și echipamente de laborator: moară de laborator Perten Instruments LM 3310 (PerkinElmer, Waltham, Massachusetts, Statele Unite ale Americii), etuvă cu ventilație Zhicheng ZRD-A5055 (Zhicheng, Shanghai, China), spectrofotometru UV-3600 Plus UV-Vis-NIR (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonia) și sistem HPLC (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonia).

Extracția cu microunde a pectinei din tescovina de struguri a fost efectuată prin varierea a 3 parametri de extracție, după cum urmează: pH – 1, 2 și 3, puterea microundelor – 280, 420 și 560 W și timp – 60, 90 și 120 s. Rezultatele obținute au evidențiat o influență semnificativă ($p < 0,0001$) a pH-ului, puterii și timpului asupra randamentului de extracție, gradului de esterificare, conținutului de GalA și masei moleculare. Optimizarea parametrilor extracției cu microunde a fost realizată astfel încât să se obțină simultan cele mai mari valori pentru randamentul de extracție, gradul de esterificare, conținutul de acid GalA și masa moleculară a pectinei. Metodologia suprafețelor de răspuns a estimat realizarea unui randament de extracție de 11,23%, grad de esterificare de 85,18%, conținut de GalA de 83,11 g/100 g și masă moleculară de $4,60 \times 10^4$ g/mol pentru extracția pectinei din tescovina de struguri din soiul RN, iar pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul FN s-a obținut un randament de extracție de 9,03%, grad de esterificare de 81,24%, conținut de GalA de 82,29 g/100 g și masă moleculară de $4,57 \times 10^4$ g/mol la un pH de 1,8, putere de 560 W și timp de 120 s.

Extracția cu ultrasunete în puls s-a fundamentat pe efectuarea și utilizarea unui model experimental, numit design Box-Behnken. Design-ul

este format din 3 variabile independente (condiții de extracție – putere, timp și pH) aranjate pe 3 nivele, astfel: timp – 20, 40 și 60 min, amplitudine – 20, 60 și 100%, și pH – 1, 2 și 3. Randamentul obținut a fost influențat semnificativ de către pH, timp și amplitudine ($p < 0,0001$). Randamentul de pectină a variat de la 4,90% (amplitudine de 60%, pH de 3 și timp de 20 min) până la 8,83% (amplitudine de 100%, pH de 2 și timp de 60 min) pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul FN, iar pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul RN s-au obținut valori cuprinse între 4,88% (amplitudine de 20%, pH de 3 și timp de 40 min) până la 8,94% (amplitudine de 100%, pH de 2 și timp de 60 min) (fig. 3.1).

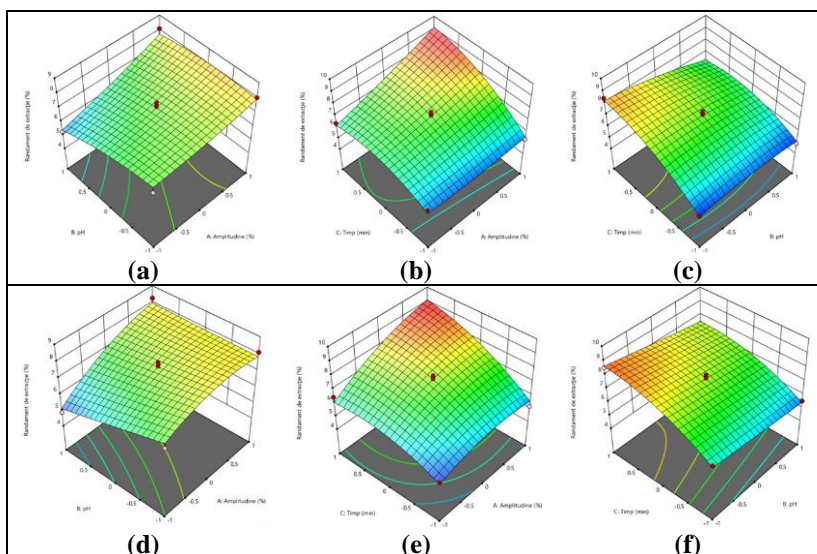


Fig. 3.1. Reprezentare grafică 3D (suprafețe de răspuns) a influenței condițiilor de extracție asupra randamentului de extracție în extracția cu ultrasunete în puls a pectinei din soiul FN (a-c) și RN (d-f)

Metodologia suprafețelor de răspuns a contribuit la stabilirea unui randament de 8,94%, grad de esterificare de 80,04%, conținut de GalA de 78,64 g/100 g și masă moleculară de $4,23 \times 10^4$ g/mol pentru extracția pectinei din tescovina de struguri din soiul RN, iar pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul FN s-a obținut un randament de extracție de 8,83%, grad de esterificare de 81,07%, conținut de GalA de 80,24 g/100 g și masă echivalentă de $4,19 \times 10^4$ g/mol la un pH de 1,8, amplitudine de 100% și timp de 60 de min.

Pentru tehnicile de extracție studiate, au fost înregistrate diferențe pentru randamentul, gradul de esterificare și conținutul de acid galacturonic a pectinei, în timp ce pentru masa moleculară, valorile determinate au fost apropiate.

Capitolul IV, *Studiu privind caracterizarea fibrelor solubile din tescovina de struguri*, cuprinde rezultatele studiilor privind identificarea proprietăților fizico-chimice și funcționale ale fibrelor solubile obținute din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) prin metoda convențională de extracție, respectiv prin aplicarea metodelor neconvenționale de extracție – extracția cu microunde și extracția cu ultrasunete în puls.

Analiza FT-IR, microstructura, proprietățile termice, reologice și funcționale ale pectinei obținute prin fiecare tehnică de extracție, în condiții optime, au fost realizate cu următoarele aparate și echipamente de laborator: spectrofotometru UV-3600 Plus UV-Vis-NIR (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonia), sistem HPLC (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonia), spectrometru FT-IR Nicolet iS20 (Thermo Fisher Scientific, Waltham, Massachusetts, Statele Unite ale Americii), DSC 25 (TA Instruments, New Castle, Delaware, Statele Unite ale Americii), microscop Tescan Vega II LMU (Tescan Orsay Holding, Brno, Republica Cehă) și reometru Haake Mars 40 (Thermo Fisher Scientific, Waltham, Massachusetts, Statele Unite ale Americii). Rezultate obținute au fost comparate cu cele ale pectinei comerciale din citrice și din mere.

Randamentul de pectină extras prin metoda convențională și cele necoconvenționale de extracție este prezentat în tabelul 4.1. Așadar, cel mai mic randament obținut din tescovina de struguri din soiurile FN și RN, 8,83% și respectiv 8,94%, a rezultat prin extracția cu ultrasunete în puls (EUP), în timp ce randamentul cel mai mare de pectină din tescovina de struguri din soiul FN, 9,96%, a fost obținut prin extracția convențională (EC), iar pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul RN a fost obținut un randament de pectină de 11,23% prin extracția cu microunde (EM). În studiul dat EUP nu a generat un randament de pectină din tescovina de struguri din FN și RN, mai mare decât cel stabilit pentru EC.

Conform Comitetului mixt FAO/OMS de experți pentru aditivi alimentari și Comisiei Europene, pectina trebuie să conțină mai mult de 65% GalA pentru a putea fi utilizată ca aditiv în diferite domenii ale industriei alimentare (Khodaiyan & Parastouei, 2020).

Tabel 4.1. Randalamentul de extracție și proprietățile fizico-chimice ale pectinei obținute pentru fiecare metodă aplicată. Valorile medii și abaterea standard, în paranteze.

Parametru	FN			Valoare <i>F</i>	RN			Valoare <i>F</i>
	Metodă de extracție				Metodă de extracție			
	EC	EM	EUP		EC	EM	EUP	
RE (%)	9,96 (0,17) ^a	9,03 (0,21) ^b	8,83 (0,19) ^b	68,13 ^{***}	11,08 (0,08) ^b	11,23 (0,11) ^a	8,94 (0,26) ^c	1181,54 ^{***}
Proprietăți fizico-chimice								
GalA (g/100 g)	79,19 (0,13) ^c	81,24 (0,24) ^a	80,24 (0,17) ^b	576,67 ^{***}	80,05 (0,22) ^b	85,18 (0,09) ^a	78,64 (0,23) ^c	128,62 ^{***}
GE (%)	81,28 (0,14) ^b	82,29 (0,10) ^a	81,07 (0,21) ^b	6,30 [*]	80,86 (0,14) ^{ab}	83,11 (0,06) ^a	80,04 (0,05) ^b	4,38 ^{ns}
ME (g/mol)	778,42 (0,15) ^b	842,58 (0,12) ^a	756,03 (0,09) ^b	25,25 ^{**}	792,15 (0,21) ^b	898,44 (0,04) ^a	753,37 (0,13) ^c	108,27 ^{***}
CM (%)	6,42 (0,22) ^b	7,06 (0,13) ^a	5,89 (0,12) ^c	58,01 ^{***}	6,23 (0,07) ^b	7,11 (0,18) ^a	5,84 (0,09) ^c	66,01 ^{***}
MM (g/mol)	5,52 × 10 ⁴ (0,07) ^a	4,54 × 10 ⁴ (0,18) ^b	4,19 × 10 ⁴ (0,16) ^b	40,62 ^{***}	5,59 × 10 ⁴ (0,15) ^a	4,60 × 10 ⁴ (0,24) ^b	4,23 × 10 ⁴ (0,17) ^c	59,81 ^{***}

a-c Litere diferite în același rând indică diferențe semnificative între probe ($p < 0,0001$), ns – nesemnificativ ($p > 0,05$); * – $p < 0,01$, ** – $p < 0,001$, *** – $p < 0,0001$; FN – Fetească Neagră, RN – Rară Neagră, EC – extracție convențională, EM – extracție cu microunde, EUP – extracție cu ultrasunete în puls, RE – randament de extracție, GalA – acid galacturonic, GE – grad de esterificare, ME – masă echivalentă, CM – conținut de metoxil, MM – masă moleculară.

După cum se observă din tabelul 4.1, această cerință a fost îndeplinită pentru probele de pectină din acest studiu, în care s-a stabilit un conținut de GalA cuprins între 79,19 g/100 g (EC) și 81,24 g/100 g (EM) pentru pectina obținută din tescovina de struguri din soiul FN, iar pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul RN s-a prezentat valori cuprinse între 80,04 g/100 g (EUP) și 83,11 g/100 g (EM).

Gradul de esterificare reprezintă un parametru care influențează structura chimică, caracteristicile morfologice și proprietățile funcționale ale pectinei (Liang et al., 2022). Utilizarea microundelor a condus la un grad mai mare de esterificare al pectinei obținute prin EM, 82,29% și 83,11%, iar utilizarea ultrasunetelor a prezentat un grad mai mic de esterificare al pectinei obținute prin EUP, 81,07% și 80,04% pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiurile FN și respectiv RN.

Masa echivalentă a pectinei extrasă din tescovina de struguri din soiul FN a variat între 756,03 g/mol (EUP) și 842,56 g/mol (EM), iar pentru pectina obținută din tescovina de struguri din soiul RN, valorile determinate pentru acest parametru au fost cuprinse între 753,37 g/mol (EUP) și 898,44 g/mol (EM). În cazul acestui studiu, rezultatele obținute demonstrează că metoda de extracție a avut o influență semnificativă asupra masei echivalente ($p < 0,0001$). Cel mai mic conținut de metoxil pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiurile FN și RN a fost obținut prin EUP, 5,89% și respectiv 5,84%, iar cel mai mare conținut de metoxil a fost obținut prin EM, 7,06% și 7,11% pentru pectina FN, și respectiv pentru pectina RN.

Masa moleculară în acest studiu a variat între $4,19 \times 10^4$ g/mol (EUP) și $5,52 \times 10^4$ g/mol (EC) pentru probelor de pectină extrasă din tescovina de struguri din soiul FN, iar pentru probelor de pectină extrasă din tescovina de struguri din soiul RN, masa moleculară a prezentat valori de la $4,23 \times 10^4$ g/mol (EUP) până la $5,59 \times 10^4$ g/mol (EC). Conform valorilor obținute rezultă că, după GalA, arabinoza, glucoza și ramnoza au fost monoglucidele majoritare din compoziția probelor de pectină extrasă din tescovina de struguri din soiurile FN și RN.

Benzile de absorbție de la 2974-2930 cm^{-1} au fost caracteristice probelor de pectină analizate (EC, EM și EUP) și comerciale (pectină din mere și citrice), și au fost corelate cu vibrațiile de întindere simetrice și asimetrice ale legăturii C-H a grupării $-\text{CH}_2$ (Wang et al., 2015). O regiune principală pentru analiza structurii pectinei prin FT-IR a fost identificată între 1300 și 800 cm^{-1} , numită „regiunea de amprentă” a diferitor carbohidrați, care permite identificarea grupărilor chimice din structura poliglucidelor (Nandiyanto et al., 2019).

Temperatura de degradare a probelor analizate a variat de la 271,94 până la 279,75 °C pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul

FN, de la 267,47 până la 278,73 °C pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul RN, în timp ce pentru pectina comercială din mere s-a obținut o temperatură de 217,88 °C și 238,64 °C pentru pectina comercială din citrice; aceste rezultate pot fi atribuite prezenței H₂ legat de acidul galacturonic, ca și unei schimbări conformaționale a inelului de galacturonan (Wang et al., 2016). Mai mult, absența peak-urilor endoterme indică faptul că nu a avut loc o îndepărtare a apei legate din probele analizate (Dranca et al., 2020).

Dintre probele de pectină obținută din tescovina de struguri (FN și RN), pectina extrasă prin EM și EC a prezentat o suprafață uniformă, dar ușor fragmentată, datorită temperaturii ridicate și presiunii interne ridicate asociate tehnicii de extracție aplicate care a degradat suprafața peretelui celular a materialului vegetal analizat (Karbuž & Tugrul, 2021; Yang et al., 2018). Tratamentul cu ultrasunete în puls a condus la formarea unei suprafețe relativ grosieră cu o fragmentare pronunțată și dimensiune a particulelor relativ mică pentru probele de pectină extrasă din tescovina de struguri din soiurile FN și RN datorită presiunii interne și puterii ultrasunetelor (Karbuž & Tugrul, 2021).

Capacitatea de reținere a apei pentru probele comerciale și probele de pectină obținută din tescovina de struguri din soiurile FN și RN este prezentată în tabelul 4.2. Rezultatele au arătat că toate probele de pectină au prezentat o capacitate relativ ridicată, variind de la 2,18 g/g până la 3,19 g/g pentru pectina extrasă din tescovina de struguri din soiul FN, iar pentru pectina RN s-au obținut valori cuprinse între 2,17 și 3,09 g/g în comparație cu capacitatea de reținere a apei pentru probele comerciale, pectina din citrice, 3,24 g/g și pectina din mere, 3,29 g/g.

Capacitatea de emulsionare a probelor de pectină nu a fost influențată de către metoda de extracție ($p > 0,05$). Cea mai mare valoare a capacității de emulsionare, 2,39 g/g, a fost raportată pentru pectina comercială din mere, iar cea mai mică valoare, 2,07 g/g, a fost înregistrată pentru pectina comercială din citrice. Mai mult, trebuie de remarcat că sursa de pectină, structura și compoziția chimică sunt parametri care influențează capacitatea de emulsionare a pectinei (Yuan et al., 2018).

Metoda de extracție a influențat semnificativ capacitatea de legare a apei pentru probele de pectină obținută din tescovina de struguri din soiurile FN și RN ($p < 0,0001$). Cea mai mare capacitate de legare a apei, 14,35 ml/g, a fost obținută pentru pectina comercială din citrice, în timp ce cele mai mici valori, 5,39 ml/g și 5,95 ml/g au fost înregistrate pentru probele de pectină din tescovina de struguri din soiurile FN și respectiv RN extrasă prin EC. Mai mult, capacitatea de legare a apei este un parametru care afectează proprietatea pectinei de a forma filme și geluri.

Tabel 4.2. Parametrii termodinamici și proprietățile funcționale determinate pentru probele de pectină. Valorile medii și abaterea standard, în paranteze.

Parametru	FN				RN				PM	PC	Valoare <i>F</i>
	Metodă de extracție				Metodă de extracție						
	EC	EM	EUP		EC	EM	EUP				
Parametri termodinamici											
ΔH_d (J/g)	313,64 (0,09) ^a	306,24 (0,17) ^a	192,74 (0,12) ^d	292,47 (0,21) ^b	212,94 (0,08) ^c	117,64 (0,16) ^e	45,80 (0,07) ^f	30,08 (0,15) ^g	1533,29***		
T_d (°C)	271,94 (0,18) ^{ab}	276,73 (0,14) ^{ab}	279,75 (0,11) ^a	276,47 (0,09) ^{ab}	267,97 (0,05) ^b	278,73 (0,22) ^{ab}	217,88 (0,08) ^d	238,64 (0,13) ^c	37,90***		
Proprietăți funcționale											
CRA (g/g)	2,18 (0,09) ^c	3,15 (0,05) ^{ab}	3,19 (0,06) ^{ab}	2,17 (0,15) ^c	3,09 (0,11) ^b	3,07 (0,10) ^b	3,29 (0,12) ^a	3,24 (0,09) ^{ab}	61,36***		
CEP (g/g)	2,08 (0,10) ^c	2,21 (0,11) ^{abc}	2,19 (0,08) ^{bc}	2,16 (0,04) ^{bc}	2,29 (0,05) ^{ab}	2,21 (0,12) ^{abc}	2,39 (0,07) ^a	2,07 (0,08) ^c	2,88 ^{ns}		
CLA (ml/g)	5,39 (0,25) ^g	7,35 (0,16) ^e	12,32 (0,23) ^d	5,95 (0,24) ^f	7,46 (0,13) ^e	12,82 (0,17) ^e	13,86 (0,21) ^b	14,35 (0,18) ^a	528,26***		
AE (%)	37,38 (0,19) ^d	39,10 (0,23) ^c	34,21 (0,07) ^e	38,12 (0,11) ^d	40,02 (0,16) ^b	34,02 (0,08) ^e	44,18 (0,14) ^a	40,22 (0,21) ^b	149,87***		

^{a-c} Litere diferite în același rând indică diferențe semnificative între probe ($p < 0,0001$), ns – nesemnificativ ($p > 0,05$); * – $p < 0,01$, ** – $p < 0,001$, *** – $p < 0,0001$; FN – Fetească Neagră, RN – Rară Neagră, PM – pectină comercială din mere, PC – pectină comercială din citrice, EC – extracție convențională, EM – extracție cu microunde, EUP – extracție cu ultrasunete în puls, ΔH_d – entalpie de degradare, T_d – temperatură de degradare, CRA – capacitate de reținere a apei, CEP – capacitate de emulsifiere a pectinei, CLA – capacitate de legare a apei, AE – activitate de emulsifiere.

Cele mai valori ale activității de emulsionare au fost obținute pentru pectina comercială din mere (44,18%), pectina comercială din citrice (40,22%), 40,02% și respectiv 39,10% pentru pectina din tescovina de struguri din soiurile FN și RN extrasă prin EM. Emulsiile obținute au fost mai stabile la o temperatură mai scăzută, 4 °C în comparație cu temperatura de 25 °C, în prima zi de păstrare (fig. 4.1).

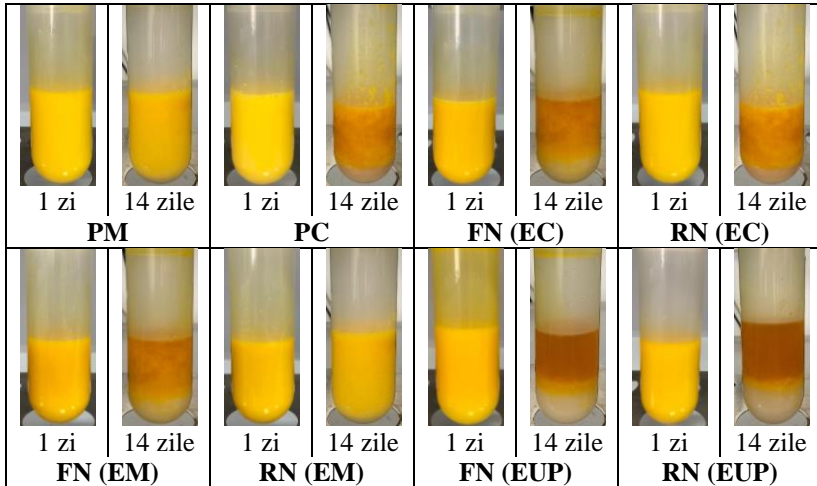


Fig. 4.1. Imaginile emulsiilor ale probelor de pectină comercială (pectină din mere – PM și pectină din citrice – PC) și ale probelor extrase din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră (FN) și Rară Neagră (RN) în prima zi și după 24 de zile de păstrare la temperatura de 4 °C

Cele mai mari valori ale stabilității emulsiilor au fost obținute la temperatura de 4 °C și respectiv 25 °C, în prima zi de păstrare, pentru pectina comercială din mere (80,12% și respectiv 78,52%), pectina comercială din citrice (79,57% și respectiv 76,02%), pectina din tescovina de struguri din soiurile FN (77,06% și respectiv 75,02%) și RN (79,14% și respectiv 77,17%) extrasă prin EM.

Pentru toate emulsiile de pectină s-a stabilit un comportament pseudoplastic cu efect de subțiere la forfecare. Emulsiile de pectină din tescovina de struguri soiurile FN și RN extrasă prin EC au prezentat un comportament vâscos în comparație cu celelalte probe, datorită unei mase moleculare mari și distribuției grupărilor hidrofile și hidrofobe de-a lungul lanțurilor poligalacturonice (Cui et al., 2020). În domeniul de frecvență studiat, modulul vâscos și modulul elastic au crescut proporțional cu frecvența. Emulsiile de pectină obținută din tescovina de struguri din soiurile

FN și RN extrasă prin metodele EC și EM au indicat formarea unei structuri mai vâscoase în comparație cu celelalte emulsii analizate.

Pentru soluțiile de pectină analizate s-a stabilit un comportament non-Newtonian asociat scăderii vâscozității dinamice odată cu mărirea tensiunii de forfecare utilizată. Acest rezultat este asociat unui comportament tipic al poliglucidelor, unde rețeaua tridimensională a moleculelor prezintă tendința de a-și modifica conformația, micșorându-se vâscozitatea (Abboud et al., 2020; Yu et al., 2021). Modulul elastic (G') s-a intersectat cu modulul vâscos (G''), astfel probele de pectină analizate pot fi caracterizate printr-o vâscoelasticitate ridicată. Conform rezultatelor, complianța de echilibru (J_e) a fost mai mare în cazul soluției de pectină din tescovina de struguri din FN extrasă prin EC și EUP, în timp ce cea mai mică valoare a fost determinată pentru soluția de pectină obținută din tescovina de struguri din RN extrasă prin aceleași metode.

Capitolul V prezintă *Concluzii generale* ale cercetărilor realizate în această teză de doctorat.

Teza de doctorat intitulată „CERCETĂRI PRIVIND VALORIFICAREA TESCOVINEI DE STRUGURI DIN SOIURI AUTOHTONE ÎN VEDEREA OBTINERII DE FIBRE ALIMENTARE” a urmărit ca studiile teoretice, precum și cele experimentale realizate să prezinte nivelul actual de cunoaștere și de dezvoltare cu privire la domeniul extracției și caracterizării fibrelor solubile (substanțe pectice) din tescovina de struguri. Această teză de doctorat prezintă potențialul de valorificare a tescovinei de struguri rezultate în urma procesului de presare a strugurilor la producerea mustului și importanța obținerii de fibre alimentare în vederea stabilirii proprietăților funcționale ale pectinei extrase. Din cadrul acestei lucrări rezultă următoarele concluzii generale:

- Tescovina de struguri este unul din principalele subproduse din industria vinului bogat în compuși lignocelulozici, polizaharide neutre, proteine structurale, substanțe pectice și fenolice care prezintă un interes de valorificare a pectinei cu utilizări în domeniul alimentar.
- Studiarea compoziției tescovinei de struguri, determinarea tehnicilor de extracție și caracterizarea proprietăților fizico-chimice a permis încadrarea acesteia ca sursă neconvențională de pectină.
- Pentru extracția pectinei s-a utilizat tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) deoarece sunt soiuri autohtone și ocupă o suprafață considerabilă din totalul principalelor soiuri nobile de struguri pentru vin înregistrate în cultură. Extracția fibrelor solubile din tescovina de struguri

- reprezintă un domeniu de interes cu privire la valorificarea subproduselor din industria vinului.
- Studiul asupra extracției și caracterizării pectinei din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) a fost realizat prin utilizarea echipamentelor din dotarea laboratoarelor Facultății de Inginerie Alimentară.
 - Studiul influenței temperaturii și pH-ului soluției a evidențiat că temperatura de 90 °C și pH 2 au influențat semnificativ randamentul de extracție și conținutul de acid galacturonic al pectinei obținute din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.).
 - Studiul asupra extracției convenționale a pectinei a indicat o influență semnificativă a condițiilor de extracție (dimensiunea particulelor, tipul de acid, soiul de struguri, temperatura, timpul și pH-ul soluției de extracție) asupra parametrilor fizico-chimici ale pectinei. S-a observat că cele mai bune rezultate (randament ridicat și grad mai mare de esterificare) se obțin prin utilizarea tescovinei de struguri cu dimensiuni ale particulelor de $\geq 125 - < 200 \mu\text{m}$, pH 2, temperatură de 90 °C, timp de 90 min și acid citric.
 - Studiul asupra extracției pectinei convenționale a prezentat o influență semnificativă a pH-ului, temperaturii și timpului asupra randamentului de extracție, gradului de esterificare, conținutului de acid galacturonic și masei moleculare.
 - Cercetările realizate asupra tehnicilor neconvenționale de extracție (extracție cu microunde și extracție cu ultrasunete în puls) au indicat că rezultate mai bune (randament de extracție ridicat, conținut mai mare de acid galacturonic, masă moleculară grad mai mare de esterificare) s-au obținut în cazul aplicării metodei de extracție cu microunde în comparație cu cele obținute pentru extracția cu ultrasunete în puls.
 - Utilizarea metodei de extracție cu microunde a dus la obținerea celui mai mare randament de extracție pentru pectina din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră (9,03%) și Rară Neagră (11,23%) în comparație cu metoda convențională și ultrasunete în puls.
 - Pectina obținută în condițiile optime de extracție cu microunde a avut caracteristici funcționale mai bune (capacitate mai mare de emulsionare a pectinei, capacitate mare de reținere și de legare a apei) în comparație cu pectina obținută în condițiile optime de extracție convențională și cu ultrasunete în puls.

- Emulsiile de pectină studiate au prezentat o scădere a vâscozității dinamice odată cu creșterea vitezei de deformare. Toate emulsiile au avut un comportament pseudoplastic care reprezintă un comportament specific emulsiilor.
- Analiza statistică a datelor experimentale a permis prelucrarea rezultatelor obținute în cadrul cercetărilor și a evidențiat influența semnificativă a condițiilor de extracție asupra proprietăților fizico-chimice și funcționale ale pectinei extrase din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.).

Studiile efectuate în cadrul acestei teze de doctorat oferă informații esențiale cu privire la extracția pectinei din tescovina de struguri. Contribuția originală a tezei este prezentată de evidențierea potențialului tescovinei de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră (*Vitis vinifera* L.) ca sursă neconvențională de pectină și de faptul că această lucrare este primul studiu complex care a permis o caracterizare avansată a pectinei extrase din tescovina de struguri din soiurile Fetească Neagră și Rară Neagră în vederea obținerii de geluri și emulsii.

DISEMINAREA REZULTATELOR CERCETĂRILOR

Rezultatele cercetărilor experimentale efectuate în vederea îndeplinirii obiectivelor stabilite au fost valorificate prin publicarea sau comunicarea unor lucrări științifice, după cum urmează:

A. Articole publicate în reviste indexate ISI Web of Knowledge

1. **Spinei M.** & Oroian M., 2022. Structural, functional and physicochemical properties of pectin from grape pomace as affected by different extraction techniques. *International Journal of Biological Macromolecules*. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.10.162> (factor de impact 8.025) – **articol Q1**
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S014181302-2024059>
2. **Spinei M.** & Oroian M., 2022. [Characterization of pectin from grape pomace: A comparison of conventional and pulsed ultrasound-assisted extraction techniques](#). *Foods*, 11(15), 2274. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods11152274> (factor de impact 5.561) – **articol Q1**
<https://www.mdpi.com/2304-8158/11/15/2274>
3. **Spinei M.** & Oroian M., 2022. [Microwave-assisted extraction of pectin from grape pomace](#). *Scientific Reports*, 12(1), 1-17. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-022-16858-0> (factor de impact 4.996) – **articol Q1**
<https://www.nature.com/articles/s41598-022-16858-0>
4. **Spinei M.** & Oroian M., 2022. [The influence of extraction conditions on the yield and physico-chemical parameters of pectin from grape pomace](#). *Polymers*, 14(7), 1378. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym14071378> (factor de impact 4.967) – **articol Q1**
<https://www.mdpi.com/2073-4360/14/7/1378>
5. **Spinei M.** & Oroian M., 2021. [The potential of grape pomace varieties as a dietary source of pectic substances](#). *Foods*, 10(4), 867. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods10040867> (factor de impact 5.561) – **articol Q1**
<https://www.mdpi.com/2304-8158/10/4/867>

B. Articole publicate în reviste indexate în Baze de Date Internaționale (BDI)

1. **Spinei M.** & Oroian M., 2021. Extraction temperature and pH as decisive factors for the yield and purity of grape pomace pectin. *Food and Environment Safety Journal*, 20(4), 314-321. DOI: <https://doi.org/10.4316/fens.2021.034>
<http://fens.usv.ro/index.php/FENS/article/view/844/764>

C. Lucrări comunicate la manifestări științifice internaționale

1. **Spinei M.** & Oroian M., 2022. Functional properties of grape pomace pectin *The 10th International Conference for Students „Student in Bucovina”*, Facultatea de Inginerie Alimentară, Universitatea „Ștefan cel Mare”, Suceava (România), 10 noiembrie 2022.
2. **Spinei M.** & Oroian M., 2022. The influence of pulsed ultrasound-assisted extraction of pectin from grape pomace. *European Biotechnology Congress, EUROBIOTECH 2022*, Praga (Republica Cehă), perioada 05.10.2022 – 07.10.2022.
3. **Spinei M.** & Oroian M., 2022. Grape pomace pectin: structural analysis. *The 88th International scientific conference of young scientists and students „Youth scientific achievements to the 21st century nutrition problem solution”*, Universitatea Națională de Tehnologii Alimentare din Kiev (Ucraina), perioada aprilie-mai 2022.
4. **Spinei M.** & Oroian M., 2022. Physico-chemical properties of pectin from grape pomace as affected by ultrasound extraction technique. *The 17th International Conference of Constructive Design and Technological Optimization in Machine Building Field (OPROTEH 2022)*, Universitatea „Vasile Alecsandri” din Bacău (România), perioada 25 – 27 mai 2022.
5. **Spinei M.** & Oroian M., 2022. Physicochemical properties of pectin from grape pomace as affected by microwave extraction technique. *Annual Scientific Student’s Conference*, Yuriy Fedkovych Universitatea Națională Cernăuți (Ucraina), perioada 6 – 7 mai 2022.
6. **Spinei M.** & Oroian M., 2021. The influence of conventional extraction on the yield and galacturonic acid of pectin from grape pomace. *The 8th Edition of the International Conference BIOTECHNOLOGIES, PRESENT AND PERSPECTIVES*,

Facultatea de Inginerie Alimentară, Universitatea „Ștefan cel Mare” din Suceava (România), 5 noiembrie 2021.

7. **Spinei M.** & Oroian M., 2021. Influence of physicochemical parameters on the yield of the grape pomace pectin. *The 87th Anniversary International scientific conference of young scientist and students „Youth scientific achievements to the 21st century nutrition problem solution”*, Universitatea Națională de Tehnologii Alimentare din Kiev (Ucraina), perioada 15 – 16 aprilie 2021.
8. **Spinei M.** & Oroian M., 2021. Influence of time, temperature, pH and particle size on the yield of grape pomace pectin. *The 9th International Conference for Students „Student in Bucovina”*, Facultatea de Inginerie Alimentară, Universitatea „Ștefan cel Mare” din Suceava (România), 18 decembrie 2020.

BIBLIOGRAFIE SELECTIVĂ

- Abboud, K. Y., Iacomini, M., Simas, F. F., & Cordeiro, L. M. C. (2020). High methoxyl pectin from the soluble dietary fiber of passion fruit peel forms weak gel without the requirement of sugar addition. *Carbohydrate Polymers*, 246, 116616.
- Beres, C., Costa, G. N. S., Cabezudo, I., da Silva-James, N. K., Teles, A. S. C., Cruz, A. P. G., Mellinger-Silva, C., Tonon, R. V., Cabral, L. M. C., & Freitas, S. P. (2017). Towards integral utilization of grape pomace from winemaking process: A review. In *Waste Management* (Vol. 68, pp. 581–594). Elsevier Ltd.
- Bourtoom, T. (2008). Factors affecting the properties of edible film prepared from mung bean proteins. *International Food Research Journal*, 15(2), 167–180.
- Boussetta, N., Lanoisellé, J. L., Bedel-Cloutour, C., & Vorobiev, E. (2009). Extraction of soluble matter from grape pomace by high voltage electrical discharges for polyphenol recovery: Effect of sulphur dioxide and thermal treatments. *Journal of Food Engineering*, 95(1), 192–198.
- Cui, J., Ren, W., Zhao, C., Gao, W., Tian, G., Bao, Y., Lian, Y., & Zheng, J. (2020). The structure–property relationships of acid- and alkali-extracted grapefruit peel pectins. *Carbohydrate Polymers*, 229, 115524.
- Dávila, I., Robles, E., Egüés, I., Labidi, J., & Gullón, P. (2017). The biorefinery concept for the industrial valorization of grape processing by-products. In C. M. Galanakis (Ed.), *Handbook of Grape Processing By-Products – Suitable Solutions* (Academic P, pp. 29–53).
- Dranca, F., Vargas, M., & Oroian, M. (2020). Physicochemical properties of pectin from *Malus domestica* ‘Fălticeni’ apple pomace as affected by non-conventional extraction techniques. *Food Hydrocolloids*, 100, 105383.
- Elleuch, M., Bedigian, D., Roiseux, O., Besbes, S., Blecker, C., & Attia, H. (2011). Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterisation, technological functionality and commercial applications: A review. *Food Chemistry*, 124(2), 411–421.
- Galanakis, C. M. (2012). Recovery of high added-value components from food wastes: Conventional, emerging technologies and commercialized applications. *Trends in Food Science & Technology*, 26(2), 68–87.
- Karbuž, P., & Tugrul, N. (2021). Microwave and ultrasound assisted extraction of pectin from various fruits peel. *Journal of Food Science and Technology*, 58(2), 641–650.

- Khodaiyan, F., & Parastouei, K. (2020). Co-optimization of pectin and polyphenols extraction from black mulberry pomace using an eco-friendly technique: Simultaneous recovery and characterization of products. *International Journal of Biological Macromolecules*, *164*, 1025–1036.
- Kjøniksen, A.-L., Hiorth, M., & Nyström, B. (2005). Association under shear flow in aqueous solutions of pectin. *European Polymer Journal*, *41*(4), 761–770.
- Lafka, T.-I., Sinanoglou, V., & Lazos, E. S. (2007). On the extraction and antioxidant activity of phenolic compounds from winery wastes. *Food Chemistry*, *104*(3), 1206–1214.
- Liang, W., Liao, J., Qi, J.-R., Jiang, W., & Yang, X. (2022). Physicochemical characteristics and functional properties of high methoxyl pectin with different degree of esterification. *Food Chemistry*, *375*, 131806.
- Mendes, J. A. S., Prozil, S. O., Evtuguin, D. V., & Lopes, L. P. C. (2013). Towards comprehensive utilization of winemaking residues: Characterization of grape skins from red grape pomaces of variety Touriga Nacional. *Industrial Crops and Products*, *43*(1), 25–32.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. (2019). How to read and interpret FTIR spectroscopy of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, *4*(1), 97.
- Nerantzis, E., & Tataridis, P. (2006). Integrated enology utilization of winery by-products into high added value products. *E – Journal of Science & Technology*, *1*(3), 79–89.
- Ngoumazong, E. D., Christiaens, S., Shpigelman, A., Van Loey, A., & Hendrickx, M. (2015). The emulsifying and emulsion-stabilizing properties of pectin: A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, *14*(6), 705–718.
- Panoullé, M., Ralet, M.-C., Bonnin, E., & Thibault, J.-F. (2007). Recovery and reuse of trimmings and pulps from fruit and vegetable processing. In K. W. Waldron (Ed.), *Handbook of waste management and co-product recovery in food processing* (pp. 417–447). Woodhead Publishing Limited.
- Sanhueza, L., Tello, M., Vivanco, M., Mendoza, L., & Wilkens, M. (2014). Relation between antibacterial activity against food transmitted pathogens and total phenolic compounds in grape pomace extracts from Cabernet Sauvignon and Syrah varieties. *Advances in Microbiology*, *4*(5), 225–232.
- Spinei, M., & Oroian, M. (2021). The potential of grape pomace varieties as a dietary source of pectic substances. *Foods*, *10*(4), 867.
- Teixeira, A., Baenas, N., Dominguez-Perles, R., Barros, A., Rosa, E.,

- Moreno, D., & Garcia-Viguera, C. (2014). Natural bioactive compounds from winery by-products as health promoters: A review. *International Journal of Molecular Sciences*, 15(9), 15638–15678.
- Tejada-Ortigoza, V., García-Amezquita, L. E., Serna-Saldívar, S. O., & Welti-Chanes, J. (2017). The dietary fiber profile of fruit peels and functionality modifications induced by high hydrostatic pressure treatments. *Food Science and Technology International*, 23(5), 396–402.
- Vanitha, T., & Khan, M. (2020). Role of pectin in food processing and food packaging. In *Pectins - Extraction, Purification, Characterization and Applications*. IntechOpen.
- Wang, W., Ma, X., Jiang, P., Hu, L., Zhi, Z., Chen, J., Ding, T., Ye, X., & Liu, D. (2016). Characterization of pectin from grapefruit peel: A comparison of ultrasound-assisted and conventional heating extractions. *Food Hydrocolloids*, 61, 730–739.
- Wang, W., Ma, X., Xu, Y., Cao, Y., Jiang, Z., Ding, T., Ye, X., & Liu, D. (2015). Ultrasound-assisted heating extraction of pectin from grapefruit peel: Optimization and comparison with the conventional method. *Food Chemistry*, 178, 106–114.
- Yang, J.-S., Mu, T.-H., & Ma, M.-M. (2018). Extraction, structure, and emulsifying properties of pectin from potato pulp. *Food Chemistry*, 244, 197–205.
- Yang, Y., Ma, S., Wang, X., & Zheng, X. (2017). Modification and application of dietary fiber in food. *Journal of Chemistry*, 2017, 1–8.
- Ye, Z., Harrison, R., Cheng, V. J., & Bekhit, A. E. A. (2016). Wine making by-products. In *Valorization of wine making by-products* (pp. 73–116). CRC Press.
- Yu, J., & Ahmedna, M. (2013). Functional components of grape pomace: their composition, biological properties and potential applications. *International Journal of Food Science & Technology*, 48(2), 221–237.
- Yu, M., Xia, Y., Zhou, M., Guo, Y., Zheng, J., & Zhang, Y. (2021). Effects of different extraction methods on structural and physicochemical properties of pectins from finger citron pomace. *Carbohydrate Polymers*, 258, 117662.
- Yuan, Y., Xu, X., Jing, C., Zou, P., Zhang, C., & Li, Y. (2018). Microwave assisted hydrothermal extraction of polysaccharides from *Ulva prolifera*: Functional properties and bioactivities. *Carbohydrate Polymers*, 181, 902–910.