



Universitatea
Transilvania
din Brașov

ȘCOALA DOCTORALĂ INTERDISCIPLINARĂ

Facultatea de Inginerie Tehnologică și Management Industrial

Ing. Cristina PĂDUREANU (căs. ALDEA)

**TITLU (română): MANAGEMENTUL INTEGRAT CALITATE-RISC
ÎN SISTEMELE DE FABRICAȚIE DIN INDUSTRIA ALIMENTARĂ
FERMENTATIVĂ**

**TITLU (engleză): INTEGRATED QUALITY-RISK MANAGEMENT
IN MANUFACTURING SYSTEMS OF THE FERMENTATIVE
FOOD INDUSTRY**

REZUMAT

Conducător științific

Prof. dr. ing. Anișor NEDELCU

BRAȘOV, 2024

Cuprins

PARTEA I - STADIUL ACTUAL PRIVIND MANAGEMENTUL INTEGRAT CALITATE-RISC ÎN SISTEMELE DE FABRICAȚIE DIN INDUSTRIA ALIMENTARĂ FERMENTATIVĂ.....	7
CAPITOLUL 1. O analiză de ansamblu asupra fermentației în industria alimentară - privind înapoi dintr-o nouă perspectivă.....	7
1.1 Introducere.....	7
1.2 Progrese tehnologice în fermentație.....	7
1.3 Fermentarea în industria alimentară ca alternativă ecologică pentru îmbunătățirea valorii nutriționale.....	8
1.4 Alimente fermentate și boli netransmisibile.....	8
1.8 Valorificarea deșeurilor alimentare prin fermentație.....	9
PARTEA II - CONTRIBUȚII TEORETICE PRIVIND MANAGEMENTUL INTEGRAT CALITATE-RISC ÎN SISTEMELE DE PRODUCȚIE A OȚETULUI	
CAPITOLUL 2. Degradările fermentative. Tipuri de oțet.....	9
2.1 Introducere.....	9
2.7 Istoria oțetului.....	10
CAPITOLUL 3. Stadiul actual privind metodele de fabricare a oțetului.....	10
3.1 Aspecte generale privind fabricare oțetului.....	10
CAPITOLUL 4. Scopul și obiectivele tezei de doctorat.....	11
4.1 Scopul tezei de doctorat.....	11
4.2 Obiectivele tezei de doctorat.....	11
Capitolul 5. Analiză bibliometrică în domeniul producției de oțet.....	13
5.1 Generalități privind valorificarea surplusului și a subproduselor din fructe în producția de oțet	13
5.2 Aspecte ale producției și comercializării oțetului.....	14
Capitolul 6. Cercetări privind utilizarea ultrasunetelor în tehnologia de obținere a oțetului.....	15
6.7 Utilizarea ultrasunetelor în industria alimentară.....	15

6.9 Utilizarea ultrasunetelor de înaltă frecvență în fermentație.....	15
6.10 Efectele tratamentului cu ultrasunete asupra polifenolilor și bioactivității lor	15
Capitolul 7. Managementul calitate – risc în tehnologia de fabricație a oțetului	16
7.1 Managementul calității în industria de fabricare a oțetului.....	16
7.2. ISO 9004 Un standard stimulant de management al calității pentru liderii creativi ai organizației sustenabile contemporane	16
7.9 Abordări actuale ale Sistemelor de Management pentru industria alimentară	16
PARTEA A III-A. STUDII ȘI CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND MANAGEMENTUL TRATAMENTULUI CU ULTRASUNETE ÎN TIMPUL PROCESULUI FABRICARE A OȚETULUI. CERCETĂRI EFECTUATE ÎN CONDIȚII DE LABORATOR.....	17
CAPITOLUL 8. Cercetări experimentale asupra aplicării tratamentului cu ultrasunete în timpul procesului de obținere a oțetului în condiții de laborator.....	17
8.2 Planul cercetărilor experimentale	17
8.3. Materii prime utilizate pentru cercetările experimentale	17
8.4 Cercetări experimentale privind conținutul total de polifenoli, antociani și proprietățile antioxidante ale unor oțeturi obținute din fructe de pădure	18
8.4.1 Obținerea oțetului de fructe de pădure	18
8.4.2 Analiza fizică și chimică generală a substraturilor de fermentație și a probelor de oțet.....	19
8.4.2.1 Determinarea acidității totale la oțet – metoda titrimetrică STAS 6182/14-72	19
8.4.2.2 Substanța uscată solubilă.....	20
8.4.2.3. Conținutul total de polifenoli reactivul Folin-Ciocalteu	20
8.4.2.4. Conținut total de antociani monomerici	21
8.4.2.5. Testul DPPH.....	21
8.4.2.6. Analize statistice	21
8.5. Rezultate.....	22
8.5.1. Variantele de oțet obținute și proprietățile lor fizico-chimice.....	22
8.5.2. Conținutul total de fenoli (CTP) al CTP de variante de oțet.....	23
8.5.3. Conținutul total de antociani monomerici (CTA) al variantelor de oțet.....	25
8.5.4 Capacitatea antioxidantă a oțetului	25
8.6 Influența ultrasunetelor asupra conținutului de polifenoli în procesul tehnologic de obținere a oțetului din afine	26
8.6.1 Producția variantelor de oțet de afine	27
8.6.2 Aciditate titrabilă, pH și Substanțe Solubile Totale	27
8.6.3 Tratamentul cu ultrasunete	27
8.6.6 Metoda ABTS	28

8.6.7 Metoda DPPH	28
8.6.8 Analiza HPLC	28
8.6.9 Analiza senzorială	28
8.6.10 Analiza statistică.....	28
8.7 Rezultate și discuții.....	29
8.7.1 Analiza materiei prime (afine) și a sucurilor de afine obținute	29
8.7.3 Conținutul total de fenoli și conținutul total de antocianine al oțeturilor de afine	29
8.7.4 Capacitatea antioxidantă a oțeturilor de fructe de pădure	31
8.7.5 Analiza HPLC a compușilor fenolici.....	32
8.8. Concluzii asupra influenței tratamentului cu ultrasunete aplicat ca pre-tratament fructelor utilizate la fabricarea oțetului	32
Capitolul 9. Implementarea sistemului de management al siguranței alimentare în condițiile utilizării tratamentului cu ultrasunete ca etapă de proces în tehnologia obținerii oțetului.....	34
9.1. Stabilirea programelor preliminariei operaționale (Bune Practici de Fabricație - BPF și Bune Practici de Igienă - BPI) pentru obținerea oțetului.....	34
CONCLUZII GENERALE. CONTRIBUȚII ORIGINALE. DIRECȚII VIITOARE	34
CAPITOLUL 10: Concluzii cu caracter general și sumarul contribuțiilor.....	34
BIBLIOGRAFIE SELECTIVĂ	39

INTRODUCERE

Alimentele funcționale fermentate au apărut ca un subsector al industriei alimentare funcționale, care a crescut constant în ultimii ani.

Fermentarea are multe beneficii potențiale pentru sănătate precum: aportul de bacterii lactice benefice, ajută metabolismul, o disponibilitate nutrițională crescută, o stare de spirit și un comportament îmbunătățit, dar și beneficii pentru sănătatea cardiovasculară.

Lactatele și carnea sunt cele mai populare produse fermentate consumate pe scară largă. Pe de altă parte, alături de lactate și carne, fructele și legumele fermentate sunt bine cunoscute pentru consumul lor la nivel mondial și pentru beneficiile pentru sănătate.

Conștientizarea beneficiilor proteinelor alternative a extins recent consumul de produse fermentate care au ca ingrediente de bază insecte și alge marine. Mai mult, pentru a maximiza eficiența de bioconversie a deșeurilor alimentare, este necesar să se optimizeze deșeurile provenite din alimente și să se utilizeze metode biotehnologice de ultimă oră.

Tehnicile inovatoare, cum ar fi fermentația de precizie, sunt potrivite pentru a produce proteinele dorite, lipidele și carbohidrații, deoarece permit generarea de molecule cu constituții similare cu omologii lor cultivați în mod convențional.

În viitor, industriile de fermentație vor funcționa continuu, se pot instala automatizări, iar acest lucru va duce la o reducere a implicării umane și la prevenirea greșelilor. În fermentația viitoare, în locul oțelului pot fi folosite materiale ieftine, cum ar fi plasticul, cimentul sau ceramica.

În viitor, Inteligența Artificială va fi responsabilă de controlul fermentației, oferind astfel procese mai eficiente, sterile și mai puține energie, apă și forță de muncă.

O altă linie de cercetare viitoare ar putea fi utilizarea tehnologiilor inovatoare precum presiune hidrostatică înaltă, ultrasunete, microunde, câmpuri electrice pulsate și etc., și a efectele acestor în producția de oțet de fructe cu standarde de înaltă calitate. Unele dintre ele au fost testate pentru producerea de oțet din struguri, iar rezultatele au fost promițătoare.

Scopul acestei cercetări a constat în testarea tehnologiei ultrasunetelor pe soiuri diferite de fructe, eventual chiar cultivate în zone diferite, pentru a observa influența ultrasunetelor asupra procesului de extracție a diferiților compuși în timpul procesului de fabricare a oțetului.

În CAPITOLUL 1: **O analiză de ansamblu asupra fermentației în industria alimentară - privind înapoi dintr-o nouă perspectivă** au fost studiate rapoarte și articole științifice referitoare la fermentație și beneficiile ei.

Cercetările științifice au demonstrat numeroase beneficii pentru sănătate asociate cu consumul de alimente fermentate: scăderea nivelului de colesterol; întărirea sistemului imunitar; protecție împotriva infecțiilor, cancerului, osteoporozei, obezității, diabetului, alergiilor și aterosclerozei; precum și reducerea sensibilității la lactoză.

Bolile netransmisibile, precum bolile cardiovasculare, diabetul de tip 2, cancerul și alergiile, au devenit mai prevalente. Consumul de alimente fermentate poate reduce riscul apariției acestor boli datorită proprietăților benefice ale peptidelor bioactive produse în timpul fermentației (Şanlier ș.a., 2019).

Fermentația necesită mai puțin teren, generează mai puține emisii de gaze cu efect de seră și consumă mai puțină apă decât agricultura convențională. În plus, tehnologia de fermentație valorifică deșeurile alimentare pentru a produce subproduse valoroase precum enzime, pigmenți și biocombustibili (Knorr și Augustin, 2022).

Tot în acest capitol este o prezentare generală despre semnificația culturală și importanța ecologică a fermentației, a progreselor tehnologice ale băuturilor și alimentelor fermentate, beneficiile pentru sănătate, valoarea nutrițională și informații microbiologice asupra diferitelor alimente fermentate.

Există, de asemenea, o discuție la nivel mondial despre modul în care revoluția industrială a afectat procesul de alimente fermentate și despre modul în care fermentația este folosită pentru a valorifica risipa alimentară.

Creșterea populației globale se corelează adesea cu creșterea cererii de alimente. Industrializarea generează cantități mari de deșeuri alimentare și se simte lipsa unor strategii adecvate de gestionare a deșeurilor.

Sunt estimări din care rezultă că până în 2030, vor fi generate anual 2,1 miliarde de tone de deșeuri alimentare. Industriile agricole și de prelucrare a alimentelor se confruntă cu două provocări majore,

pe de o parte, este esențial să se limiteze impactul acestora asupra mediului pentru a minimiza efectele schimbărilor climatice și insuficiența alternativelor superioare la dietele care promovează sănătatea (Rastogi ș.a., 2022).

Penuria de alimente și consecințele asupra mediului rezultă din pierderea și irosirea producției agricole în timpul procesării și distribuției. O proporție mare de nutrienți se găsește în deșeurile de prelucrare a alimentelor pe bază de plante, inclusiv pulpă, coji și siloz, dar aceste materiale sunt de obicei aruncate în gropile de gunoi sau sunt spălate, provocând epuizarea rapidă a oxigenului dizolvat.

Fermentarea în industria alimentară este o alternativă ecologică pentru îmbunătățirea valorii nutriționale a produselor.

Din ce în ce mai multe produse pot fi obținute prin fermentare printr-un proces sigur, ecologic și durabil. Cu toate acestea, pentru ca această tehnologie să fie din ce în ce mai competitivă în viitor, unele probleme trebuie rezolvate. Unele dintre acestea sunt deficitul de apă dulce, consumul mare de energie, contaminarea microbiană, complexitatea operațiunilor sterile, utilizarea slabă a oxigenului în culturi, ingredientele legate de alimente ca substrat. Din aceste motive, viitoarele procese de fermentație ar trebui să fie mai eficiente.

În CAPITOLUL 2: **Degradările fermentative. Tipuri de oțet** se realizează o clasificare și o descriere a degradărilor fermentative, sunt prezentate principalele tipuri de oțet cu beneficiile lor. Sunt analizate tipurile de fermentații și se prezintă compoziția chimică a oțetului.

Tot în acest capitol sunt prezentate tipurile de fermentații întâlnite în industria alimentară: fermentația lactică, utilizată în producerea iaurturilor, brânzeturilor și a altor produse lactate fermentate; fermentația alcoolică folosită pentru producerea băuturilor alcoolice precum berea și vinul; fermentația propionică utilizată pentru producerea de acid propionic, care are aplicații în conservarea alimentelor; fermentația acetică folosită în producerea oțetului; fermentația malo-lactică utilizată în vinificație pentru a îmbunătăți gustul vinului prin reducerea acidității acestuia. Sunt descrise și microorganismele reprezentative implicate procesele fermentative din industria alimentară.

În CAPITOLUL 3: **Stadiul actual privind metodele de fabricare a oțetului** cuprinde un studiu privind noile procedee de obținere a oțetului, de maturare, tratamente după maturare etc.

Principiul esențial al producției de oțet constă în maximizarea suprafeței de contact între materia primă, bacteriile acetice și aer, pentru a asigura o oxidare completă a alcoolului etilic conținut în materia primă. Diversele tehnici industriale utilizate în fabricarea oțetului se disting prin utilizarea diferitelor tipuri de echipamente.

CAPITOLUL 4. **Scopul și obiectivele tezei de doctorat** prezintă obiectivele tezei de doctorat.

În CAPITOLUL 5: **Analiză bibliometrică în domeniul producției de oțet** s-a analizat randamentul cercetărilor științifice în domeniul tehnologiei oțetului publicate în literatura de specialitate, precum și cele mai semnificative tendințe din domeniu.

Rezultatele obținute redau stadiul actual al literaturii de specialitate, evidențiind cele mai elocvente reviste din domeniu, autori și cuvintele cheie în tendințe.

Analizând ce mai recente articole științifice, au fost identificate tendințe emergente în cercetarea oțetului. Se crede că analizele amănunțite ale datelor omice vor crea un accent emergent în microorganisme, reprezentând în același timp un mijloc de determinare a descrierii spațio-temporale

a ecologiei microbiene în fermentarea oțetului. Acest tip de cercetare va cuprinde, de asemenea, identificarea chemomei aromatice de bază a oțetului prin utilizarea unui model chimiometric uniform pentru a integra date cu mai multe surse.

Chiar dacă există numeroase articole științifice legate producerea oțetului, mai sunt necesare multe cercetări pentru a determina condițiile ideale pentru producerea oțetului din fructe, procese biotehnologice optimizate din care rezultă o rentabilitate mai mare a produsului. Din moment ce inițiatorii comerciali nu utilizează fermentația acetică, acest lucru poate duce la probleme în producția de oțeturi și rezultă pierderi economice.

O altă linie de cercetare viitoare ar putea fi utilizarea tehnologiilor inovatoare precum presiune hidrostatică înaltă, ultrasunete, microunde, câmpuri electrice pulsate și etc., și a efectele acestor în producția de oțet de fructe cu standarde de înaltă calitate. Unele dintre ele au fost testate pentru producerea de oțet din struguri, iar rezultatele au fost promițătoare.

În Capitolul 6: **Cercetări privind utilizarea ultrasunetelor în tehnologia de obținere a oțetului** sunt studiate noi tehnologii aplicate pe fluxul tehnologic de obținere a oțetului. Numeroase cercetări din domeniul confirmă interesul actual pentru o varietate de tehnologii emergente capabile să genereze produse economice și de înaltă calitate. Studiile efectuate au demonstrat avantajele acestor tehnologii emergente în procesul de obținere a oțetului. Implementarea tehnologiilor emergente ar putea oferi consumatorilor produse superioare, cu valoare adăugată din punct de vedere al caracteristicilor nutriționale și senzoriale, asigurând totodată un profit mai mare pentru industrie prin reducerea duratei procesului și utilizarea eficientă a resurselor naturale, a energiei și a materiilor prime.

CAPITOLUL 7. Intitulat **Analiza stadiului actual privind managementul calitate – risc în tehnologia de fabricație a oțetului** este analizat managementul calității din industria oțetului.

În acest capitol sunt analizate standarde de management al calității astfel încât companiile care activează în domeniul producerii oțetului să recunoască în permanență provocările pentru eficacitate și eficiență în circumstanțele externe și interne.

În acest capitol sunt analizate și abordările actuale ale Sistemelor de Management pentru industria alimentară. Analiza Riscurilor și Punctelor Critice de Control (HACCP) bazată pe ISO 9001, ca parte a unui sistem de calitate, nu numai că reușește să ofere siguranță produselor, dar asigură și o implementare mai bună și mai eficientă a întregului sistem de calitate. Producătorii de alimente sunt obligați prin legislație să aplice HACCP, în timp ce, celelalte sisteme sunt aplicate în mod voluntar în industria alimentară.

În CAPITOLUL 8. **Cercetări experimentale asupra aplicării tratamentului cu ultrasunete în timpul procesului de obținere a oțetului în condiții de laborator** au fost efectuate cercetări având drept scop:

- intensificarea extracției compușilor fenolici în timpul fabricării oțetului prin utilizarea tratamentului cu ultrasunete ca tehnologie emergentă
- dezvoltarea și extinderea procesului de ultrasonare de la nivel de laborator la nivel industrial.
- efectul unor parametri de ultrasonare (amplitudine, temperatură, durată) asupra conținutului total de polifenoli și a proprietăților antioxidante a oțetului din fructe;
- efectul tratamentelor cu ultrasunete asupra unor microorganisme în timpul procesului de obținere a oțetului;

- optimizarea proprietăților antioxidante ale oțetului de afine, zmeură și mure obținut din substraturi tratate cu ultrasunete.

Datele obținute au demonstrat că oțetul de afine tratat și optimizat cu ultrasunete a fost de o calitate superioară în raport cu conținutul de polifenoli și antociani, având în același timp proprietăți antioxidante mai bune. Pentru valorile optime ale tuturor acestor parametri, cele mai bune valori găsite pentru amplitudinea și durata US au fost de 78,50%, respectiv 3,95 min.

CAPITOLUL 9. Implementarea sistemului de management al siguranței alimentare în condițiile utilizării tratamentului cu ultrasunete ca etapă de proces în tehnologia obținerii oțetului conține toate etapele parcurse pentru implementarea planului HACCP în sistemul de management al siguranței alimentare pentru producția de oțeturi, folosind tehnologia de tratament cu ultrasunete.

CAPITOLUL 10 intitulat Concluzii cu caracter general și sumarul contribuțiilor prezintă o sinteză a cercetărilor întreprinse și evidențiază aportul original în domeniul tehnologiei și managementului de obținere a oțetului utilizând tratamentul cu ultrasunete ca operație nou introdusă, cu scopul creșterii gradului de extracție a compușilor biologic activi. În același context au fost identificate o serie întreagă de probleme de cercetare nerezolvate, probleme ce se pot constitui ușor în direcții viitoare de cercetare.

PARTEA I - STADIUL ACTUAL PRIVIND MANAGEMENTUL INTEGRAT CALITATE-RISC ÎN SISTEMELE DE FABRICAȚIE DIN INDUSTRIA ALIMENTARĂ FERMENTATIVĂ

CAPITOLUL 1. O analiză de ansamblu asupra fermentației în industria alimentară - privind înapoi dintr-o nouă perspectivă

1.1 Introducere

Beneficiile fermentației: stabilitate crescută la depozitare, produsele fermentate sunt mai rezistente la degradare, având o durată de viață mai lungă; risc redus de intoxicație alimentară, fermentația reduce cantitatea de toxine și agenți patogeni din alimente; îmbunătățirea digestiei, fermentația descompune compușii alimentari în forme mai ușor de digerat; conținut ridicat de probiotice, bacteriile benefice din alimentele fermentate sprijină digestia și absorbția nutrienților.

Cercetările științifice au demonstrat numeroase beneficii pentru sănătate asociate cu consumul de alimente fermentate: scăderea nivelului de colesterol; întărirea sistemului imunitar; protecție împotriva infecțiilor, cancerului, osteoporozei, obezității, diabetului, alergiilor și aterosclerozei; reducerea sensibilității la lactoză (Tamang și Thapa, 2022; Șanlier ș.a., 2019).

În concluzie, fermentația este o metodă tradițională și modernă de conservare și îmbunătățire a alimentelor, cu beneficii extinse pentru sănătate și mediu. Tehnologiile avansate de fermentație oferă soluții sustenabile pentru producția alimentară și valorificarea resurselor disponibile.

1.2 Progrese tehnologice în fermentație

Procesul de fermentație cuprinde activitatea biochimică a organismelor de-a lungul ciclului lor de viață, de la creștere până la moarte. Producția la scară industrială de alimente, produse farmaceutice și băuturi alcoolice utilizează tehnologia de fermentație alimentată de aceste organisme. Tehnologia fermentației industriale se bazează pe principiul fundamental al cultivării organismelor în condiții optime.

Sistemele cu ultrasunete sunt ușor de aplicat la scară industrială, deoarece nu necesită imersarea produsului într-un mediu lichid. Acest lucru permite menținerea compușilor nutritivi hidrofili, permițând utilizarea acestor sisteme la scară largă. În plus, aplicarea ultrasunetelor are ca rezultat îmbunătățirea caracteristicilor fiziologice, fitochimice, biochimice și organoleptice ale băuturilor alcoolice. Celotti și colab. (2020) au investigat influența ultrasunetelor de mare putere asupra nivelurilor de antociani și fenoli în vinurile roșii tinere. După 15 și 30 de zile de păstrare, conținutul de tanin al vinului ultrasonat la o amplitudine mare (81%), a scăzut cu 15%, respectiv 40%.

1.3 Fermentarea în industria alimentară ca alternativă ecologică pentru îmbunătățirea valorii nutriționale

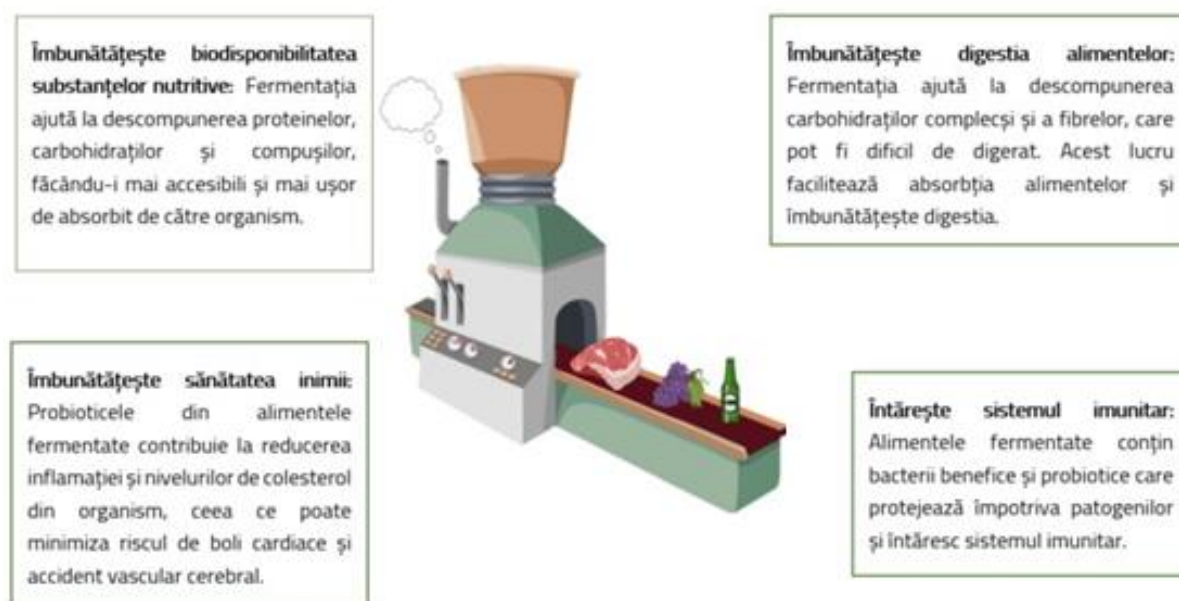


Figura 1.1 Beneficiile principale ale fermentației (Shaida ș.a., 2023)

Creșterea populației globale se corelează adesea cu creșterea cererii de alimente. Industrializarea generează cantități mari de deșeuri alimentare și se simte lipsa unor strategii adecvate de gestionare a deșeurilor (Ng ș.a., 2020).

Tehnologia de fermentare a alimentelor are o serie de avantaje, inclusiv beneficii pentru mediu și sănătate (Paramithiotis ș.a., 2022; Rastogi ș.a., 2022).

În plus, fermentația poate produce alimente hrănitoare și provizii alimentare durabile. În comparație cu metodele tradiționale de sinteză chimică, fermentația este mai flexibilă, mai rentabilă și mai ecologică (Figura 1.1).

1.4 Alimente fermentate și boli netransmisibile

Obiceiurile alimentare sunt semnificative în ierarhia factorilor esențiali care declanșează bolile netransmisibile (BNT). Acizii grași saturați mari, sodiul, un stil de viață sedentar și o dietă săracă în fructe și legume sunt câțiva factori de risc pentru dezvoltarea BNT (Angeles-Agdeppa ș.a., 2020).

Beneficiile pentru sănătate generate de produsele fermentate sunt considerate în principal activități metabolice ale comunității microbiene fermentante sau metabolizării lor biologic active. Ca exemplu, s-a descoperit că diferite LAB-uri produc exopolizaharide (EPS) în timpul fermentației. Produsele EPS au

fost legate de diferite beneficii pentru sănătate, inclusiv efecte antidiabetice, de reducere a colesterolului, antioxidante și imunomodulatoare (Nampoothiri ș.a., 2017; Patel și Prajapat, 2013).

1.8 Valorificarea deșeurilor alimentare prin fermentație

Deșeurile alimentare (FW) cuprind carbohidrați complecși, proteine, lipide, acizi organici, enzime și nutraceutice (Carmona-Cabello ș.a., 2018; O'Connor ș.a., 2021; Ravindran și Jaiswal 2016).

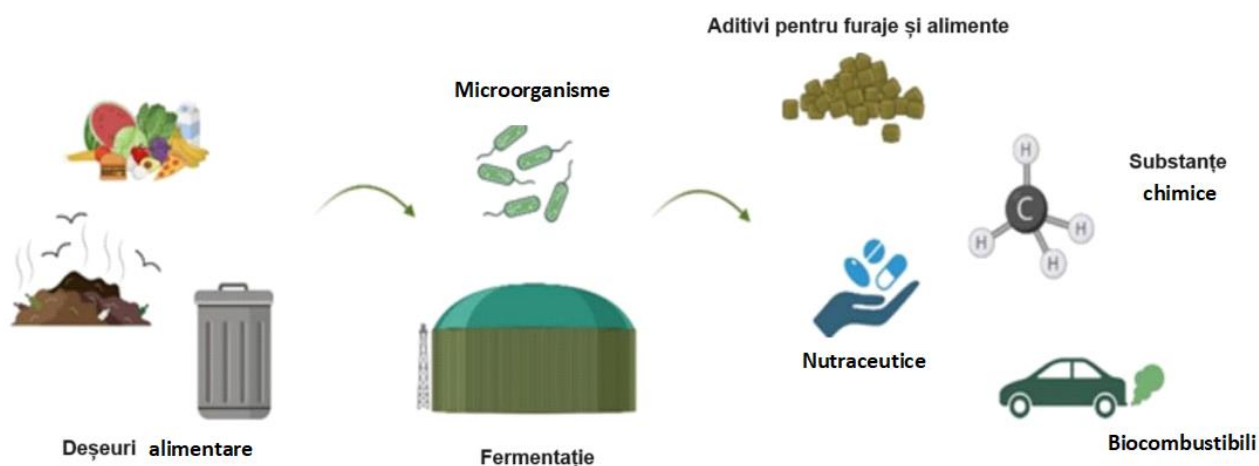


Figura 1.2 Valorificarea resturilor alimentare prin fermentație (creat de BioRender.com)

Deși definiția deșeurilor a fost dezbătută pe scară largă, conform Organizației pentru Alimentație și Agricultură (FAO), este definită ca fiind „pierderile totale de alimente calitative și cantitative apărute în timpul procesului lanțului de aprovizionare, care se întâmplă în diferite etape precum producție, post-recoltare, și prelucrare”. FW este de obicei considerat un deșeu nepericulos, cu excepția deșeurilor de origine animală strict controlate de regulamentul european (CE) nr. 1069/2009. FW devine o problemă în creștere și vitală la nivel local și global.

Intenționând să valorifice deșeurile alimentare, mai multe tehnologii utilizează fermentația acidogenă (Figura 1.2) cu comunități microbiene anaerobe generând astfel din deșeurile alimentare diferite produse cu valoare adăugată (Ortiz-Sanchez ș.a., 2023).

CAPITOLUL 2. Degradările fermentative. Tipuri de oțet

2.1 Introducere

Exploatarea industrială a microorganismelor constituie, în mare parte, industria fermentativă. Termenul "fermentație" derivă din verbul latin "fervere," care înseamnă "a fierbe." La început, denumirea era strâns legată de fermentația alcoolică și de faza ei inițială, în care datorită eliberării de dioxid de carbon se formează spumă la suprafața lichidului, dând impresia unui proces de fierbere. Sensul termenului s-a extins ulterior, incluzând toate procesele de oxido-reducere prin care substanțele organice, sursele de carbon și cele de energie sunt transformate în diferiți produși de fermentație.

Fermentația joacă un rol crucial în industria alimentară, biochimică și farmaceutică, datorită capacității sale de a transforma substraturile organice în produse de mare valoare economică și

nutrițională. Avansurile în biotehnologie și utilizarea culturilor starter au permis obținerea unor produse mai sigure, mai uniforme și de calitate superioară. Astfel, fermentația rămâne o tehnologie esențială pentru producția alimentară și sustenabilitatea industrială.

2.7 Istoria oțetului

Denumirea de "oțet" vine din limba latină ("vinum acre"), de la care a derivat locuțiunea franceză "vin-aigre", care tradus în limba română înseamnă "vin acru"; în prezent, termenul este utilizat pentru desemnarea tuturor variantelor de oțet, rezultate în urma fermentației acetice a etanolului, de diferite origini. Obținerea vinului este o preocupare de cel puțin 10 000 de ani și implicit, se presupune că și existența oțetului are aceeași vechime (Duddington, 1962; Galoppini și Fiorentini, 1984). În antichitate, nu se cunoșteau factorii care determinau transformarea vinului în oțet, deși oțetirea în sine a vinului era o "boală" arhicunoscută.

În lume se produc diferite tipuri de oțet, în funcție de materiile prime și metodele de fabricație. Printre varietățile de oțet disponibile, cele mai răspândite includ "oțetul de mere", "oțetul balsamic", "oțetul de vin", "oțetul de orez" și "oțetul de malț". Aceste tipuri sunt produse în diferite regiuni ale lumii și sunt cunoscute pentru calitatea lor distinctivă.

Oțetul, reprezintă produsul final obținut prin fermentația acetică a lichidelor alcoolice, în prezența bacteriilor acetice, figura 2.4. Bacteriile acetice în contact cu aerul, se dezvoltă rapid la suprafața lichidelor alcoolice, unde formează o peliculă mai mult sau mai puțin compactă (Fumi ș.a., 1992) și transformă etanolul din mediul respectiv, în acid acetic.

Reacția chimică generală de obținere a oțetului este (Ebner, 1982):

CAPITOLUL 3. Stadiul actual privind metodele de fabricare a oțetului

3.1 Aspecte generale privind fabricare oțetului

Procesul tehnologic pentru producerea oțetului nu diferă în mod substanțial, indiferent de tipul de substrat alcoolic utilizat: vin; soluție hidroalcoolică preparată din spirt.

Schema de principiu privin obținerea oțetului din diferite materii prime este prezentată în figura 3.1.

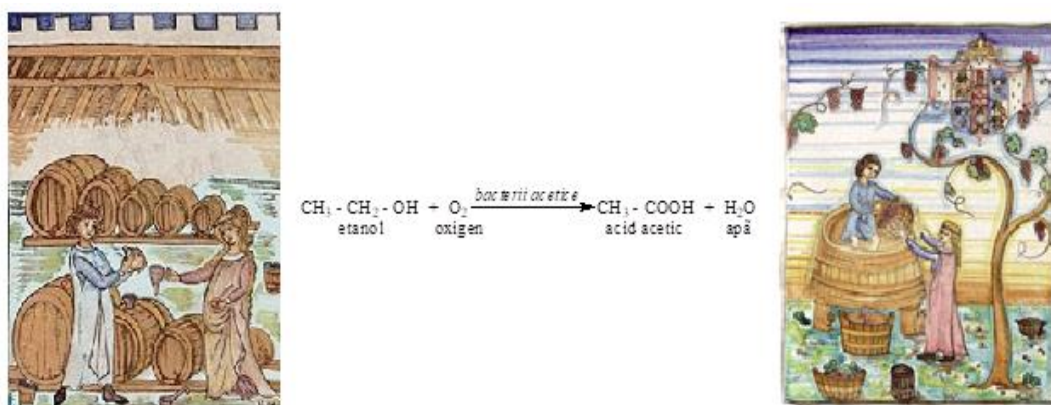


Figura 2.4 Transformarea alcoolului etilic în acid acetic

Principiul esențial al producției de oțet constă în maximizarea suprafeței de contact între materia primă, bacteriile acetice și aer, pentru a asigura o oxidare completă a alcoolului etilic conținut în materia primă. Diversele tehnici industriale utilizate în fabricarea oțetului se disting prin utilizarea diferitelor tipuri de echipamente.

Materiile prime folosite în fermentația acetică includ vinuri alterate și cu conținut scăzut de alcool, alcooluri provenite din sucuri de fructe, cereale, sfeclă sau cartofi, fie rafinate sau diluate, materiale amidonoase, și altele.

CAPITOLUL 4. Scopul și obiectivele tezei de doctorat

4.1 Scopul tezei de doctorat

Tema de cercetare ce face subiectul prezentei teze de doctorat este formulată în acord cu tendința cercetărilor recente identificate în referințele de specialitate, referințe ce se regăsesc în bibliografia prezentată în final.

4.2 Obiectivele tezei de doctorat

Obiectivul general al tezei de doctorat este: **Identificarea factorilor tehnologici și manageriali utilizabili la aplicarea tratamentului cu ultrasunete în procesul de obținere a oțetului factori care conduc la creșterea gradului de extracție a compușilor biologic activi și a reducerii timpilor de procesare.**

Teza de doctorat își propune următoarele obiective operaționale:

O.1. Analiza stadiului actual al realizărilor în domeniul tehnologiilor și managementului de fabricație a oțetului

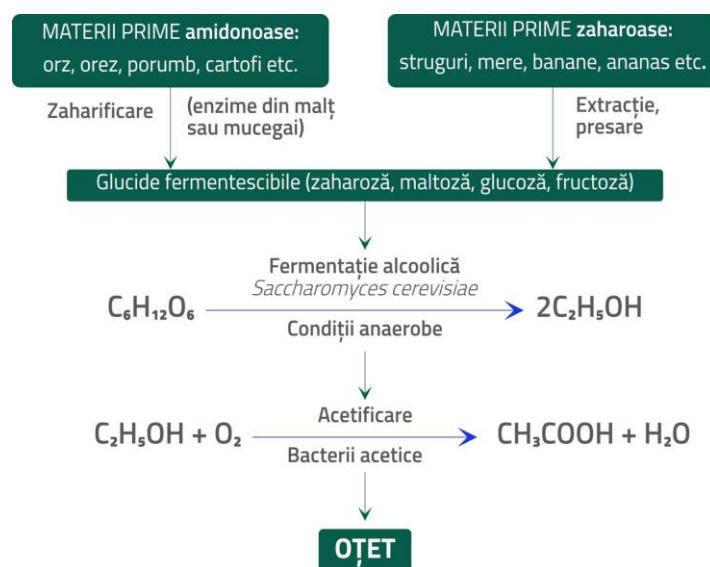


Figura 3.1 Procesul tehnologic general pentru producerea oțetului din materii prime amidonoase și zaharoase

Acest obiectiv vizează determinarea nivelului actual atins în cunoașterea aplicării sistemelor convenționale utilizate pentru fabricarea oțetului, a compușilor chimici de natură fenolică din fructe, a metodelor uzuale de extracție și a noilor tehnologii utilizate pentru creșterea gradului de extracție a compușilor fenolici în timpul tehnologiei de fabricație a oțeturilor. De asemenea, este vizat nivelul

actual atins al sistemelor de management pentru industria alimentară, precum și identificarea factorilor neabordați în literatura de specialitate.

O.2.Caracterizarea efectelor și identificarea problemelor generate de utilizarea tratamentului cu ultrasunete în timpul obținerii oțetului

Acest obiectiv vizează analiza și sinteza referențialului bibliografic în ceea ce privește sistemele ultrasonice utilizate pentru extracție, utilizarea tratamentului cu ultrasunete în timpul fabricării oțeturilor, precum și constrângerile tehnologice care au impact asupra adoptării industriale și asupra viabilității comerciale a sistemelor de ultrasonare. În plus, este vizată dezvoltarea și extinderea procesului de ultrasonare de la nivel de laborator la nivel industrial.

O.3. Investigarea și îmbunătățirea rezultatelor obținute în urma aplicării tratamentului cu ultrasunete la scară de laborator, ca adjuvant în procesele de extracție a compușilor biologic activi din fructe și influența acestuia asupra calității oțetului

Acest obiectiv vizează proiectarea unui model experimental pentru creșterea gradului de extracție a compușilor biologic activi în suc de fructe destinat obținerii oțetului, testarea și optimizarea acestuia la nivel de laborator și determinarea parametrilor de calitate ai oțetului produs finit.

O.4. Identificarea și precizarea aspectelor tehnice și manageriale generate de implementarea tratamentului cu ultrasunete la nivelul unei unități de producere a oțetului

Acest obiectiv vizează realizarea de cercetări asupra implementării sistemului de management al siguranței alimentare în perspectiva utilizării tratamentului cu ultrasunete ca etapă de proces în tehnologia obținerii oțeturilor. În plus, sunt vizate aspectele economico-financiare ale aplicării tratamentului cu ultrasunete la nivelul unei linii tehnologice de obținere a oțetului.

Abordarea temei de cercetare s-a realizat pe baza unui algoritm bine structurat, pornind de la o imagine de ansamblu asupra managementului și tehnologiilor actuale de fabricație a oțeturilor, limitările tehnologiilor convenționale, tehnologiile emergente utilizate și continuând cu contorizarea efectelor generate de aplicarea tratamentului cu ultrasunete în diferite etape ale fabricării oțetului.

Studierea referințelor bibliografice oferă o imagine sinoptică asupra stadiului actual al cercetărilor în domeniul aplicării tratamentului cu ultrasunete în domeniu. Conform bibliografiei studiate, tratamentul cu ultrasunete se utilizează pentru creșterea gradului de extracție a compușilor fenolici și reducerea duratei de macerare-fermentare a sucului de fructe, pentru controlul procesului de fermentație alcoolică.

În baza studiilor și cercetărilor bibliografice efectuate s-a constatat lipsa de cunoaștere și de utilizare a unor parametri standardizați aferenți tratamentului cu ultrasunete, fapt ce a condus la necesitatea unor cercetări teoretice și experimentale asupra managementului tratamentului cu ultrasunete aplicat, în vederea creșterii gradului de extracție a compușilor bioactivi din suc de fructe, precum și influența tratamentului cu ultrasunete asupra duratei operației de macerare și implicit asupra calității oțetului produs finit.

PARTEA II – CONTRIBUȚII TEORETICE PRIVIND MANAGEMENTUL INTEGRAT CALITATE-RISC ÎN SISTEMELE DE FABRICAȚIE A OȚETULUI

Capitolul 5. Analiză bibliometrică în domeniul producției de oțet

5.1 Generalități privind valorificarea surplusului și a subproduselor din fructe în producția de oțet

Potrivit FAO (Food and Agriculture Organization, 2019), 21,6% din fructele produse în lume sunt risipite, începând de la etapa post-recoltare până la distribuirea sa.

Prin urmare, alternative care pot folosi acest surplus și astfel reducerea impactului generat asupra industriei pomicole sunt extrem de valoroase. Posibile opțiuni, legate de industria oțetului, ar putea fi macerarea fructelor cu oțet, îmbogățirea oțetului cu fibre de fructe sau folosirea fructelor pentru producția de oțet.

Natura acetică a oțeturilor din fructe și impactul senzorial ridicat pe care acest acid îl produce asupra proprietăților organoleptice a produsului permite utilizarea aproape oricărui tip de fructe pentru elaborarea acestuia. Deși țările asiatice au fost primele care s-au interesat de acest tip de produs, din ce în ce mai multe cercetări științifice se desfășoară în alte părți ale lumii pe această matrice (Figura 5.1).

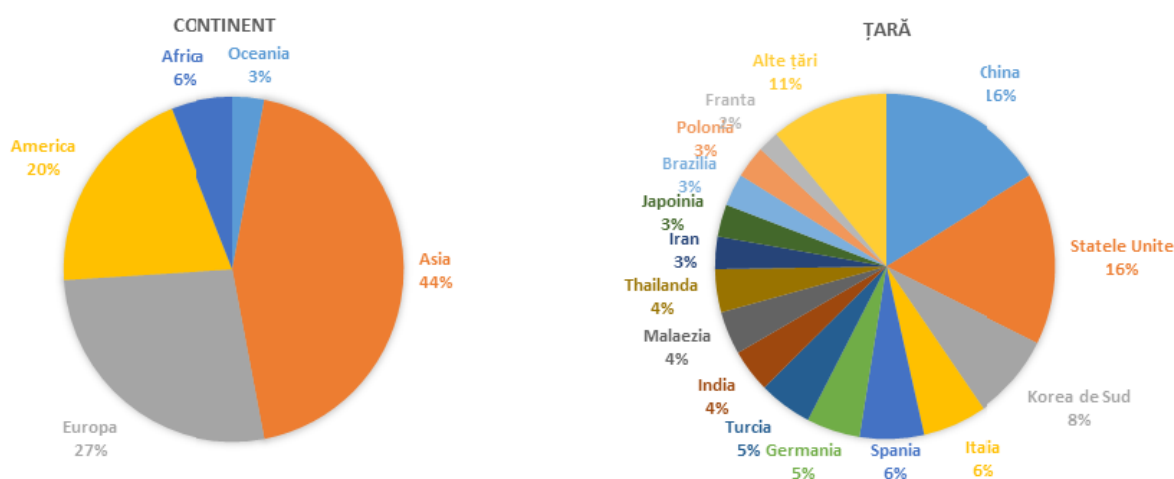


Figura 5.1 Distribuția procentuală a articolelor științifice despre oțetul de fructe publicate în perioada 2015-2020, în funcție de originea grupurile de cercetare (continent/țară) (Sursa: Scopus)

În figura 5.2 este prezentată distribuția numărului de articole științifice despre oțetul de fructe publicate între anii 1990 și 2020. După cum se poate observa, a existat o creștere exponențială în ultimii ani, ceea ce arată interesul crescut al comunității științifice pentru acest tip de produs.

Prin urmare, această recenzie bibliografică va aborda influența tehnologică și procese biotehnologice de producere a oțetului de fructe, altul decât strugurii. Pe pe de o parte, va analiza diferitele proceduri de preparare și extracție a sucului, cum ar fi ca zdrobirea, măcinarea sau decojirea fructelor. Se analizează diferitele condiții și metode aplicate atât la fermentația alcoolică cât și la cea acetică, se vor studia și microorganismele responsabile pentru fiecare proces împreună cu proprietățile fizico – chimice a produselor finite.

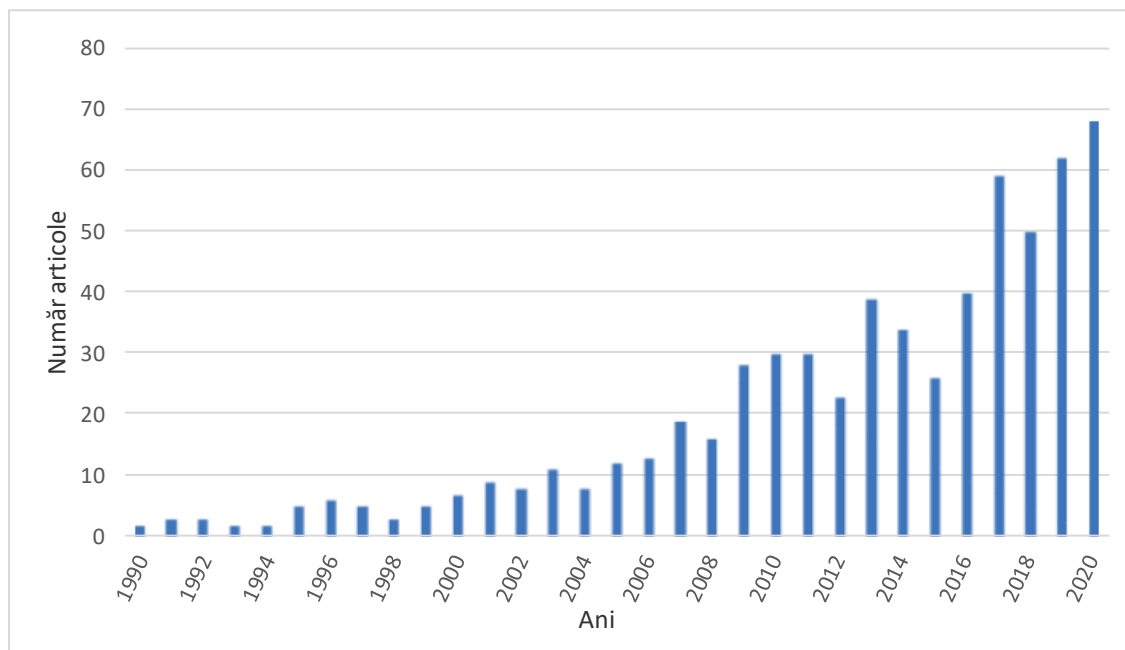


Figura 5.2 Numărul de articole științifice despre oțetul de fructe publicate pe an (Sursa: Scopus)

5.2 Aspecte ale producției și comercializării oțetului

Tendința de creștere a interesului pentru produsele cu oțet de înaltă calitate a fost observată în urmă cu cincisprezece ani, iar această tendință nu și-a pierdut interesul în țările europene, iar acum există o creștere a producției și dezvoltării în acest domeniu.

După cum se arată în figura 5.4, un model logic ilustrează relația dintre cercetări, împărțit în teme

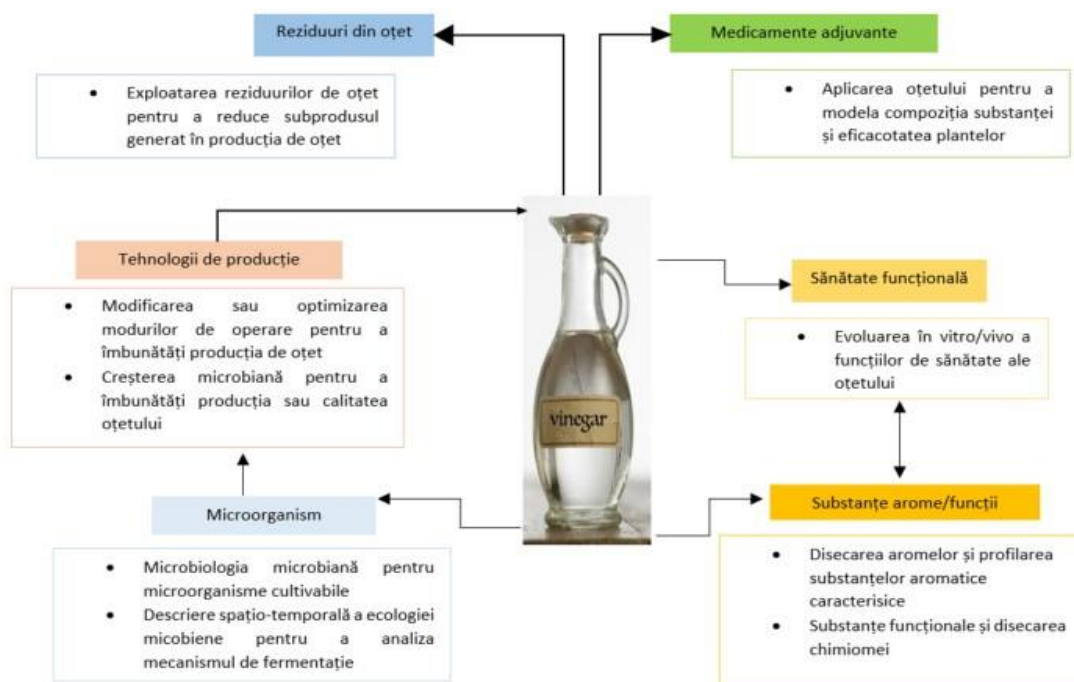


Figura 5.4 Model al temelor de cercetare din domeniul producției de oțet (Boistean, 2021)

principale: substanțe, funcții de sănătate, tehnologii de producție, medicamente adjuvante, reziduuri de oțet, cele studiate în prezent în domeniul cercetării oțetului.

Capitolul 6. Cercetări privind utilizarea ultrasunetelor în tehnologia de obținere a oțetului

6.7 Utilizarea ultrasunetelor în industria alimentară

Evoluția utilizării ultrasunetelor în tehnologiile de prelucrare a început înainte de cel de-al Doilea Război Mondial, când au fost analizate emulsiile și curățarea suprafețelor. Până în anii 1960, ultrasunetele de putere au fost acceptate și utilizate pe scară largă în industrie, în special pentru curățarea și sudarea materialelor plastice. Utilizarea ultrasunetelor de intensitate mică pentru caracterizarea alimentelor a fost studiată pentru prima dată acum 60 de ani. Cu toate acestea, recent a fost realizat întregul potențial al acestei tehnologii (Dolatowski, Stadnik și Stasiak, 2007).

În domeniul tehnologiei alimentare, ultrasunetele găsesc aplicare într-o gamă largă de procese. Până de curând, majoritatea aplicațiilor ultrasunetelor în tehnologia alimentară se concentrau pe analiza non-invazivă, cu accent pe evaluarea calității. Aceste aplicații folosesc tehnici similare cu cele utilizate în medicina de diagnostic sau în testarea nedistructivă, implicând ultrasunete de înaltă frecvență. Exemple de astfel de aplicații includ detectarea corpurilor străine în alimente, analiza dimensiunii picăturilor din emulsii de grăsimi și uleiuri comestibile și determinarea gradului de cristalizare în picăturile de emulsie dispersată.

Pe lângă fenomenul de cavitație, ultrasunetele sunt capabile să slăbească structura fizică a materialului sau a mediului, cu condiția ca dimensiunile suportului să fie similare cu cele ale lungimii de undă ultrasonice utilizate. Una dintre aplicațiile ultrasunetelor de putere în biochimie a fost descompunerea pereților celulari biologici pentru a elibera conținutul acestora. Ulterior, s-a demonstrat că ultrasunetele de putere pot fi folosite pentru a activa enzimele imobilizate, crescând transportul substratului către enzimă. De asemenea, în ceea ce privește enzimele, ultrasunetele pot fi utilizate ca metodă de inhibare a acestora. Utilizarea ultrasunetelor de putere îmbunătățește semnificativ extracția compușilor organici din corpul plantelor și semințelor. Efectele mecanice ale ultrasunetelor asigură o penetrare mai profundă a solventului în materialele celulare și îmbunătățește transferul de masă.

Printre alte utilizări se numără îmbunătățiri în extracția aromelor, filtrarea, amestecarea și omogenizarea, precum și precipitarea pulberilor în aer și distrugerea spumelor care pot provoca dificultăți în controlul procesului, de exemplu în fermentație.

6.9 Utilizarea ultrasunetelor de înaltă frecvență în fermentație

Studiile au evidențiat că sistemele de măsurare bazate pe ultrasunete de înaltă frecvență sunt non-invazive, igienice, precise, rapide, economice și potrivite pentru automatizare. Aceste metode de măsurare pot fi utilizate pentru monitorizarea concentrațiilor în soluții, precum și pentru evaluarea compoziției, structurii, stării fizice și proprietăților moleculare (McClements, 1991; Novoa-Díaz ș.a., 2014; Stillhart și Kuentz, 2012).

6.10 Efectele tratamentului cu ultrasunete asupra polifenolilor și bioactivității lor

În extracția compușilor biologic activi din matrici biologice, cum ar fi extracția polifenolilor din plante și produse alimentare, se utilizează în principal gama de ultrasunete de putere. Majoritatea

echipamentelor de ultrasonare operează la frecvențe joase ale ultrasunetelor, în general între 20 și 40 kHz. Deși frecvența joasă de ultrasunete pare să fie eficientă pentru generarea unei fragmentări mai rapide, frecvența exactă optimă depinde de specificul amplificatorului acustic și al sistemului. Prin urmare, este necesară proiectarea testelor de optimizare și a configurațiilor specifice pentru diferitele tipuri de extracții (Bhangu, Ashokkumar și Lee, 2016; Wen ș.a., 2018).

Capitolul 7. Managementul calitate – risc în tehnologia de fabricație a oțetului

7.1 Managementul calității în industria de fabricare a oțetului

În industria alimentară, calitatea - nivel al excelenței - poate fi definită ca fiind produsul care obține recompense și performanțe deosebite. Un produs alimentar de calitate este definit ca un produs care întrunește cerințele atât ale consumatorului cât și ale producătorului în termeni de performanță, standarde de calitate, preferințe, excelență, siguranță și sănătate. Standardele includ calitatea fizico-chimică, caracteristici organoleptice, proprietăți senzoriale ridicate, termen de valabilitate îmbunătățit, fără microorganisme patogene (siguranța produsului) și un preț rezonabil.

Managementul calității reprezintă controlul asupra tuturor acestor factori care pot să aibă efecte adverse asupra calității produsului final. Managementul implică obiectivele și planificarea în controlul acestor parametrii fără a deteriora calitatea finală a produsului. Industria băuturilor se bazează pe parametrii de calitate care sunt preferați de consumator, cum ar fi: gustul, textura sau aspectul și siguranța microbiologică, întrucât produsul nu trebuie să conțină nici un risc asupra sănătății.

7.2. ISO 9004 Un standard stimulant de management al calității pentru liderii creativi ai organizației sustenabile contemporane

Standardele internaționale de management pot oferi organizațiilor oportunități provocatoare numai dacă înțeleg scopurile și caracteristicile vizate ale acestor standarde și le aplică în mod creativ și integrat în managementul afacerii lor. Pentru ca acest lucru să se întâmple, liderii de afaceri ai organizațiilor joacă rolul cheie.

Standardul de management al calității (QM ISO 9004), este unul dintre standardele internaționale de management, care poate fi aplicat la toate tipurile de organizații.

Multe organizații, care nu au recunoscut diferențele și relațiile dintre standardele ISO 9004 și ISO 9001, aplică adesea standardele ISO9000 în moduri inadecvate și, prin urmare, nu au capacitatea de a exploata potențialele oportunități ale standardelor.

7.9 Abordări actuale ale Sistemelor de Management pentru industria alimentară

Asigurarea siguranței producției și furnizarea de produse alimentare sigure reprezintă principalele obiective ale industriei alimentare și a băuturilor. Aceste obiective pot fi atinse prin adoptarea unei structuri sistematice și organizatorice, controlând activitățile, procesele, procedurile și resursele conform standardelor care constituie baza sistemelor de calitate și igienă, inclusiv Analiza Riscurilor și Punctelor Critice de Control (HACCP) și seria ISO 9000. Implementarea unui Sistem de Management al Calității, conform seriei ISO 9000 în domeniul produselor alimentare se referă la asigurarea procedurilor de calitate pentru companiile alimentare precum și la consolidarea cerințelor legislative (Aggelogiannopoulos, Drosinos și Athanasopoulos, 2007).

Analiza Riscurilor și Punctelor Critice de Control (HACCP) bazată pe ISO 9001, ca parte a unui sistem de calitate, nu numai că reușește să ofere siguranță produselor, dar asigură și o implementare mai

bună și mai eficientă a întregului sistem de calitate (Efstratiadis și Arvanitoyannis, 2000). Producătorii de alimente sunt obligați prin legislație să aplice HACCP, în timp ce, celelalte sisteme sunt aplicate în mod voluntar în industria alimentară.

PARTEA A III-A. STUDII ȘI CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND MANAGEMENTUL TRATAMENTULUI CU ULTRASUNETE ÎN TIMPUL PROCESULUI FABRICARE A OȚETULUI. CERCETĂRI EFECTUATE ÎN CONDIȚII DE LABORATOR

CAPITOLUL 8. Cercetări experimentale asupra aplicării tratamentului cu ultrasunete în timpul procesului de obținere a oțetului în condiții de laborator

8.2 Planul cercetărilor experimentale

Fiind unul dintre cele mai folosite condimente acide din lume, oțetul are multiple funcții fiziologice (antibacteriene, antioxidante și de reducere a greutateii). Datorită conținutului lor în polifenoli, afinele (*Vaccinium myrtillus* L), zmeurul (*Rubus idaeus* L) și murele murele (*Rubus caesius* L) reprezintă o sursă valoroasă de arome naturale și antioxidanți pentru oțet.

Prin utilizarea ultrasunetelor, conținutul acestor compuși valoroși ar putea fi îmbunătățit semnificativ.

Astfel, scopul acestei cercetări a fost evaluarea conținutului total de polifenoli (CTP), a conținutului total de antociani (CTA) și a capacității antioxidante (utilizând ca radicali liberi ABTS și DPPH) a unor variante experimentale de oțet obținute prin procesul de fermentare a sucurilor din aceste fructe de pădure, sucuri tratate cu ultrasunete. Principalele etape din procesul de obținere a variantelor experimentale de oțet sunt prezentate în figura 8.1.

8.3. Materii prime utilizate pentru cercetările experimentale

Variantele experimentale de oțet au fost pregătite și monitorizate în Laboratorul de oenologie al Facultății de Alimentație și Turism, Universitatea Transilvania din Brașov. Testele preliminare și determinările analitice și fizico-chimice ale probelor au fost efectuate în Laboratorul de oenologie al Facultății de Alimentație și Turism, Universitatea Transilvania din Brașov, laboratorul de biochimie din Institutul Național de Cercetare Dezvoltare pentru Cartof și Sfeclă de Zahăr Brașov și în cadrul Platformei de cercetare interdisciplinară, USAMV, București.

8.4 Cercetări experimentale privind conținutul total de polifenoli, antociani și proprietățile antioxidante ale unor oțeturi obținute din fructe de pădure

Fructele de zmeură, afinele și murele reprezintă o sursă valoroasă de aromă naturală și antioxidanți pentru oțet. Scopul acestei cercetări a fost evaluarea conținutului total de polifenoli (CTA), conținutului total de antociani (CTA) și a capacității antioxidante (utilizând ca și radicali liberi ABTS și DPPH) a mai multor variante experimentale de oțet obținute prin procesul de fermentație acetică, din mai multe substraturi care conțin diferite procente de suc din fructe de pădure (zmeură, afine, mure) (40%; 60%) și bacterii acetice (0,5%; 1%). Pentru procesul de fermentație acetică derulat într-o singură

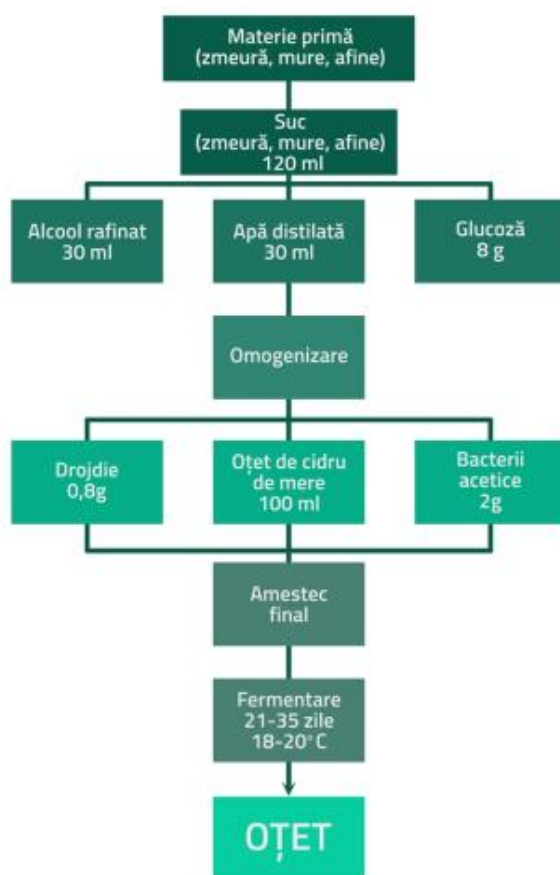


Figura 8.1 Principalele etape din procesul de obținere a variantelor experimentale de oțet
etapă a fost utilizată o sursă naturală de *Acetobacter aceti* în diferite concentrații.

8.4.1 Obținerea oțetului de fructe de pădure

Fructe de pădure din trei specii: zmeură (*Rubus idaeus* L), mure (*Rubus fruticosus* L) și afine (*Vaccinium myrtillus* L) de pe piața comercială au fost folosite ca materie primă pentru producerea oțetului de fructe de pădure prin proces de fermentație într-o singură etapă (acetică). Fructele de pădure au fost sortate, cele cu defecte au fost puse deoparte iar fructele sănătoase au fost zdrobite mecanic; sucul a fost obținut cu un storcator manual. Pulpa de fructe rămasă a fost trecută din nou prin storcător pentru a extrage cât mai mult suc posibil (Figura 8.2). La prelucrarea oțetului, în primul rând, sucurile de fructe de pădure (Figura 8.3), au fost amestecate cu apă și oțet de mere în două procente (60% suc: 20% apă: 20% oțet de mere și 40% suc: 40% apă: 20% oțet de mere). Aceste

substraturi au fost amestecate cu etanol (7%) și glucoză (4%). Inocularea s-a realizat cu o cultură de *Saccharomyces cerevisiae* în concentrație de 0,4% (v/v) ($2,12 \times 10^9$ celule/mL).

Prepararea inoculului de drojdie a fost realizată prin amestecarea a 2 g de drojdie cu 60 ml de apă caldă. După aceea, aceste substraturi având suficient alcool pentru fermentația acetică au fost inoculate cu o cultură naturală de bacterii acetice (*Acetobacter acet*) în procente de 0,5% și 1% (v/v).

Procesul de fermentație acetică a fost finalizat după perioade cuprinse între 21 și 35 de zile după inoculare. Prelevarea de probe a fost efectuată la anumite perioade de timp pentru a colecta și testa

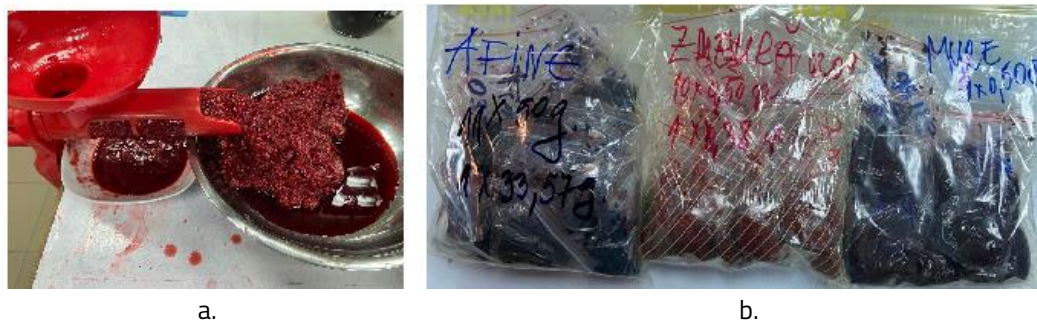


Figura 8.2 Procesarea fructelor utilizate la încercările experimentale: a – procesarea fructelor; b- pulpa fructelor de afine, zmeură și mure.

oțetului de fructe de pădure. Aceste variante experimentale au fost păstrate la 4°C în cuve sterile de 100 ml până la analiză, figura 8.5.



Figura 8.3 Probele din suc de afine, zmeură și mure utilizate la cercetările experimentale.

Conținutul de alcool al materiei prime a fost de 7% (v/v). Ținând cont de faptul că metoda de fermentare a culturii de suprafață nu are o eficiență de 100 %, valorile conținutului de acid acetic au fost în intervalul prevăzut.

8.4.2 Analiza fizică și chimică generală a substraturilor de fermentație și a probelor de oțet

Valorile pH-ului, acidității (% acid acetic) și a substanței solubile totale au fost determinate pentru substraturi (amestecul înainte de fermentare) și pentru probele de oțet. pH-ul a fost măsurat folosind un pH-metru (Consort C5020T, Consort, Belgia), determinarea acidității (echivalent acid acetic) s-a realizat prin titrare cu o soluție volumetrică standard de NaOH 1N în prezența fenolftaleinei ca indicator. Conținutul de substanță uscată solubilă (°Brix) al probelor a fost determinat utilizând un refractometru (OE Germany/OE Swiss/MASS) la temperatura camerei.

8.4.2.1 Determinarea acidității totale la oțet – metoda titrimetrică STAS 6182/14-72

Aciditatea totală, denumită și aciditatea potențială, este determinată de totalitatea ionilor de



Figura 8.5 Prepararea probelor pentru determinarea CTP cu reactivul Folin-Ciocalteu

hidrogen pusă în libertate de către un acid în timpul neutralizării, până la completa lui disociere. Termenul de aciditate totală, exprimă faptul că aceasta, rezultă ca sumă dintre aciditatea volatilă și aciditatea fixă. Aciditatea totală este suma acizilor titrabili; în ea nu se înglobează acidul carbonic și anhidra sulfuroasă liberă și combinată. Principiul metodei se bazează pe titrarea produsului cu o soluție de hiroxid de sodiu cu titru cunoscut, folosindu-se ca indicator fenoftaleină.

8.4.2.2 Substanța uscată solubilă

A fost evaluată prin refractometrie, folosind un refractometru Abbe. Metoda constă în determinarea la refractometru a indicelui de refracție sau a procentului de masă zaharoză (substanță uscată solubilă) și estimarea pe bază de tabele sau a unei formule de calcul a conținutului de zaharuri exprimat în g/l.

Pentru determinare s-au pipetat câteva picături de oțet de fructe în orificiul dintre prisme și s-a făcut citirea indicelui de refracție și a conținutului de substanță uscată solubilă (procente de masă zaharoză) pe scala vizibilă în ocularul lunetei.

8.4.2.3. Conținutul total de polifenoli reactivul Folin-Ciocalteu

Toți compușii fenolici conținuți în probe (Figura 8.5), inclusiv în vinul și oțetul de fructe de pădure, sunt oxidați de reactivul Folin-Ciocalteu. Acest reactiv este format dintr-un amestec de acid fosfotungstic, $H_3PW_{12}O_{40}$ și acid fosfomolibdic, $H_3PMo_{12}O_{40}$ care, după oxidarea fenolilor, este redus la un amestec de oxizi albaștri de tungsten, W_8O_{23} și molibden Mo_8O_{23} . Culoarea albastră produsă are o absorbție maximă în regiunea de 750 nm și este proporțională cu cantitatea totală de compuși fenolici prezenți inițial.

Curba de calibrare a fost obținută utilizând acid galic ca standard (interval de concentrație 5-250 $\mu\text{g/ml}$). Rezultatele CTP au fost exprimate în mg/L echivalent acid galic (GAE) (Figura 8.7). Probele utilizate pentru calibrare sunt prezentate în figura 8.7. Pentru fiecare determinare au fost efectuate câte trei repetiții.

8.4.2.4. Conținut total de antociani monomerici

Conținutul total de pigmenți antocianici a fost determinat prin metoda pH diferențială, adaptată (s-au utilizat plăci ELISA cu 96 godeuri, Nunk, Danemarca) care se bazează pe proprietatea pigmentilor antocianici de a-și schimba culoarea în funcție de pH (Figura 8.5).

Au fost preparate două diluții, 1 ml de probă la 10 ml soluție: prima în clorură de potasiu (0,025 M, pH 1,0), iar a doua în acetat de sodiu (0,4 M, pH 4,5), pH-ul fiind ajustat cu HCl 2N. După echilibrare la temperatura camerei, (15 minute) a fost citită absorbanta celor două soluții la lungimile de undă 510 nm și 700 nm.

Toate determinările au fost realizate în trei repetiții, iar rezultatele sunt exprimate ca valoare medie $\pm$ deviația standard (Figura 8.8).

8.4.2.5. Testul DPPH

Testul DPPH se bazează pe reacția redox cu radicalul 2,2-difenil-1-picrilhidrazil. Radicalul DPPH are culoare violet. Ca urmare a reacției cu un antioxidant, se formează DPPH-H (2,2-difenil-1-picrilhidrazina), un compus de culoare galbenă. Testul se bazează tocmai pe această schimbare de culoare. Potențialul antioxidant al probei analizate poate fi apreciat prin citiri la spectrofotometru la

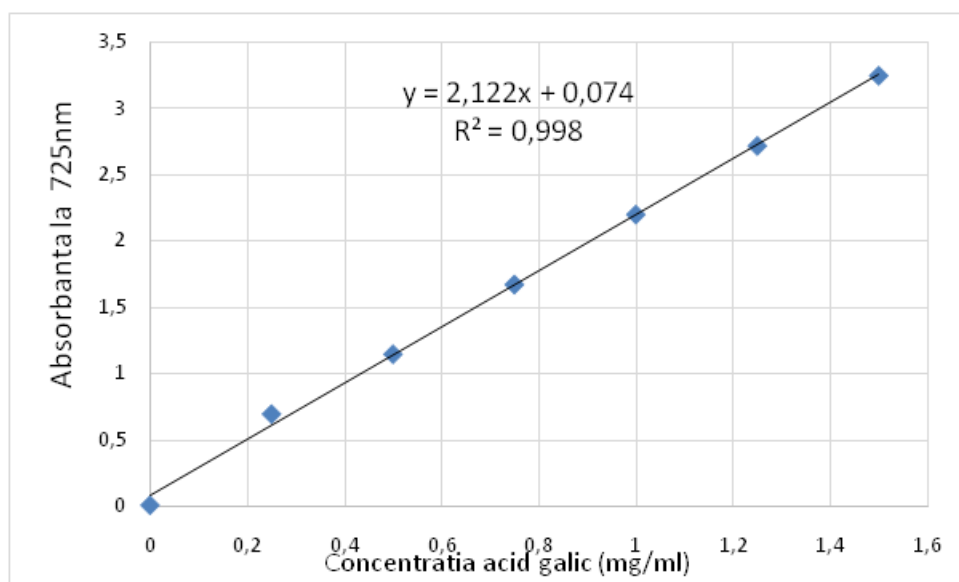


Figura 8.7 Curba de calibrare Absorbantă versus Concentrație (mg GAE/mL)

lungimea de undă 515nm a compusului redus de culoare galbenă.

8.4.2.6. Analize statistice

Datele au fost realizate folosind software-ul SPSS (pachet statistic pentru științe sociale, versiunea a 21-a, IBM, New York, NY, SUA) și analizate prin ANOVA la un nivel de semnificație de 0,05 și testul Duncan cu intervale multiple (notat ca semnificativ dacă $p < 0,05$). Corelația dintre variabile a fost analizată folosind coeficienții de corelație Pearson. Analizele au fost efectuate în treirepetiții, iar rezultatele au fost prezentate ca valoare medie $\pm$ abatere standard.

8.5. Rezultate

8.5.1. Variantele de oțet obținute și proprietățile lor fizico-chimice

În general, valorile acidității au fost mult mai mici decât cele obținute într-un studiu anterior referitor la oțetul de căpșuni (5,5 %) după 80 de zile de fermentație acetică (Hidalgo, 2013) sau în alte tipuri de



Figura 8.6 Prepararea probelor pentru procedura de realizare a curbei de calibrare

oțet (Aguiar ș.a., 2005; Arvaniti ș.a., 2019), dar similar cu datele prezentate de Boonsupa ș.a (2013) pentru oțeturi de zmeură și afine. Valoarea maximă a conținutului de acid acetic ($4,94\text{g}/100\text{mL} \pm 0,12$) și valoarea minimă a valorii pH-ului ($2,78 \pm 0,01$) au fost obținute pentru varianta Z3 (40% suc de fructe de pădure:1% bacterii acetice).

Pentru toate fructele de pădure folosite ca substrat, în variantele cu suc 40% inoculate cu bacterii acetice 0,5% și 1%, valorile acidității au fost semnificativ mai mari comparativ cu oțeturile obținute din substraturi care conțineau sucuri de fructe 60% și bacterii acetice 0,5%. Aceste variante s-au remarcat prin cea mai mare diferență față de aciditatea inițială a substraturilor, creșterea acestor valori de aciditate fiind semnificativ mai mare comparativ cu variantele care au folosit sucuri de fructe de pădure 60% pentru substraturile inoculate cu 0,5% bacterii acetice, Figura 8.8.

După cum este ilustrat în Figura 8.8, toate oțeturile de fructe de pădure au prezentat o creștere semnificativă a conținutului de acid acetic prin fermentație, deoarece alcoolul din substrat a fost transformat în acid acetic de către bacteriile acetice.

8.5.2. Conținutul total de fenoli (CTP) al CTP de variante de oțet

Între variantele analizate au existat diferențe semnificative, varianta A1 (60% suc : 0,5% BAc) având

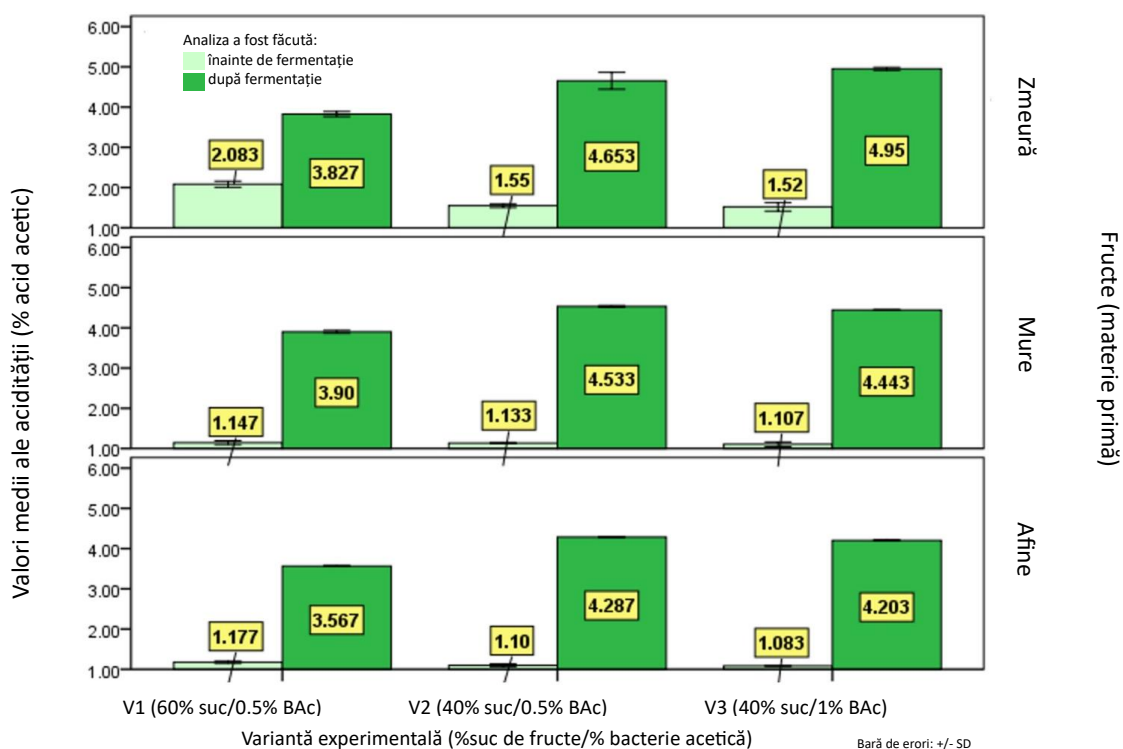


Figura 8.8 Modificări ale conținutului de acid acetic (%) la probe testate în procesul de obținere a oțetului de fructe de nădure.

cele mai mari valori CTP ($180,83 \pm 1,96$ mg GAE/L). Cea mai scăzută valoare CTP a fost găsită la probele de oțet obținute folosind substraturi cu 40% sucuri de mure și zmeură (inoculate cu bacterii acetice în procent de 0,5% și 1%) și cu un nivel ridicat al acidității ($48,10 \pm 5,14$ mg GAE/L, pentru varianta M3, $35,87 \pm 5,89$ mg GAE/L pentru varianta Z3). Compoziția substraturilor supuse fermentației acetice a avut un impact major asupra CTP, în special aciditatea probelor și nivelul procentelor de suc de fructe utilizate.

Oțeturile obținute din sucuri de fructe păstrează doar o parte din acești compuși benefici pentru sănătatea consumatorilor, deoarece metodele utilizate în mod obișnuit în timpul producției de oțet afectează tipurile și conținutul acestor substanțe biologice active (Seydi, 2019). Andlauer și colab. (2000) au raportat că fermentația acetică ar putea reduce conținutul de polifenoli al oțetului obținut prin metode tradiționale. În studiul nostru, nivelurile de CTP și CTA au scăzut semnificativ după fermentare, după cum se poate observa în Figura 8.9 și Figura 8.10.

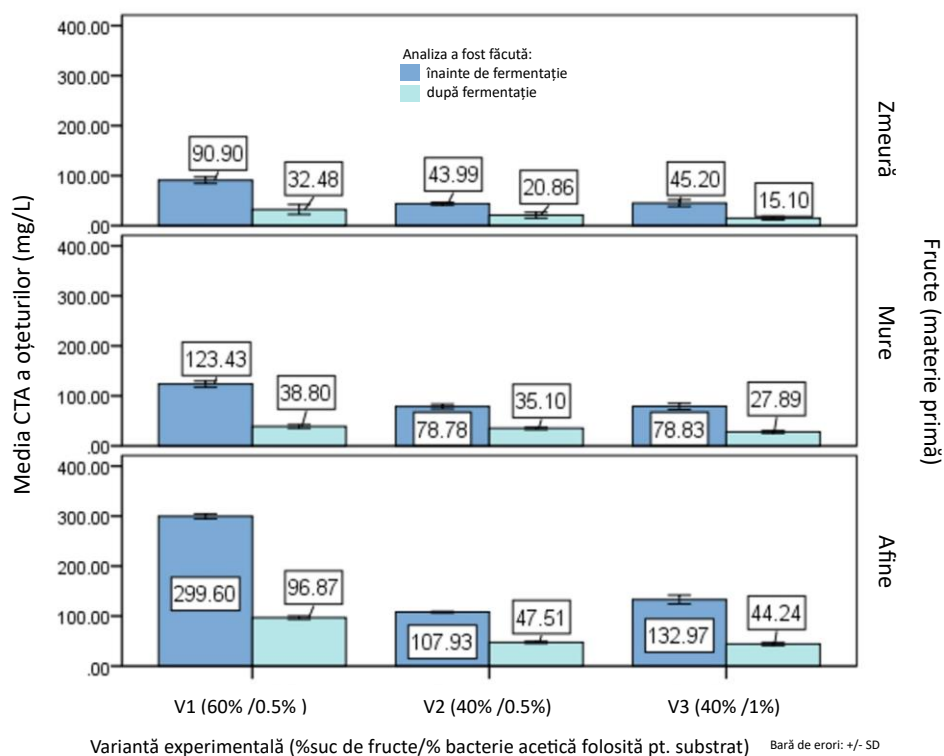


Figura 8.9 Modificări ale valorilor CTA ale probelor de oțet obținute din fructe de pădure în funcție de procentul de suc de fructe de pădure și de bacteriile acetice utilizate.

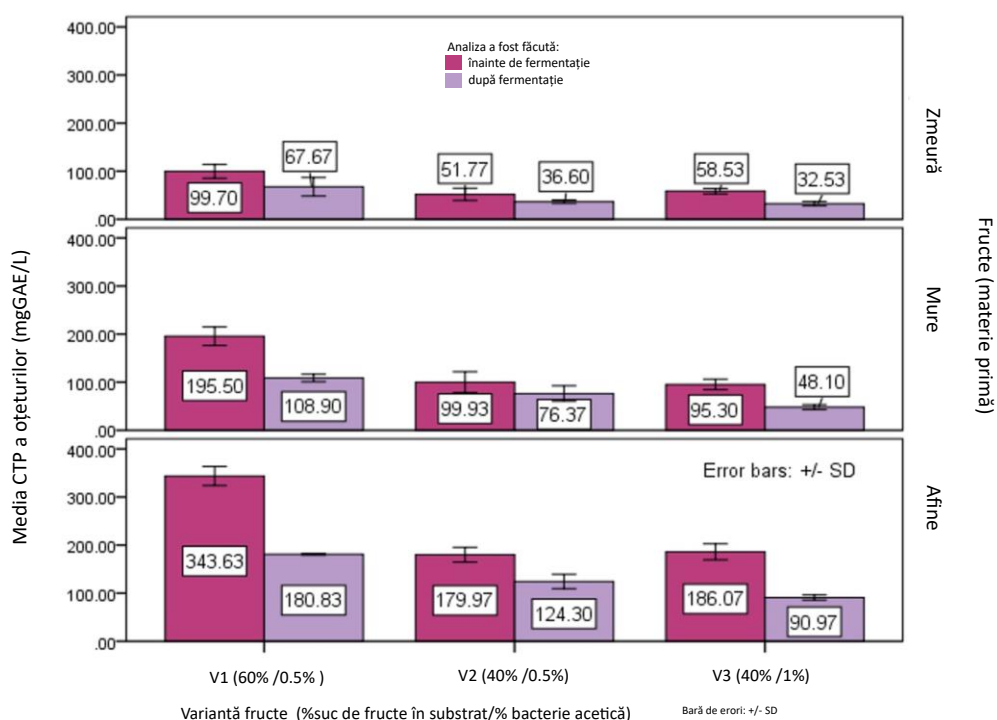


Figura 8.10 Modificări ale valorilor CTP (valori ale conținutului total de fenoli înainte și după fermentarea substratului) pentru variantele experimentale de oțet obținute din fructe de pădure în funcție de procentul de suc de fructe de pădure din substrat și de bacteriile acetice utilizate

Este important de reținut că am folosit pentru toate variantele același proces de fermentație, singurii factori care ar putea influența nivelul CTP au fost tipul de fructe de pădure, procentul de suc de fructe de pădure din substraturi și procentul de bacterii acetice utilizat. În ceea ce

privește influența tipului fructelor de pădure utilizate asupra conținutului total de polifenoli (CTP) din

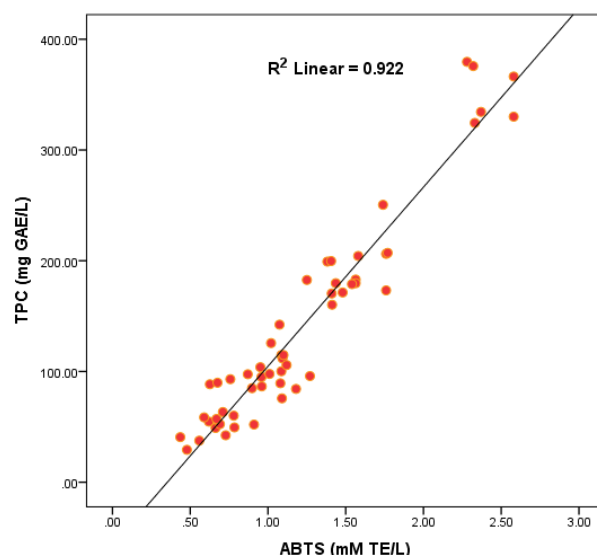


Figura 8.11 Corelații CTP și capacitatea antioxidantă determinată cu ABTS

oțet, utilizarea afinelor a condus la valori semnificativ mai mari ale acestui indicator comparativ cu celelalte fructe de pădure utilizate.

8.5.3. Conținutul total de antociani monomerici (CTA) al variantelor de oțet

Utilizarea sucului de fructe de pădure în procent de 60% a prezentat valori semnificativ mai mari ale conținutului total de antociani în comparație cu celelalte variante pentru toate tipurile de fructe de pădure utilizate în studiu. Cea mai mare valoare pentru CTA a fost obținută pentru variantele A1 și A2 (valori de la $96,87 \pm 3,12$ mg/L la $47,51 \pm 2,10$ mg/L). Pentru toate sucurile de fructe de pădure utilizate, probele cu valori ridicate ale acidității (variantele V2 și V3) au avut cele mai scăzute valori ale CTA. Poate că nivelul ridicat al acidității ar putea contribui la degradarea antocianilor și antocianidinelor.

8.5.4 Capacitatea antioxidantă a oțetului

În ceea ce privește capacitatea antioxidantă apreciată prin cele două metode, au existat diferențe semnificative între variante, oțeturile din sucuri de afine (60%, 0,5%BAc) (A1) prezentând cea mai bună capacitate antioxidantă, de captare a radicalilor liberi ($1,52 \pm 0,07$ mM TE/L pentru testul ABTS, respectiv $65,90 \pm 2,12$ % pentru testul DPPH). Cele mai mici valori pentru potențialul antioxidant al probelor au fost identificate la oțetul obținut din sucuri de zmeură (Z1, Z2), ($0,44 \pm 0,02$ mMTE/L pentru testul ABTS, respectiv $17,81 \pm 1,91$ % pentru testul DPPH).

Evaluarea activităților antioxidante ale unui antioxidant selectat necesită mai multe metode de testare. Radicalul liber DPPH este utilizat pe scară largă în evaluarea activității de captare a antioxidantului din probe. În testul DPPH, procentul de inhibare a radicalului DPPH de către antioxidanți a fost atribuit capacității lor de a dona ionii de hidrogen.

Rezultatele arată că o bună capacitate antioxidantă este de preferat să se obțină folosind 60% sucuri în substraturi și 0,5% inocul de bacterii acetice și acest lucru se datorează cel mai probabil sensibilității ridicate a compușilor fenolici și monomerilor antocianici la aciditatea mediului.

Rezultatele cercetărilor arată că valorile testului ABTS au fost bine corelate cu CTP și CTA (figura 8.11). În toate cazurile, cele mai bune corelații au fost identificate în cazul CTP, comparativ cu CTA. Este posibil ca unele diferențe între conținutul de compuși fenolici să influențeze capacitatea antioxidantă, deoarece probele ar putea conține suplimentar antioxidanți fenolici neoxidanți care au apărut datorită fermentației.

În studiul nostru, experimentele au fost utilizate fără a utiliza un program de optimizare. În cercetările ce vor fi prezentate în cele ce urmează ne-am propus să stabilim condițiile optime pentru obținerea celui mai bun oțet de fructe de pădure bogat în compuși biologic activi, în special antioxidanți. Mai mult, orice studiu al potențialului antioxidant și CTP al oțetului de fructe de pădure ar trebui să țină cont de structura antioxidanților, aportul acestora, materia primă, tehnologie și procesul de maturare.

8.6 Influența ultrasunetelor asupra conținutului de polifenoli în procesul tehnologic de obținere a oțetului din afine

În continuare au fost efectuate cercetări privind evaluarea conținutului total de polifenoli (CTP), conținutului total de antocianine (CTA) și capacitatea antioxidantă (lucrând cu teste ABTS și DPPH) a mai multor probe obținute prin procesul de fermentație a sucurilor de afine tratate cu ultrasunete. Sucul obținut din fructele de afin a fost stimulat cu ultrasunete (folosind o frecvență de 20 kHz) la amplitudinile A40%, A60% și A80% (A) timp de trei, patru sau cinci minute. După realizarea studiului de optimizare, valorile optime pentru variabile au fost amplitudinea A78,50% și timpul 3,96 minute, iar pentru parametri au fost determinate următoarele valori prevăzute: CTP 628,01 mgGAE/L, CTA 22,79

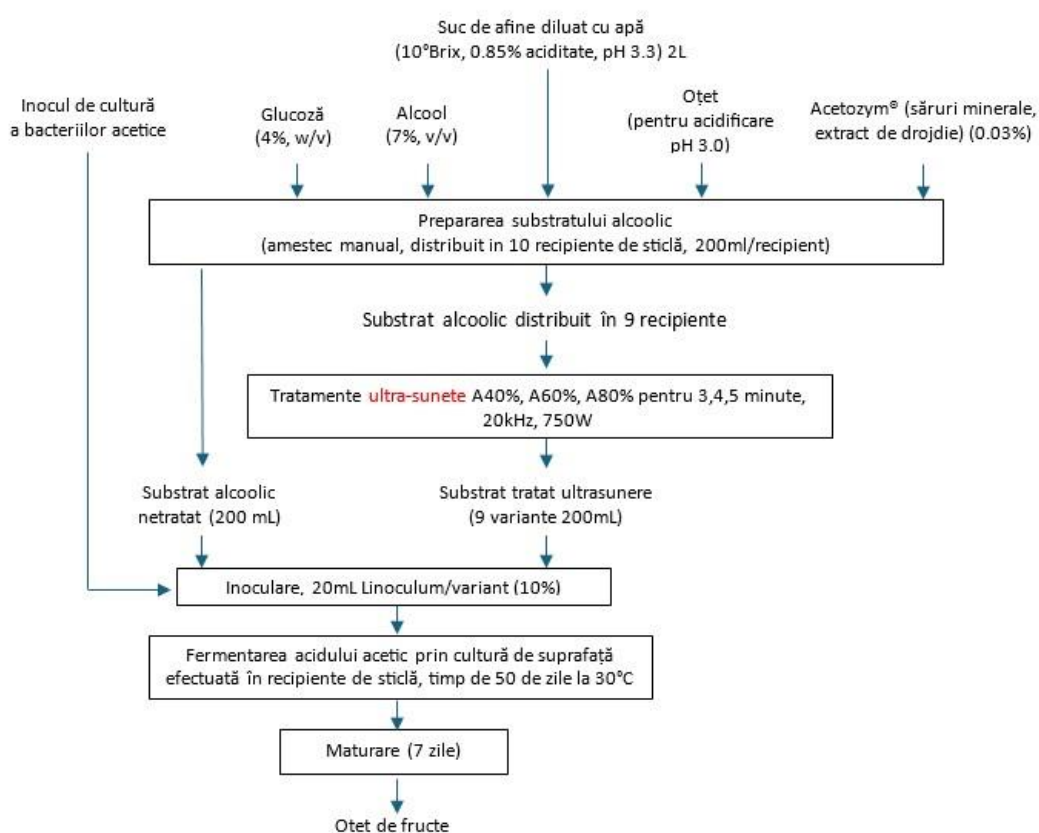


Figura 8.12 Principalele etape din procesul de obținere a oțetului de afine (Abrevieri: US = ultrasunete)

mg C3G/L, ABTS 391,7 $\mu\text{mol}/100\text{mL}$ și DPPH 229,17 $\mu\text{mol}/100\text{mL}$. Tratamentul cu ultrasunete pentru toate probele de oțet de afine a avut efecte benefice asupra îmbogățirii cu polifenoli și substanțe de antocianină, îmbunătățind antioxidantul și calitatea oțetului de afine.

Prin urmare, obiectivul studiului a fost de a optimiza (utilizând RSM) extracția de polifenoli și antociani și capacitatea antioxidantă a unor variante de oțet obținute din substraturi alcoolice conținând sucuri de afine tratate cu ultrasunete.

8.6.1 Producția variantelor de oțet de afine

Afinele proaspete au fost sortate, zdrobite mecanic (cu un mixer) și sucul de afine a fost obținut în condiții de laborator folosind un extractor de suc centrifugal Bosch MES3500 (700 W) (Bosch GmbH, Stuttgart, Germania) urmând o procedură tipic aplicată la scară casnică.

Sucul clar de afine obținut a fost utilizat pentru producerea oțetului conform schemei tehnologice prezentate în figura 8.12.

Fermentația acetică a fost realizată în borcane de sticlă cu o capacitate de 0.5 L, conținând 220 mL de substraturi inoculate cu bacterii acetice. Procesul de fermentație a fost oprit când conținutul de acid acetic a devenit stabil timp de 7 zile și până când conținutul de alcool a fost între 0.5% și 1%. Experimentele de fermentație acetică au fost finalizate după perioade de 50 de zile de la inoculare. Controlul (probă A) a constatat în oțetul de afine netratat. Probele de oțet au fost depozitate la 4 °C.

8.6.2 Aciditate titrabilă, pH și Substanțe Solubile Totale

Valorile pH-ului, acidității titrabile (% acid acetic) și substanțelor solubile totale au fost determinate pentru substraturi (înainte de fermentație) și pentru probele de oțet. Astfel, pH-ul a fost măsurat folosind un pH-metru (Consort C5020T, Consort, Belgia), metoda pentru determinarea acidității (% acid acetic) constă în titrarea cu o soluție de NaOH 1N în prezența fenolftaleinei ca indicator, iar conținutul de substanțe solubile totale (TSS, °Brix) a fost analizat folosind un refractometru (OE Germany/OE Swiss/MASS) la temperatura camerei.

8.6.3 Tratamentul cu ultrasunete

Înainte de inoculare, substraturile au fost tratate cu ultrasunete (VCX-750, Sonics & Materials, Inc. Newtown, CT, SUA) folosind o frecvență continuă de 20 kHz, o amplitudine de A40%, A60% și A80% și o putere de 750 W pentru perioade de 3, 4 și 5 minute pentru mostre de 19 mm și 500 ml ca amestec (Brezan ș.a., 2020).

8.6.5 Conținutul total de fenoli (CTP) și conținutul total de antociani monomeri (CTA)

Conținutul total de fenoli (CTP) al probelor a fost analizat folosind metoda Folin–Ciocâlțu (Singleton ș.a., 1999) utilizând un spectrofotometru cu plăci (Tecan, SunRise™, software Magellan™, Männedorf, Elveția). CTP a fost indicat în miligrame echivalente de acid galic (GAE) raportate la litrul de oțet, respectiv în miligrame echivalente de acid galic raportate la 100 g DW (dry weight, substanță uscată).

Antocianii monomerici totali au fost determinați folosind metoda diferențială de pH, iar absorbanta a fost măsurată pe un spectrofotometru DR2800 (Hach Lange, Loveland, SUA) (Wang H ș.a., 2017).

Rezultatele au fost raportate ca mg de cianidin 3-O-glucozidă (C3G) pe litru de oțet, respectiv pe 100 g DW (substanță uscată).

8.6.6 Metoda ABTS

Potențialul antioxidant al variantelor de oțet în reacție cu radicalul ABTS (acid 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolin-6-sulfonic) (ABTS·+) a fost determinat conform unei metode descrise de Re et al. (Re R ș.a., 1999). Standardele Trolox au fost utilizate pentru a genera curba de calibrare. Rezultatele au fost raportate în μmol echivalenți Trolox per litru de oțet (μmol TE/L) și per gram de substanță uscată (μmol TE/g DW).

8.6.7 Metoda DPPH

Testul cu 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH) a fost efectuat conform unei metode descrise de Kumara ș.a. (Kumaran și Karunakaran, 2006). Absorbția a fost analizată la 517 nm (spectrofotometru DR2800, Hach Lange, Loveland, SUA) având metanolul ca probă martor. Capacitatea antioxidantă a probelor împotriva radicalilor DPPH a fost exprimată ca micromoli echivalenți Trolox per 100 mL de oțet (μmol TE/100mL) și per gram de substanță uscată (μmol TE/g DW), folosind o curba de calibrare realizată anterior.

8.6.8 Analiza HPLC

Profilul compușilor polifenolici a fost determinat prin cromatografie lichidă de înaltă performanță (HPLC) conform metodei descrise de Abdel-Hameed și colab. (Abdel-Hameed ș.a., 2013). Separările au fost efectuate folosind un cromatograf Agilent Technologies 1200 echipat cu detector UV-DAD, utilizând o coloană de 250 mm x 4 mm Licrocart (Licrospher PR-18 5μm) (Merck, Darmstadt, Germania) operată la 30 °C. Toate datele înregistrate au fost procesate folosind software-ul Agilent Chem Station B.04.03 (Agilent, SUA). Faza mobilă a constat din apă/acid acetic (97:3, v/v) (eluent A) și acetonitril (eluent B) la un debit de 1 mL/min. Profilul gradientului liniar a fost următorul: 97% A (0 min), 97–91% A (5 min), 91–84% A (5–15 min), 84–65% A (15–20,8 min), 65–64,5% A (20,8–36 min), 64,5–50% A (36–37 min), 50% A (37–38 min), 50–97% A (38–39 min) și 97% A (42 min). Volumul de injecție a fost de 20 μL.

8.6.9 Analiza senzorială

Acceptabilitatea generală a probelor de oțet a fost evaluată prin considerarea profilurilor de miros și gust (impresie generală, senzație pungentă, intensitate aromatică, gust și miros de acetat de etil). La evaluarea probelor de oțet au participat 12 femei și 10 bărbați. Fiecare probă a fost dozată în recipiente de sticlă de 20 ± 1 g și a fost păstrată la 4...6 °C până la servire. Pentru efectuarea analizei, s-a utilizat o scală hedonică de 9 puncte. Scorurile scalei au fost următoarele: excelent, 9; foarte bun, 8; bun, 7; acceptabil, 6; și slab, <6.

8.6.10 Analiza statistică

În scopul optimizării potențialului antioxidant al oțetului de afine, s-a utilizat RSM (Minitab 18.1, Minitab, Inc). Au fost obținute grafice tridimensionale (Sigma Plot 12.0 Statistical Analysis Software, Systat Software, Inc.). Analiza a fost efectuată de trei ori.

8.7 Rezultate și discuții

8.7.1 Analiza materiei prime (afine) și a sucurilor de afine obținute

Au fost determinate aciditatea titrabilă (TA), pH-ul și substanța uscată solubilă (solide solubile totale, TSS indicator exprimat în °Brix) a materiei prime, a sucului de afine și a sucului de afine diluat cu apă. Fiecare valoare reprezintă media a trei determinări $\pm$ deviația standard ($n = 3$).

Au fost efectuate cercetări privind conținutul total de fenoli (CTP), conținutul total de antociani (CTA) și potențialul antioxidant, exprimat ca test ABTS și test DPPH, al fructelor de afine (materie primă) și al sucurilor de afine utilizate.

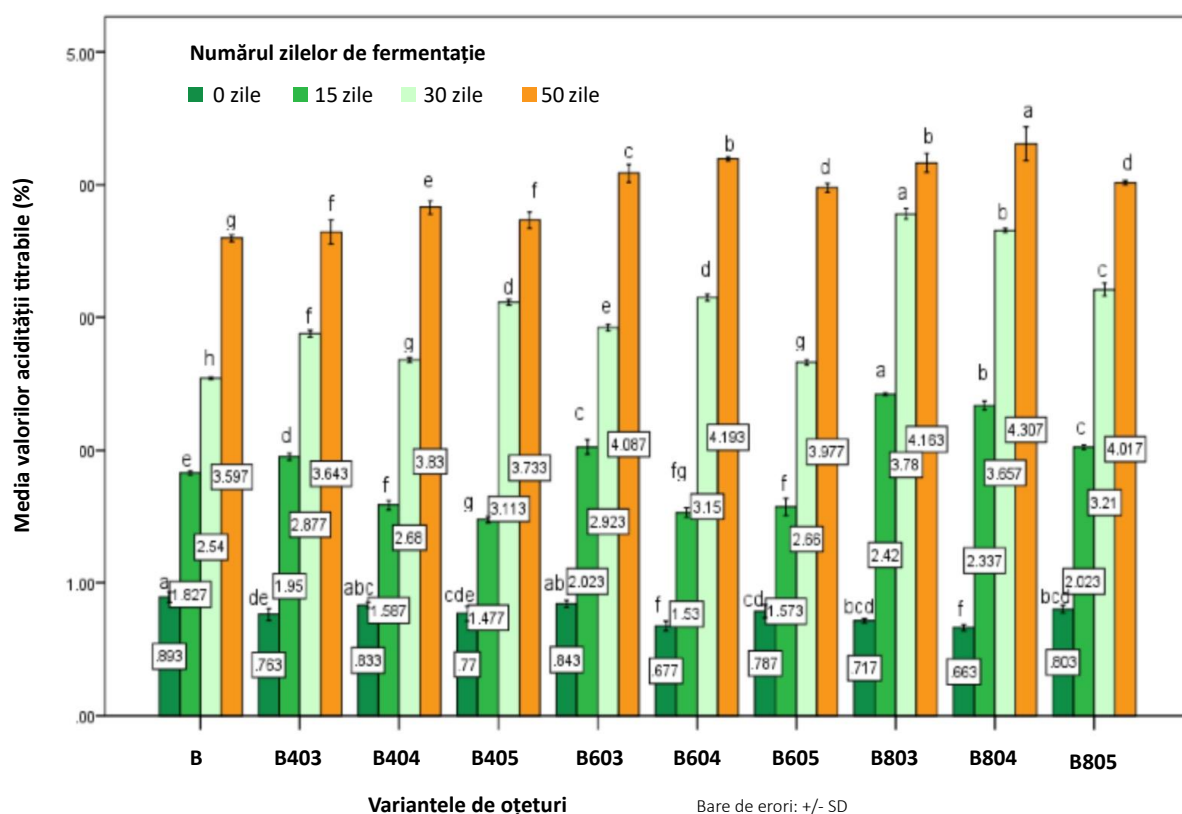


Figura 8.13 Valoarea medie a acidității (% acid acetic) a variantelor de oțet de afine obținute utilizând substraturi tratate cu ultrasunete (grafic al formării acidului acetic în diferite etape ale fermentației acetice). Datele au fost exprimate ca valori medii a 3 determinări $\pm$ deviația standard. Valorile cu litere diferite diferă semnificativ prin ANOVA și testul Duncan ($n < 0.05$)

Valorile medii ale acidității oțeturilor obținute în acest studiu sunt prezentate în figura 8.13. În general, valorile acidității au fost similare cu datele prezentate de Fonseca et. al pentru oțeturile de afine (Da Silva Fonseca ș.a., 2018). Valoarea maximă a conținutului de acid acetic (4,307%) a fost obținută pentru varianta B805 (Figura 8.13).

8.7.3 Conținutul total de fenoli și conținutul total de antocianine al oțeturilor de afine

Au fost determinate valorile medii ale conținutului total de polifenoli, conținutului total de antocianine și potențialului antioxidant, exprimate ca test ABTS și test DPPH, ale oțeturilor de afine obținute utilizând procesul descris în capitolul materiale și metode. Datele au fost exprimate ca medie a 3 determinări $\pm$ deviația standard. Valorile cu litere diferite diferă semnificativ prin testul ANOVA și testul lui Duncan ($p < 0.05$).

Pentru a respecta nivelul, s-a identificat un model quadratic ($R^2 = 0,9614$ pentru CTP, respectiv $R^2 = 0,9889$ pentru CTA). Efectul amplitudinii asupra CTP și CTA al probelor a fost statistic semnificativ la $p < 0,001$.

În cazul probelor tratate inițial cu ultrasunete cu amplitudinea de 80% timp de 4 minute, valorile CTP

Factor Coding: Actual
 TPC (mg GAE/L)
 Design Points:
 ● Above Surface
 ○ Below Surface
 441.4 643.05
 X1 = A: A
 X2 = B: Time

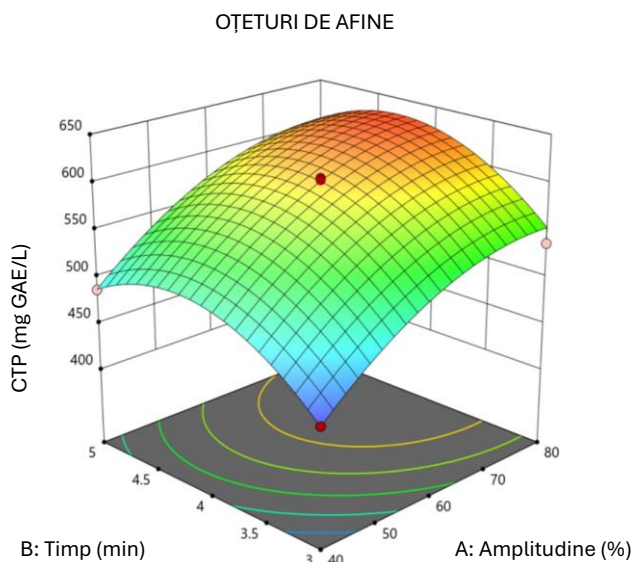


Figura 8.14 Suprafața de răspuns care arată efectul timpului (minute) și amplitudinii (A%) a tratamentelor cu ultrasunete asupra compușilor bioactivi ai oțeturilor de afine: CTP (mg GAE/L) au fost cele mai mari (643,2 mg GAE/L). Cea mai mică valoare a CTP a fost găsită în probele tratate cu ultrasunete cu amplitudinea de 40% timp de 3 minute (441,4 mg GAE/L) (Figura 8.14).

Modificarea valorilor CTP și CTA, în funcție de timpul și amplitudinea ultrasunetelor, este prezentată

Factor Coding: Actual
 TAC (mg C3G/L)
 Design Points:
 ● Above Surface
 ○ Below Surface
 15.25 23.29
 X1 = A: A
 X2 = B: Time

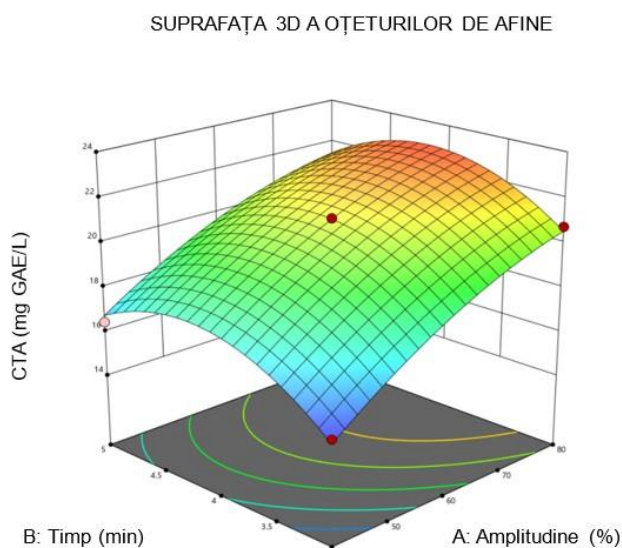


Figura 8.15 Suprafața de răspuns care arată efectul timpului (minute) și amplitudinii (A%) a tratamentelor cu ultrasunete asupra compușilor bioactivi ai oțeturilor de afine: CTA (mg C3G/L)

în figurile 8.14 și 8.15. În modelul de optimizare, s-a determinat că CTP a fost de 628,02 mg GAE/L și CTA a fost de 22,79 mg C3G/L, după 3,96 minute și tratament cu amplitudinea de 78,50%, s-a constatat o creștere cu 45,6% pentru CTP, comparativ cu controlul netratat, și respectiv o creștere cu 69,3% a fost identificată pentru valoarea CTA.

Rezultate similare (referitoare la efectele pozitive ale tratamentelor cu ultrasunete asupra CTP-ului oțetelor) au fost raportate de Yikmiş și colab. pentru oțet de mere și de roșii, de Lieu și colab. pentru suc de struguri, de Brezan și colab. pentru cidru de mere și de Bhat și colab. pentru suc de lime (Yikmiş, 2019; Yikmiş ș.a., 2021; Brezan, 2020; Bhat ș.a., 2011).

8.7.4 Capacitatea antioxidantă a oțeturilor de fructe de pădure

Variația valorilor ABTS și DPPH, în funcție de variabilele US (amplitudinea și timpul), este prezentată în Figura 8.16.

La finalul optimizării, s-a constatat că ABTS a fost de 363,69 ($\mu\text{mol TE/L}$) și DPPH respectiv 217,102 ($\mu\text{mol TE/100 mL}$) cu un tratament de 3,96 minute și amplitudine de 78,50% (Figura 8.18).

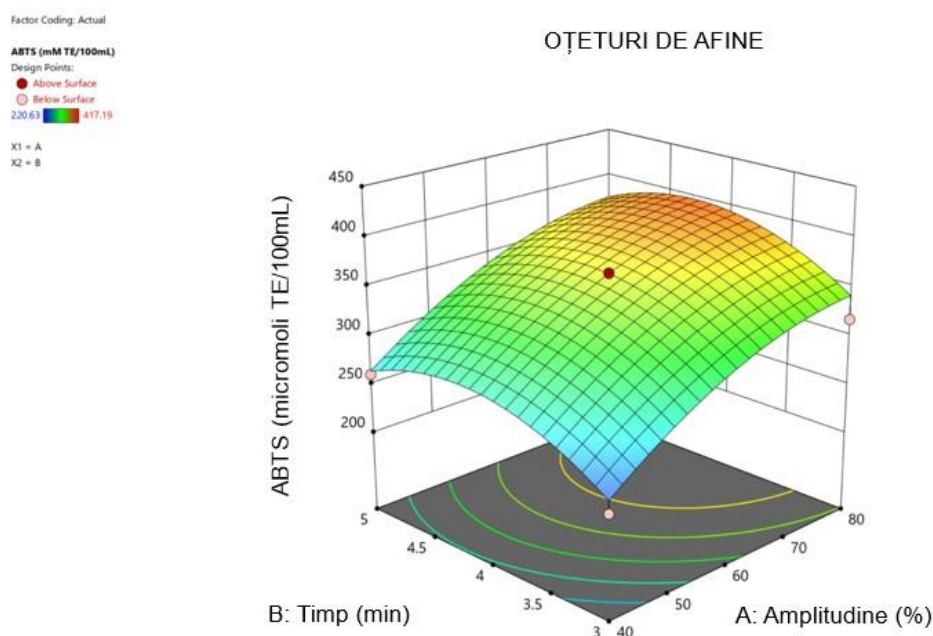


Figura 8.16 Suprafața de răspuns care arată efectul timpului (minute) și amplitudinii (A%) a tratamentelor cu ultrasunete asupra potențialului antioxidant al oțeturilor de afine: test ABTS

Cea mai mică valoare a DPPH ($\mu\text{mol TE/L}$) a fost determinată în proba tratată timp de 5 minute și amplitudine de 40% în aplicația 13 ($139,1\mu\text{mol TE/100mL}$); cea mai mare valoare a DPPH a fost detectată în proba tratată cu amplitudinea de 80% timp de 4 minute ($238,9\mu\text{mol TE/100mL}$).

Figura 8.18 arată că este probabil să se obțină o gamă satisfăcătoare de antioxidanți prin aplicarea unei amplitudini A78,50% și a unei perioade de timp de 3,96 minute, iar acest fapt se datorează probabil sensibilității ridicate a fenolilor la aceste condiții.

8.7.5 Analiza HPLC a compușilor fenolici

În acest studiu, au fost identificate patru compuși fenolici (acid elagic, acid galic, acid ferulic și acid

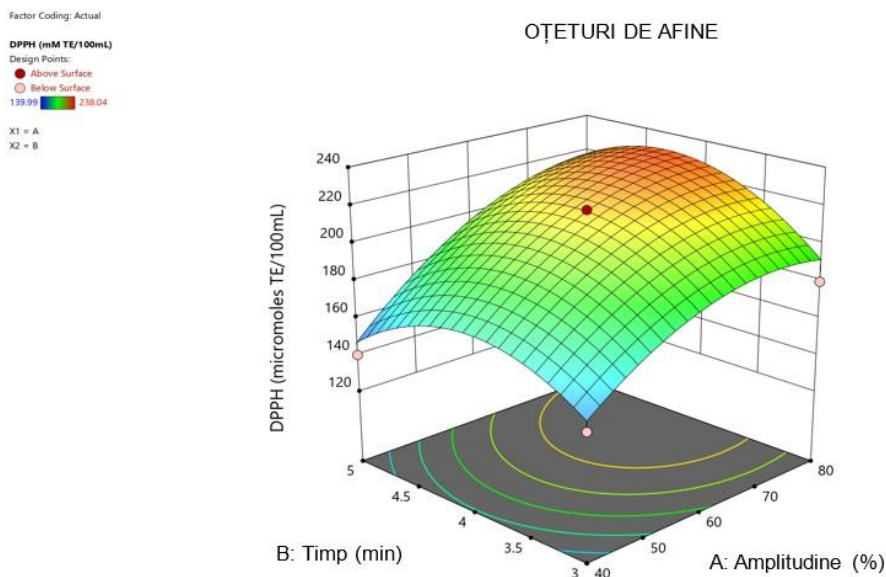


Figura 8.17 Suprafața de răspuns care arată efectul timpului (minute) și amplitudinii (A%) a tratamentelor cu ultrasunete asupra potențialului antioxidant al oțeturilor de afine: (b) test DPPH

clorogenic) în mai multe probe alese în funcție de rezultatele obținute utilizând optimizarea modelului. Nivelul acestor antioxidanți în oțeturi obținute folosind substraturi tratate cu ultrasunete la amplitudinea 80% și 60% pentru 4 și 5 minute și substraturi netratate. Datele au fost exprimate ca medie a 3 determinări $\pm$ deviație standard. Valorile cu litere diferite diferă semnificativ prin testul ANOVA și testul lui Duncan ($p < 0,05$).

Nivelul tuturor compușilor fenolici testați prin HPLC a fost cel mai ridicat în proba de oțet A804. Acest oțet a fost obținut folosind A 80% timp de 4 minute, aceste valori ale parametrilor de tratament fiind foarte apropiate de cele înregistrate după aplicarea modelului de optimizare (A 78,5%, 3,96 minute).

8.8. Concluzii asupra influenței tratamentului cu ultrasunete aplicat ca pre-tratament fructelor utilizate la fabricarea oțetului

În procesul de obținere a oțetului este de dorit să se adopte toate acele proceduri menite să faciliteze extracția culorii și dizolvarea aromelor. Prin aplicarea tehnologiei cu ultrasunete se urmărește posibilitatea extracției continue a compușilor relevanți calitativ din exocarp, exploatând fenomenele declanșate de propagarea ultrasunetelor în mediu solid-lichid, cum ar fi mustul de fructe. În contextul în care concentrațiile de substanțe biologic active din fructe sunt ridicate, accelerarea cineticii de extracție printr-un proces fizic poate fi strategică.

Proiectarea experimentelor reprezintă o metodologie structurată pentru planificarea și proiectarea unei secvențe de experimente. Analiza varianței (ANOVA) a fost utilizată pentru a identifica variabilele

de intrare semnificative pentru un răspuns particular. Modelul predictiv dezvoltat poate ajuta la obținerea unor rezultate adecvate pentru îmbunătățirea productivității.

Funcția de optimizare a softului folosit pentru proiectare a indicat soluția: Amplitudine 78,50%, timp de tratament 3,95 minute ca fiind cea selectată pentru maximizarea extracției conținutului total de polifenoli și antociani.

Testarea modelului experimental se referă la estimarea efectelor ultrasonării în primele etape ale procesului de obținere a oțetului, respectiv tratamentul pre-macerare a fructelor zdrobite pentru a

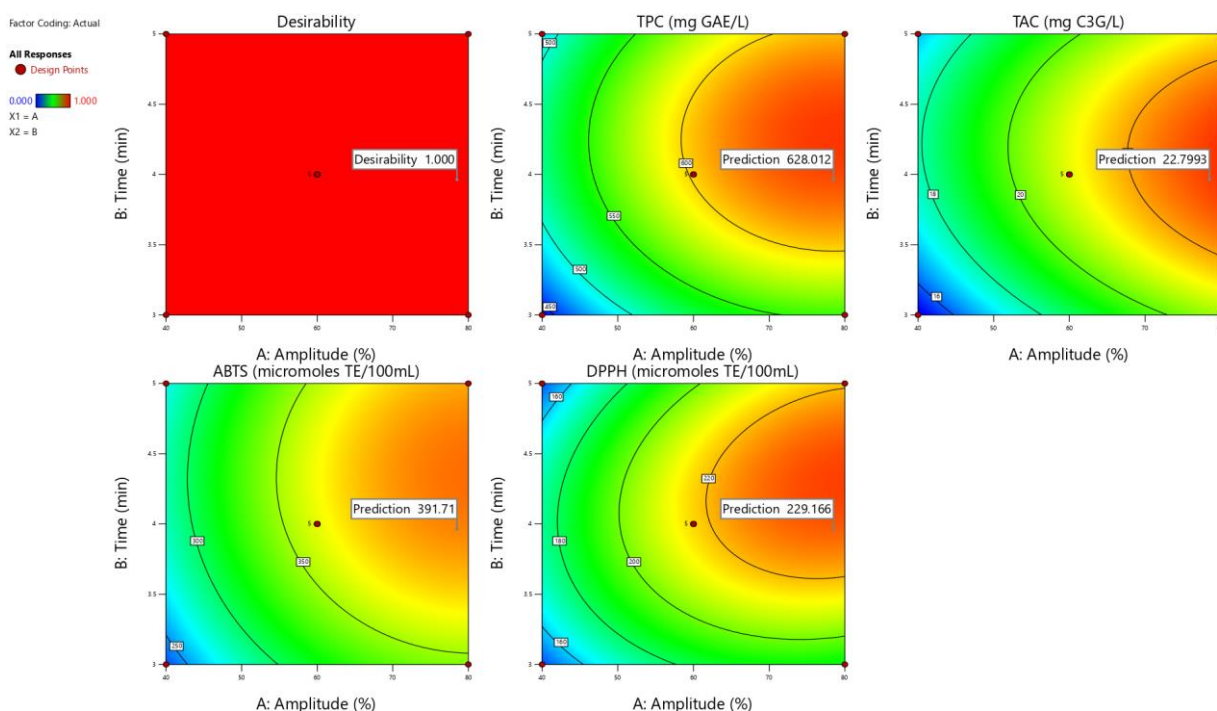


Figura 8.18 Ploturile de contur care indică valorile optime prezise pentru toate răspunsurile (valorile prezise ale parametrilor pentru amplitudinea de 78,50% și perioada de timp de 3,96 minute a tratamentului cu ultrasunete). CI (%) pentru CTP (612,715; 643,31), pentru CTA (22,4769; 23,1216), pentru ABTS (366,732; 416,689) și pentru DPPH (218,104; 240,227)

estima impactul asupra cineticii de culoare și extracție a compușilor fenolici, evaluând totodată și posibilitatea reducerii timpilor de macerare-fermentare. Testele efectuate imediat după tratamentul cu ultrasunete au evidențiat o creștere a conținutului conținutului total de polifenoli și a antocianilor monomerici care este mai evidentă cu cât timpul de tratament și procentul de amplitudine cresc.

În urma cercetărilor sunt prezentate rezultatele privind conținutul de compuși fenolici și antociani corelat cu capacitatea antioxidantă (determinată prin două tipuri de teste) a mai multor tipuri de oțet obținute din sucuri de afine, mure și zmeură utilizate în procente diferite.

Activitatea de captare a radicalilor liberi ABTS și DPPH s-ar putea datora substanțelor fenolice și antocianilor, (care au fost prezenți în concentrații semnificative în variantele de oțet obținute din sucuri de fructe de pădure utilizate în procent de 60% inoculate cu 0,5% bacterii acetice). Cele mai mari valori ale acestor compuși s-au identificat în oțetul din suc de afine obținut din substraturile cu procente prezentate mai sus.

Valorile activității de captare a ABTS și DPPH au fost semnificativ diferite între variantele de oțet testate ($p < 0,05$), varianta cu cele mai mari valori CTP și CTA prezentând cel mai mare procent de inhibare a radicalilor liberi.

Rezultatele au indicat că toate variantele de oțet obținute din sucuri de afine și mure au prezentat un potențial antioxidant bun, mai mare decât cel al oțetului obținut din mere.

Oțeturile din fructe de pădure obținute reprezintă o sursă interesantă de compuși fenolici și antociani și ar putea contribui la aportul zilnic de antioxidanți. Acești compuși biologic activi cu potențial funcțional și antioxidant ar putea totodată să îmbunătățească proprietăților senzoriale ale oțetului. Datele prezentate în acest studiu ar putea fi de interes pentru nutriționiști, oamenii de știință care activează în domeniul alimentar și producătorii de alimente.

Rezultatele experimentale au indicat faptul că probele de oțet obținute folosind 0,5% bacterii acetice și 60% sucuri de fructe de pădure în substrat au prezentat cele mai mari valori medii pentru CTP, CTA și niveluri de activitate antioxidantă, dar toate aceste variante au prezentat valorile cele mai scăzute pentru conținutul de acid acetic. S-a remarcat totodată o corelație pozitivă semnificativă între CTP, CTA și capacitatea antioxidantă, precum și o corelație negativă între CTP, CTA și conținutul de acid acetic al probelor de oțet. Cel mai mare conținut de acid acetic (4,94%) a fost identificat în oțeturile obținute din substratul care conține 40% suc de zmeură și a fost inoculat cu 1% bacterii acetice, în timp ce oțeturile obținute din substraturi cu 60% suc de afine inoculat cu 0,5% bacterii au prezentat cele mai ridicate conținuturi de CTP (180,83 mg GAE/L), CTA (96,87 mg/L) și cel mai ridicat potențial antioxidant (65,90% inhibare radicali DPPH, 1,54 mM TE/L).

Capitolul 9. Implementarea sistemului de management al siguranței alimentare în condițiile utilizării tratamentului cu ultrasunete ca etapă de proces în tehnologia obținerii oțetului

9.1. Stabilirea programelor preliminarilor operaționale (Bune Practici de Fabricație - BPF și Bune Practici de Igienă - BPI) pentru obținerea oțetului

Programele preliminare vor fi implementate ținând seama de context, dimensiunea spațiului și activitățile desfășurate. Aceste programele preliminare vor fi stabilite înainte de efectuarea analizei pericolelor.

Se prezintă rezultatele unei analize a riscurilor de siguranță și calitate în procesul de producție a oțetului. Această analiză a fost elaborată conform principiilor HACCP, identificând riscurile asociate fiecărei etape a procesului. Propunerile de măsuri preventive sunt prezentate pentru a gestiona aceste riscuri, incluzând factorii critici potențiali și stabilirea limitelor critice sau a măsurilor de control necesare. Focusul analizei s-a concentrat pe identificarea punctelor critice de control (PCC) pentru siguranța și pe punctele critice (PC) pentru calitate în producția de oțetului. Pentru fiecare PCC sau PC identificat, sunt specificați factorii critici și acțiunile de control necesare pentru a asigura conformitatea și calitatea produsului final.

CONCLUZII GENERALE. CONTRIBUȚII ORIGINALE. DIRECȚII VIITOARE

CAPITOLUL 10: Concluzii cu caracter general și sumarul contribuțiilor

1. Contribuții personale și originale
2. Direcții de dezvoltare ulterioară
3. Concluzii finale

1. Contribuții personale și originale

În conformitate cu titlul tezei de doctorat, obiectivul general al prezentei cercetări se referă la Identificarea factorilor tehnologici și manageriali utilizabili la aplicarea tratamentului cu ultrasunete în procesul de obținere a oțetului factori care conduc la creșterea gradului de extracție a compușilor biologic activi și a reducerii timpilor de procesare.

Contribuția la dezvoltarea cunoașterii științifice poate fi evaluată prin aportul pe care autoarea le-a adus din diferite perspective ale cercetării științifice. Acestea sunt concretizate în:

A. Contribuții cu caracter de sinteză:

1. Identificarea stadiului actual al cercetărilor în domeniul tehnologiei alimentare fermentative;
2. Identificarea celor mai relevante lucrări științifice din domeniul tehnologiei alimentare fermentative, respectiv tehnologia oțetului, publicate în literatura de specialitate, precum și cele mai semnificative tendințe din domeniu prin intermediul analizelor bibliografice efectuate în bazele de date internaționale;
3. Analiza fermentației din industria alimentară ca alternativă ecologică pentru îmbunătățirea valorii nutriționale;
4. Analiza privind avantajele tehnologiilor de fermentare a alimentelor, inclusiv beneficiile pentru mediu și sănătate;
5. Analiza critică privind produsele fermentate și relația lor cu sănătatea.
6. Analiză privind valorificarea deșeurilor alimentare prin fermentație o perspectivă de viitor asupra fermentației

B. Contribuții cu caracter teoretic și experimental

1. Analizând articolele științifice publicate despre tehnologia oțetului au fost grupate șase direcții de cercetare: microorganisme implicate, compoziție chimică, beneficii pentru sănătate, tehnologii de producție, medicamente adjuvante și reziduuri de oțet;
2. Demonstrarea potențialului utilizării ultrasunetelor în tehnologia de obținere a oțetului și evidențierea faptului că cercetările realizate până în prezent pentru investigarea efectelor undelor sonore au fost efectuate la nivel de laborator sau utilizând un dispozitiv pilot, parametrii de ultrasonare nefiind sistematizați și optimizați;
3. Determinarea conținutului de compuși fenolici și antociani corelat cu capacitatea antioxidantă (determinată prin două tipuri de teste) a mai multor tipuri de oțet obținute din sucuri de afine, mure și zmeură utilizate în procente diferite;
4. Cercetări privind evaluarea conținutului total de polifenoli (CTP), a conținutului total de antociani (CTA) și a capacității antioxidante (utilizând ca radicali liberi ABTS și DPPH) a unor variante experimentale de oțet obținute prin procesul de fermentare a sucurilor obținute din fructe de pădure, sucuri tratate cu ultrasunete;
5. Proiectarea, testarea și analiza modelului experimental pentru creșterea gradului de extracție a compușilor biologic activi în sucul de fructe utilizat cu software-ul DESIGN-EXPERT® VERSION 12 TRIAL pentru a optimiza numărul de experimente și condițiile de operare și pentru a obține informațiile maxime cu cel mai mic număr de probe;
6. Identificarea și selectarea soluției pentru maximizarea extracției conținutului total de polifenoli cu ajutorul funcției de optimizare a softului folosit pentru proiectare: amplitudine 78,50%, timp de tratament 3,95 minute. Valorile CTP au fost cele mai mari (643,2 mg GAE/L);

- 7 Identificarea și selectarea soluției pentru maximizarea extracției conținutului de antociani cu ajutorul funcției de optimizare a softului folosit pentru proiectare: amplitudine 80%, timp de tratament 4 minute. Cea mai mare valoare a CTA a fost de 23,29mg C3GE/L;
- 8 Realizarea analizei ANOVA în vederea optimizării procesului pentru creșterea nivelului de ABTS și DPPH. La finalul optimizării, s-a constatat că ABTS a fost de 363,69 ($\mu\text{mol TE/L}$) și DPPH respectiv 217,102 ($\mu\text{mol TE/100 mL}$) cu un tratament de 3,96 minute și amplitudine de 78,50%;
- 9 Evaluarea posibilității reducerii timpului de macerare-fermentare prin identificarea probelor care au înregistrat la finalul macerării cele mai mari valori ale conținutului de polifenoli totali și antociani;
- 10 Specificarea influenței semnificative a predictorilor folosiți (amplitudine%, timp de tratament și durată macerare), atât în mod singular cât și în cazul interacțiunii dintre ei asupra modelului;
- 11 Conturarea posibilității utilizării tratamentului cu ultrasunete într-o unitate de fabricare a oțetului datorită creșterii ratei de extracție a compușilor biologic activi și a activității antioxidante, dar și posibilității de reducere a duratei de macerare-fermentare;
- 12 Managementul tratamentului cu ultrasunete ca operație tehnologică suplimentară, ce poate fi introdusă pe fluxul tehnologic de fabricare a oțetului și identificarea operației de tratament cu ultrasunete ca fiind un punct critic de control (PCC) datorită faptului că există riscul de deteriorare a amplificatorului acustic (risc de siguranță);
- 13 Evidențierea utilizării tratamentului cu ultrasunete ca soluție de îmbunătățire a managementului în tehnologia de obținere a oțetului prin reducerea timpului de macerare-fermentare, îmbunătățirea calității produselor finale, respectiv obținerea unui produs inovator - oțet cu caracteristici nutriționale și senzoriale amplificate.

C. Contribuții cu caracter științific curricular

1. Stadiul actual al cercetărilor în domeniul tehnologiilor alimentare fermentative, respectiv fabricarea oțetului;
2. Elaborarea rapoartelor de cercetare științifică din cadrul programului de cercetare la doctorat;
3. Finalizarea tezei de doctorat.

D. Noutatea tezei de doctorat

Noutatea tezei de doctorat constă din:

1. Tematica și obiectul investigațiilor teoretice;
2. Analiza comparativă a tehnologiilor de fabricarea a oțetului din fructe;
3. Stabilirea parametrilor optimi de ultrasonare a sucurilor din fructe pentru maximizarea extracției conținutului de polifenoli și antociani.

E. Utilitatea rezultatelor cercetării

Rezultatele cercetărilor prezintă utilitate științifică, didactică și aplicativă acestea fiind relevate atât de contribuțiile aduse cât și de următoarele aspecte:

- Din punct de vedere științific, studiile efectuate aduc un aport deosebit în domeniul cunoașterii fundamentale, prin dezvoltarea și aprofundarea cercetărilor referitoare la utilizarea ultrasunetelor în industria alimentară;

- Din punct de vedere didactic, prezintă interes și utilitate atât rezultatele în sine, cât mai ales metodele și procedurile de cercetare aplicate;
- Din punct de vedere aplicativ, cercetările aduc pe de o parte o fundamentare științifică a cunoștințelor acumulate prin experiența practică, iar pe de altă parte oferă soluții concrete privind condițiile optime de ultrasonare pentru o extracție eficientă a antocianilor și polifenolilor din fructe.

F. Valorificarea și diseminarea rezultatelor cercetării în mediul academic științific

Valorificarea și diseminarea rezultatelor cercetării în mediul academic științific s-a realizat prin:

- Publicarea a 7 lucrări științifice și articole ca prim și co-autor, în reviste științifice și conferințe internaționale:

Lucrări în reviste ISI:

1. **Cristina Padureanu**, Carmen Liliana Badarau, Alina Maier, Vasile Padureanu, Mirabela Ioana Lupu, Cristina Maria Canja, Geronimo Raducu Branescu, Oana-Crina Bujor, Florentina Matei, Mariana-Atena Poiana, Ersilia Alexa, Anisor Nedelcu, ULTRASOUND TREATMENT INFLUENCE ON ANTIOXIDANT PROPERTIES OF BLUEBERRY VINEGAR, Fermentation 2023, 9(7), 600; <https://doi.org/10.3390/fermentation9070600>, (FI 3,3)
2. Alina Maier, Vasile Padureanu, Mirabela Ioana Lupu, Cristina Maria Canja, Carmen Liliana Badarau, **Cristina Padureanu**, Ersilia Alexa, Mariana-Atena Poiana, OPTIMIZATION OF A PROCEDURE TO IMPROVE THE EXTRACTION RATE OF BIOLOGICALLY ACTIVE COMPOUNDS IN RED GRAPE MUST USING HIGH-POWER ULTRASOUND, Sustainability 2023, 15(8), 6697; <https://doi.org/10.3390/su15086697>, (FI 3,3)
3. Mirabela Ioana Lupu, Cristina Maria Canja, Vasile Padureanu, Adriana Boieriu, Alina Maier, Carmen Liliana Badarau, **Cristina Padureanu**, Catalin Croitoru, Ersilia Alexa, Mariana-Atena Poiana, INSIGHTS ON THE POTENTIAL OF CAROB POWDER (CERATONIA SILIQUA L.) TO IMPROVE THE PHYSICO-CHEMICAL, BIOCHEMICAL AND NUTRITIONAL PROPERTIES OF WHEAT DURUM PASTA, Appl. Sci. 2023, 13(6), 3788; <https://doi.org/10.3390/app13063788>, (FI 2,2)
4. Alina MAIER, Vasile PADUREANU, Mirabela LUPU1, Cristina CANJA, Geronimo Raducu BRANESCU, **Cristina PADUREANU**, Mariana-Atena POIANA, Effect of High-Power Ultrasound Treatment on Bioactive Compound Content and Chromatic Characteristics of Red Wines, Vol. 81 No. 1 (2024): BULLETIN OF UNIVERSITY OF AGRICULTURAL SCIENCES AND VETERINARY MEDICINE CLUJ-NAPOCA. FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY, <https://journals.usamvcluj.ro/index.php/fst/article/view/14845>
5. Alina MAIER, Vasile PăDUREANU, Cristina CANJA, Mirabela Ioana LUPU, Geronimo Răducu BRĂNESCU, **Cristina PĂDUREANU**, Mariana-Atena POIANĂ, **Influence of High-Power Ultrasound Treatment on Red Wine Quality Parameters**, Scientific Papers. Series B. Horticulture, Vol. LXVIII (1), p.X-Y, (În Horticulture Section of the International Conference "Agriculture for Life, Life for Agriculture"); <https://horticulturejournal.usamv.ro/index.php/scientific-papers/current-issue>, (FI 0,3)

Lucrări BDI

1. **Cristina Padureanu**, Alina Maier, Cristina Maria Canja, Vasile Padureanu, Oana-Crina Bujor, VALORISATION OF GRAPE MARC BY-PRODUCTS IN BEVERAGE INDUSTRY: THE CASE OF FORTIFIED GRAPE JUICE, Proceedings of 22nd International Multidisciplinary Scientific GeoConference SGEM 2022, Volume 22, [doi: 10.5593/sgem2022V/6.2/s25.46](https://doi.org/10.5593/sgem2022V/6.2/s25.46)
- 2 **Cristina Padureanu**, Anișor Nedelcu, Alina Maier, Vasile Padureanu, Mirabela Ioana Lupu, Carmen Liliana Badarau, THE TOTAL CONTENT OF POLYPHENOLS AND THE ANTIOXIDANT PROPERTIES OF SEVERAL BERRY VINEGARS, Bulletin of the Transilvania University of Brașov, Series II: Forestry ■ Wood Industry ■ Agricultural Food Engineering ■ Vol. 15(64) No. 1 – 2022; <https://doi.org/10.31926/but.fwiafe.2022.15.64.1.11>

- Realizarea rapoartelor de cercetare științifică din cadrul programului de pregătire științifică;
- Finalizarea tezei de doctorat.

3. Concluzii finale

Grupul țintă eligibil al acestei cercetări este format din:

- Cercetători;
- Ingineri și tehnicieni care lucrează în domeniul tehnologiei alimentare fermentative
- Responsabili cu îmbunătățirea sistemului de management al tehnologiilor alimentare;
- Ingineri dezvoltatori de echipamente pentru industria alimentară;
- Alte persoane interesate.

Alimentele funcționale fermentate au apărut ca un subsector al industriei alimentare funcționale, care a crescut constant în ultimii ani.

Fermentarea are multe beneficii potențiale pentru sănătate, inclusiv aportul de bacterii lactice benefice, ușurință în metabolism, disponibilitate nutrițională crescută, stare de spirit și comportament îmbunătățite și beneficii pentru sănătatea cardiovasculară.

Lactatele și carnea sunt cele mai populare produse fermentate consumate pe scară largă. Pe de altă parte, alături de lactate și carne, fructele și legumele fermentate sunt bine cunoscute pentru consumul lor la nivel mondial și pentru beneficiile pentru sănătate.

Conștientizarea sporită a proteinelor alternative a extins recent produsele fermentate cu ingrediente de bază de insecte și alge marine. Mai mult, pentru a maximiza eficiența de bioconversie a deșeurilor alimentare, este necesar să se optimizeze deșeurile provenite din alimente și să se utilizeze metode biotehnologice de ultimă oră.

Tehnicile inovatoare, cum ar fi fermentația de precizie, sunt potrivite pentru a produce proteinele dorite, lipidele și carbohidrații, deoarece permit generarea de molecule cu constituții similare cu omologii lor cultivați în mod convențional.

În viitor, industriile de fermentație vor funcționa continuu, se pot instala automatizări, iar acest lucru va duce la o reducere a implicării umane și la prevenirea greșelilor. În fermentația viitoare, în locul oțelului pot fi folosite materiale ieftine, cum ar fi plasticul, cimentul sau ceramica.

În viitor, Inteligența Artificială va fi responsabilă de controlul fermentației, oferind astfel procese mai eficiente, sterile și mai puține energie, apă și forță de muncă.

O altă linie de cercetare viitoare ar putea fi utilizarea tehnologiilor inovatoare precum presiune hidrostatică înaltă, ultrasunete, microunde, câmpuri electrice pulsate și etc., și a efectele acestor în producția de oțet de fructe cu standarde de înaltă calitate. Unele dintre ele au fost testate pentru producerea de oțet din struguri, iar rezultatele au fost promițătoare.

BIBLIOGRAFIE SELECTIVĂ

- Abdel-Hameed, E.-S. S., Bazaid, S. A., & Salman, M. S. (2013). Characterization of the Phytochemical Constituents of Taif Rose and Its Antioxidant and Anticancer Activities. *BioMed Research International*, 2013.
- Aggelogiannopoulos, D., Drosinos, E. H., & Athanasopoulos, P. (2007). Implementation of a quality management system (QMS) according to the ISO 9000 family in a Greek small-sized winery : A case study. *Food Control*, 18, 1077-1085.
- Aguiar, A., Nascimento, R.A.A., Ferretti, L.P., & Goncalves, A.R. (2005). Determination of organic acids and ethanol in commercial vinegars. *Brazilian Journal Technology* 5: 51-56.
- Angeles-Agdeppa, I., Sun, Y., & Tanda, K.V. (2020). Dietary pattern and nutrient intakes in association with non-communicable disease risk factors among Filipino adults: a cross-sectional study. *Nutr J* 19(1):79. <https://doi.org/10.1186/s12937-020-00597-x>
- Arvaniti, O.A.; Mirsonis, P., Sirokos, I., Dermishaj, E., & Samaras, Y. (2019). The physicochemical properties and antioxidant capacities of commercial and homemade Greek vinegars. *Acta Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria* 18(3): 225-234
- Bhangu, K. S., Ashokkumar, M., & Lee, J. (2016). Ultrasound assisted crystallization of paracetamol: Crystal size distribution and polymorph control. *Crystal Growth Design*, 16(4), 1934-1941.
- Bhat R., Shuaidda N., Min-tze L., & Karim A. A. (2011). Sonication improves kasturi lime (Citrus microcarpa) juice quality. *Ultrason. Sonochem.*, 18, 1295–1300.
- Boistean, A. (2021). Aspects of vinegars production and marketing in Moldova. *Journal of Social Sciences*. Vol. IV, no. 2 (2021), pp. 128 – 138. [https://doi.org/10.52326/jss.utm.2021.4\(2\).13](https://doi.org/10.52326/jss.utm.2021.4(2).13)
- Boonsupa, W. (2018). Chemical Properties, Antioxidant Activities and Sensory Evaluation of Berry Vinegar. *Walailak J. Sci. Technol.* 16, 887–896.
- Brezan, B., Badarau, C., & Woinaroschy A. (2020). Effects of Blueberry and Black Carrot Extracts Addition on Antioxidant Properties and Protein-Precipitating Capacity of Ultrasound-Treated Cider
- Carmona-Cabello, M., Garcia, I.L., Leiva-Candia, D., & Dorado, M.P. (2018). Valorization of food waste based on its composition through the concept of biorefinery. *Curr Opin Green Sustain Chem* 14:67 – 79. <https://doi.org/10.1016/j.cogsc.2018.06.011>
- Celotti, E., Stante, S., Ferraretto, P., Román, T., Nicolini, G., & Natolino, A. (2020). High power ultrasound treatments of red young wines: effect on anthocyanins and phenolic stability indices. *Foods* 9(10):10. <https://doi.org/10.3390/foods9101344>
- Da Silva Fonseca M., Santos V. A. Q., Calegari G. C., Dekker R. F. H., De Melo Barbosa-Dekker A., & Da Cunha M. A. A. (2018). Blueberry and honey vinegar: Successive batch production, antioxidant potential and antimicrobial ability. *Brazilian J. Food Technol.*, 21.
- Dolatowski, Z. J., Stadnik, J., & Stasiak, D. (2007). Applications of ultrasound in food technology

- Duddington, C. L. (1962). Predacious fungi and the control of eelworms. *Viewpoints in Biology* 1: 151–200
- Ebner, H. (1982). Vinegar. Prescott and Dunn's Industrial Microbiology, AVI Publishing, 802-834
- Food and Agriculture Organization. The State of Food and Agriculture 2019: Moving Forward on Food Loss and Waste Reduction; Food and Agriculture Organization: Rome, Italy, 2019.
- Fumi, M. D.; Silva, A.; Battistotti, G.; & Colagrande, O. (1992). Living immobilized *Acetobacter* in Ca-alginate in vinegar production: Preliminary study on optimum conditions for immobilization, 14, 605–608
- Galoppini, C., & Fiorentini, R. (1984). *L'aceto. Preparazione casalinga e industriale. Aceti speciali. Sottaceti*. Monte San Pietro, BO, Italy, Libreria Piani
- Hidalgo, C.; Torija, M.J.; Mas, A.; & Mateo, E. (2013). Effect of inoculation on strawberry fermentation and acetification processes using native strains of yeast and acetic acid bacteria. *Food Microbiology*, 34, 88–94
- Knorr, D., & Augustin, M.A. (2022). Food systems at a watershed: Unlocking the benefits of technology and ecosystem symbioses. *Crit Rev Food Sci Nutr*. <https://doi.org/10.1080/10408398.2021.2023092>
- Kumaran, A.; & Joel Karunakaran, R. (2006). Antioxidant and free radical scavenging activity of an aqueous extract of *Coleus aromaticus*. *Food Chem.*, 97, 109–114.
- McClements, D. J. (1991). Ultrasonic characterization of emulsions and suspensions. *Advances in Colloids and Interface Science*, (37), 33–72. [https://doi.org/10.1016/0001-8686\(91\)80038-L](https://doi.org/10.1016/0001-8686(91)80038-L)
- Nampoothiri, K.M., Beena, D.J., Vasanthakumari, D.S., & Ismail, B. (2017). Health benefits of exopolysaccharides in fermented foods. In: Frias J, Martinez-Villaluenga C, Peñas E (eds) *Fermented foods in health and disease prevention*. Elsevier, pp 49–62. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-802309-9.00003-0>
- Ng, H.S., Kee, P.E., Yim, H.S., Chen, P.-T., Wei, Y.-H., & Chi-Wei Lan, J. (2020). Recent advances on the sustainable approaches for conversion and reutilization of food wastes to valuable bioproducts. *Biores Technology* 302:122889. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.122889>
- Novoa-Díaz, D., Rodríguez-Nogales, J., Fernández-Fernández, E., Vila-Crespo, J., García-Álvarez, J., M. Amer, J. C., & Salazar, J. (2014). Ultrasonic monitoring of malolactic fermentation in red wines. *Ultrasonics*, 54, 1575–1580.
- O'Connor, J., Hoang, S.A., Bradney, L., Dutta, S., Xiong, X., Tsang, D.C.W., Ramadass, K., Vinu, A., Kirkham, M.B., Bolan, N.S. (2021). A review on the valorisation of food waste as a nutrient source and soil amendment. *Environ Pollut* 272:115985. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.115985>
- Ortiz-Sanchez, M., Inocencio-García, P.-J., Alzate-Ramírez, A.F., & Alzate, C.A.C. (2023). Potential and restrictions of food-waste valorization through fermentation processes. *Fermentation* 9(3):3. <https://doi.org/10.3390/fermentation9030274>
- Paramithiotis, S., Das, G., Shin, H.-S., & Patra, J.K. (2022). Fate of bioactive compounds during lactic acid fermentation of fruits and vegetables. *Foods* 11(5):733. <https://doi.org/10.3390/foods11050733>

- Patel, A., & Prajapat, J. (2013). Food and health applications of exopolysaccharides produced by lactic acid bacteria. *Adv Dairy Res*. <https://doi.org/10.4172/2329-888x.1000107>
- Rastogi, Y.R., Thakur, R., Thakur, P., Mittal, A., Chakrabarti, S., Siwal, S.S., Thakur, V.K., Saini, R.V., & Saini, A.K. (2022). Food fermentation-significance to public health and sustainability challenges of modern diet and food systems. *Int J Food Microbiol* 371:109666. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2022.109666>
- Ravindran, R., Jaiswal, A.K. (2016). Exploitation of food industry waste for highvalue products. *Trends Biotechnol* 34(1):58–69. <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2015.10.008>
- Re, R., Nicoletta, P., Anna, P., Ananth, P., Min, Y., & Catherine, R.-E. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radic. Biol. Med.*, 26, 1231–1237.
- Seydi, Y. (2019). Optimization of Uruset Apple Vinegar Production Using Response Surface Methodology for the Enhanced Extraction of Bioactive Substances. *Foods* 8(3):107–115.
- Singleton, V.L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventos, R.M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidant substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology* 299: 152–178.
- Stillhart, C., & Kuentz, M. (2012). Comparison of high-resolution ultrasonic resonator technology and Raman spectroscopy as novel process analytical tools for drug quantification in self-emulsifying drug delivery systems. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 59, 29–37.
- Şanlıer, N., Gökçen, B.B., & Sezgin, A.C. (2019). Health benefits of fermented foods. *Crit Rev Food Sci Nutr* 59(3):506–527. <https://doi.org/10.1080/10408398.2017.1383355>
- Tamang, J.P., & Thapa, N. (2022). Beneficial microbiota in ethnic fermented foods and beverages. In: de Bruijn FJ, Smidt H, Cocolin LS, Sauer M, Dowling D, Thomashow L (eds) *Good microbes in medicine, food production, biotechnology, bioremediation, and agriculture*. Wiley, pp 130–148
- Wang, H., Guo, X., Hu, X., Li T., Fu, X., & Liu R. H. (2017). Comparison of phytochemical profiles, antioxidant and cellular antioxidant activities of different varieties of blueberry (*Vaccinium* spp.). *Food Chem.*, 217, 773–781.
- Wen, C., Zhang, J., Zhang, H., Dzah, C. S., Zandile, M., Duan, Y., & Luo, X. (2018). Advances in ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from cash crops – A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 48, 538–549. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.07.018>
- Yıkımsı, S. (2019). Optimization of Uruset Apple Vinegar Production Using Response Surface Methodology for the Enhanced Extraction of Bioactive Substances. *Foods*, 8.
- Yıkımsı, S., Bozgeyik, E., & Şimşek, M. A. (2020). Ultrasound processing of verjuice (unripe grape juice) vinegar: effect on bioactive compounds, sensory properties, microbiological quality and anticarcinogenic activity. *J. Food Sci. Technol.*, 57, 3445–3456.