

## Rezumatul Tezei de doctorat

Industria alimentară reprezintă unul dintre cele mai importante sectoare economice la nivel global, având un rol esențial în asigurarea securității alimentare, în generarea de locuri de muncă și în dezvoltarea economiilor naționale. Odată cu creșterea populației și cu diversificarea cererii de produse alimentare, acest sector se confruntă cu provocări majore legate de utilizarea sustenabilă a resurselor, reducerea risipei alimentare și protejarea mediului înconjurător. În prezent, o problemă de interes global o constituie cantitatea considerabilă de subproduse și deșeuri alimentare generate de procesele de producție, procesare și distribuție. Aceste materiale, deși adesea considerate deșeuri, conțin compuși valoroși care pot fi recuperați și reintegrați în circuitul economic, contribuind astfel la o utilizare mai eficientă a resurselor.

Prezenta teză de doctorat intitulată “**STRATEGII DE VALORIFICARE SUSTENABILĂ A ZERULUI DIN INDUSTRIA LACTATELOR PENTRU OBTINEREA DE ALIMENTE INOVATIVE**” să analizeze tendințele actuale în valorificarea subproduselor alimentare, în particular a zerului rezultat din industria produselor lactate, beneficiile asociate acestui proces și direcțiile strategice promovate la nivel european. Scopul final este de a evidenția rolul fundamental pe care valorificarea deșeurilor și a subproduselor îl are în tranziția către o economie circulară, capabilă să răspundă provocărilor viitorului din punct de vedere economic, social și ecologic.

În acest sens, au fost propuse metode de fortifiere a alimentelor făinoase (pâine și biscuiți) cu pudră de zer în scopul creșterii valorii nutritive și funcționale a produsului în formule sustenabile, precum și obținerea unor jeleuri cu dublă matrice funcțională generată de pudră de zer și adaosul de fructe de pădure. Făinurile compozite, produsele de panificație și jeleurile fortificate au fost caracterizate din punct de vedere nutrițional, al conținutului de principii active, comportării reologice sau texturale și a stabilității în timp, prin metode analitice performante care au inclus: spectroscopia de absorbție atomică (SAA), analiza cromatografică (HPLC), spectroscopie în infraroșu cu transformată Fourier (FTIR), difracția cu raze X (SAXS/WAXS), microscopie optică, analiză reologică MIXOLAB, teste de culoare și textură. De asemenea, în scopul testării percepției consumatorului asupra produselor funcționale obținute, un rol important în evaluarea calității produselor l-a constituit analiza senzorială. Nu în ultimul rând, rezultatele obținute au fost corelate cu ajutorul analizei statistice: analiza componentelor principale (PCA) și analiza clusterelor.

Teza de doctorat este structurată în două părți principale. Prima parte cuprinde: *Stadiul actual al cunoașterii* și este compusă din două capitole: i) generalități privind subprodusele din industria alimentară, în care sunt prezentate aspecte privind categoriile de subproduse și modalitățile de valorificare în contextul economiei alimentare; și ii) zerul - subprodus cu valoare nutrițională și funcțională în industria produselor lactate, capitol în care sunt descrise compoziția chimică a zerului și posibilitățile de valorificare în industria alimentară.

Cea de a II – a parte a lucrării cuprinde *Contribuțiile proprii* ale doctorandei, și este structurată în patru capitole, câte unul pentru fiecare direcție de cercetare abordată, în care sunt prezentate metodele de analiză, rezultatele obținute și discuții în raport cu datele raportate în literatura de specialitate.

Cele 2 părți menționate sunt precedate de **Introducere** și de prezentarea **obiectivelor tezei**, iar la finalul tezei sunt prezentate **concluziile, elementele de originalitate și perspectivele de continuare a cercetărilor**.

Teza de doctorat elaborată, este structurată pe **6 capitole**, cuprinde **16 tabele** și **59 figuri** și beneficiază de aportul a **227 referințe bibliografice** de actualitate pentru tema de cercetare abordată. În teză este inclusă și lista cu lucrările științifice publicate de doctorandă în domeniul cercetării efectuate.

**Obiectivul general** al tezei de doctorat îl constituie studiul posibilităților de valorificare a zerului rezultat ca subprodus în industria lactatelor în obținerea unor alimente funcționale și sustenabile, în contextul unei economii circulare.

În acest sens, au fost formulate 4 obiective specifice, prezentate fiecare într-un studiu, focusate pe 4 direcții de cercetare distincte:

- **Obiectivul specific 1 (OS1): Obținerea și caracterizarea unui produs funcțional de panificație: pâine fortificată cu pudră de zer – abordare sustenabilă de valorificare a subproduselor din industria lactate** prezentat în primul studiu, se referă la posibilitatea de utilizare a zerului concentrat sub formă de pudră în tehnologia de obținere a pâinii în scopul fortifierii nutriționale și îmbogățirii cu principii active a acesteia. În acest sens, au fost obținute făinuri compozite prin adaosul de pudră de zer în diferite proporții (5-15%) în făina de grâu. Făinurile compozite obținute au fost analizate din punct de vedere nutrițional, prin determinarea compoziției proximale, a conținutului de principii active (activitate antioxidantă, polifenoli totali, macro și microelemente), fizico-chimic și la nivel structural, precum și din punct de vedere reologic prin determinarea profilului MIXOLAB, respectiv a comportării aluatului în timpul proceselor fermentative și la prelucrare. Făinurile compozite analizate au fost utilizate în obținerea unor produse de panificație

utilizând metoda directă de preparare a aluatului, iar produsele obținute au fost de asemenea caracterizate din punct de vedere nutritional, fizico-chimic și funcțional.

- **Obiectivul specific 2 (OS2)**, prezentat în studiul al II-lea din capitolul 4, se referă la: **Valorificarea zerului în obținerea unor jeleuri funcționale: o abordare nutrițională și tehnologică**. În acest studiu au fost obținute jeleuri fortificate proteic cu zer și îmbogățite în principii active prin adaosul de fructe de pădure. Au fost obținute 5 variante experimentale care au fost analizate din punct de vedere: fizico-chimic, textural, microscopic, nutritional, funcțional, al stabilității în timp și conservabilității.
- **Obiectivul specific 3 (OS3)**, prezentat în studiul al III-lea se referă la: **Obținerea unor produse făinoase aglutenice, de tip biscuiți, cu adaos de pudră de zer** și este prezentat în capitolul 5. În acest sens a fost formulate făinuri compozite pe bază de amestec de făină de orez și pudră de zer în diferite proporții care au fost utilizate în obținerea unor biscuiți aglutenici funcționali. Produsele obținute au fost caracterizate din punct de vedere nutritional, funcțional și structural.
- **Obiectivul specific 4 (OS4)** se referă la studiul al IV-lea, care are ca scop evaluarea **percepției consumatorilor asupra calității produselor funcționale fortificate cu zer**. În acest studiu au fost analizate din punct de vedere senzorial produsele obținute și prezentate în capitolele 3-5 și au vizat evaluarea aspectului; aromei; texturii, gustului/masticabilității și acceptabilității generale produselor.

## PARTEA a II-a. CERCETĂRI PROPRII

Această parte a tezei de doctorat include cercetările proprii efectuate și prezintă rezultatele obținute, fiind structurată în 4 capitole.

Scopul cercetărilor efectuate în **Capitolul 3**, intitulat **“Obținerea și caracterizarea unui produs funcțional de panificație: pâine fortificată cu pudră de zer – abordare sustenabilă de valorificare a subproduselor din industria lactate”** a fost de a explora potențialul încorporării zerului pudră la diferite niveluri în rețetele de pâine și să evalueze proprietățile nutriționale, funcționale și reologice ale făinurilor compozite și pâinii pe bază de făină de grâu cu zer adăugat.

Avantajele tehnologice și abordarea inovatoare a acestui studiu rezidă în utilizarea zerului pudră, obținut conform metodei descrise în continuare, care oferă o soluție mai accesibilă pentru procesatori în comparație cu concentratul sau izolatul proteic din zer, care necesită o procesare avansată.

Rezultatele acestui studiu au fost publicate în lucrarea: **Diana Fluerașu (Bălțatu)**, Christine Neagu, Sylvestre Dossa, Monica Negrea, Călin Jianu, Adina Berbeca, Daniela Stoin, Dacian Lalescu, Diana Brezovan, Liliana Cseh, Mariana Suba, Cătălin Ianasi, și Ersilia Alexa - *The Use of Whey Powder to Improve Bread Quality: A Sustainable Solution for Utilizing Dairy By-Products*, **Foods** **2025**, **14**, 2911. <https://doi.org/10.3390/foods14162911> **IF 5.1**.

**Concluzii cu privire la Obiectivul Specific OS1: Obținerea și caracterizarea unui produs funcțional de panificație: pâine fortificată cu pudră de zer – abordare sustenabilă de valorificare a subproduselor din industria lactate** sunt prezentate în continuare:

- Datele obținute evidențiază impactul pozitiv al adaosului de zer pudră asupra valorii nutriționale a făinurilor compozite și a produselor de panificație, în special prin creșterea conținutului de proteine și minerale, alături de o reducere a conținutului de carbohidrați. Aceste rezultate susțin utilizarea zerului ca ingredient funcțional promițător în dezvoltarea unor produse de panificație cu valoare adăugată.
- Adăugarea zerului pudră în rețetele de panificație a condus la o creștere semnificativă a conținutului de polifenoli, substanțe cunoscute pentru rolul lor benefic în prevenirea stresului oxidativ și susținerea sănătății. Această îmbogățire reflectă un potențial funcțional sporit al produselor obținute. Cu toate acestea, activitatea antioxidantă determinată prin metoda DPPH nu a crescut în aceeași măsură, sugerând că efectul biologic al polifenolilor nu este strict dependent de cantitatea totală, ci mai degrabă de structura chimică, reactivitatea specifică a compușilor prezenți, precum și de stabilitatea acestora pe parcursul proceselor tehnologice (ex. coacere, amestecare).
- Aportul de macro și microelemente este substanțial crescut prin fortifierea produselor de panificație cu pudră de zer, în special în ceea ce privește conținutul de Ca, K, Na, dar și de microelemente ca Ni sau Cu, ceea ce recomandă utilizarea produselor fortificate cu zer în dieta persoanelor cu carente ale acestor elemente.
- Adaosul de pudră de zer reduce porozitatea și afectează elasticitatea produselor de panificație, dar la concentrații mai mari (15%) poate îmbunătăți structura fizică (elasticitate și formă). Formulările cu 10% și 15% zer remarcă printr-un echilibru mai bun între formă și elasticitate, în ciuda porozității mai reduse.

- Spectroscopia FTIR a evidențiat clar impactul adăugării de pudră de zer asupra compoziției funcționale a făinii de grâu. Modificările în benzile amidice și în regiunea grupărilor carboxil și hidroxil reflectă atât creșterea conținutului proteic, cât și apariția de noi interacțiuni între constituenții amestecului. Aceste rezultate confirmă literatura de specialitate și oferă suport pentru utilizarea FTIR în analiza calitativă a ingredientelor funcționale în panificație.
- Rezultatele WAXS indică o scădere progresivă a ordinii cristaline a amidonului prin fortificarea făinii cu făină de zer, cu un minim clar observat la adaosul de 10%. Efectele structurale pot fi atribuite interacțiunii specifice dintre proteinele din zer și lanțurile poliglucidice din amidon. La o concentrație mai mare (15%), proteinele par să inducă o reorganizare structurală care compensează parțial pierderile anterioare de cristalinătate.
- Analiza corelațiilor în probele de pâine fortificată cu concentrat de zer evidențiază o rețea complexă de relații între componentele biochimice și parametrii funcționali ai produsului. Polifenolii și mineralele esențiale (Cu, Ca, Zn, Cr) sunt asociați semnificativ cu activitatea antioxidantă și proprietățile structurale ale pâinii, în timp ce umiditatea, porozitatea și lipidele sunt influențate negativ de creșterea conținutului proteic. Aceste constatări sprijină utilizarea zerului ca ingredient funcțional valoros pentru îmbunătățirea calității nutriționale și funcționale a produselor de panificație.
- Corelațiile observate în probele de făină fortificată cu zer indică o interdependență puternică între compoziția minerală, proteică și activitatea antioxidantă. Adaosul de zer contribuie în mod evident la creșterea valorii nutriționale și funcționale a făinii, aspect reflectat prin corelațiile foarte mari dintre polifenoli, minerale esențiale (Ca, Cu, Na, Ni, Cr) și parametrii de calitate precum proteinele și activitatea DPPH.
- Analiza graficelor radar Mixolab confirmă impactul progresiv al adaosului de WhF asupra comportamentului reologic. În timp ce absorbția de apă se menține ridicată, alte caracteristici funcționale, precum calitatea glutenului, capacitatea de frământare și vâscozitatea amidonului, sunt negativ influențate. Totuși, beneficiile nutriționale și tendința spre retrogradare mai redusă pot echilibra aceste dezavantaje în contextul dezvoltării produselor funcționale. Formulările cu până la 5–10% WhF par a oferi un echilibru acceptabil între funcționalitate și valoare nutrițională.

**Cercetările prezentate în Capitolul 4, intitulat: Valorificarea zerului în obținerea unor jeleuri funcționale: o abordare nutrițională și tehnologică, corespunzătoare OS2,** au vizat potențialul de utilizare a zerului din industria lactatelor în producția de jeleuri funcționale cu valoare adăugată îmbogățite cu compuși bioactivi din fructe de pădure (afine, căpșuni și zmeură). Produsele au fost caracterizate din punct de vedere fizico-chimic, nutrițional, textural, al stabilității la depozitare și al proprietăților fitochimice. Această lucrare abordează nevoia de inovare în industria alimentară în cadrul economiei circulare și durabile.

**Rezultatele acestui studiu au fost publicate în lucrarea: Diana Fluerașu (Bălțatu), Monica Negrea, Christine Neagu, Sylvestre Dossa, Călin Jianu, Dacian Lalescu, Adina Berbecea, Liliana Cseh, Ileana Cocan, Corina Misca, Mariana Suba, Vlad Muresan, Anda Tanislav, Ersilia Alexa - *Whey Valorization in Functional Jellies: A Nutritional and Technological Approach*, **Foods** **2025**, **14**, 3193. <https://doi.org/10.3390/foods14183193> **IF 5.1**.**

**Concluzii cu privire la Obiectivul Specific OS2: Valorificarea zerului în obținerea unor jeleuri funcționale: o abordare nutrițională și tehnologică.**

- Jeleul martor (CJ), lipsit de proteine și acizi organici a prezentat variații minime ale pH-ului și acidității la pastrare timp de 14 zile la 4 °C, respectiv 20 °C
- Jeleul cu zer simplu (WhJ) a avut un pH inițial mai ridicat, dar a fost sensibil la scăderi rapide ale pH-ului la 20 °C, semnalând instabilitate.
- Variantele cu zer și fructe (WhSJ, WhBJ, WhRJ) au prezentat un pH inițial mai scăzut, datorită acizilor organici, dar au fost mai stabile la 4 °C, datorită polifenolilor și antioxidanților naturali.
- În general, depozitarea la 4 °C a încetinit evoluția acidității și a menținut stabilitatea produselor, în timp ce depozitarea la 20 °C a accelerat acidifierea și a dus la alterări după 14 zile.
- Analiza stabilității fizice a evidențiat că cele mai rezistente probe la fenomenul de sinereză au fost WhJ (cu zer) și WhBJ (cu afine și zer). Această stabilitate este atribuită interacțiunilor dintre proteinele din zer și polifenolii din fructe, care contribuie la formarea unei rețele gelificate mai ferme, reducând pierderile de apă.
- Proba WhSJ (cu căpșuni și zer) a prezentat o stabilitate moderată. Deși inițial a format o rețea rezistentă, aceasta s-a dovedit mai sensibilă la depozitarea la 20 °C, unde s-au observat ușoare modificări după 14 zile.
- Cea mai puțin stabilă probă a fost WhRJ (cu zmeură și zer), unde aciditatea ridicată a sucului de zmeură a favorizat migrarea apei și, implicit, o creștere a sinerezei.

- Jeleul martor (CJ), deși stabil la 4 °C, a prezentat semne de instabilitate la 20 °C, cu un nivel al sinerezei care a depășit pragul de 5% după 14 zile. Acest comportament indică o stabilitate mai redusă comparativ cu mostrele ce conțineau proteine și compuși bioactivi din fructe.
- Spectrele FTIR ale jeleurilor analizate confirmă prezența proteinelor din zer, carbohidraților și compușilor bioactivi din fructe. Fiecare probă prezintă semnături unice care reflectă compoziția ingredientelor utilizate. Adăția de fructe generează intensificări în regiunile corespunzătoare compușilor fenolici și zaharurilor, sugerând posibile interacțiuni cu proteinele și impact asupra structurii și stabilității gelului.
- Rezultatele microscopiei optice simple au evidențiat clar impactul pozitiv al zerului asupra structurii gelului, precum și posibile interacțiuni între compușii bioactivi din suc de fructe și matricea gelificată. Jeleurile cu adaos combinat au prezentat cea mai favorabilă microstructură, ceea ce susține utilizarea ingredientelor funcționale sinergice în dezvoltarea de produse inovatoare cu valoare nutrițională și senzorială ridicată.
- Probele îmbogățite cu fructe bogate în antocianine și polifenoli (WhBJ, WhRJ) au o textură mai fermă, mai elastică și mai rezistentă, ceea ce le conferă caracteristici texturale superioare în comparație cu probele fara adaos de fructe.
- Rezultatele obținute cu privire la profilul polifenolilor individuali confirmă rolul esențial al fructelor în diversificarea și îmbogățirea matricei fenolice a jeleurilor lactate. Acidul galic a înregistrat o creștere substanțială, în special în proba cu zmeură (WhRJ), sugerând o contribuție majoră din partea acestui fruct. În plus, compuși specifici precum resveratrolul și acidul rosmarinic au fost detectați exclusiv în rețetele cu fructe, iar flavonolii (quercetina) au devenit cuantificabili în formulările cu căpșuni și afine.
- Epicatechina a crescut semnificativ în mostrele cu căpșuni și afine, dar a fost absentă în proba cu zmeură, indicând diferențe interspecifice în conținutul de polifenoli. În schimb, acizii hidroxicinamici, precum acidul p-cumaric și ferulic, s-au menținut la niveluri relativ constante în toate mostrele cu adaos de fructe.
- Rezultatele obținute din analiza corelațiilor, microscopia optică și spectroscopia FTIR oferă o imagine coerentă asupra influenței adaosului de zer și suc de fructe asupra proprietăților nutriționale, antioxidante și texturale ale jeleurilor.
- Analiza complexă demonstrează că adaosul de zer influențează în special proprietățile texturale și structura proteică, în timp ce suc de fructe îmbunătățește capacitatea antioxidantă și aportul de polifenoli. Combinația celor două ingrediente funcționale produce jeleuri cu microstructură optimă, valori nutritive superioare și acceptabilitate senzorială ridicată, fapt confirmat de corelațiile statistice, analiza microscopică și spectroscopia FTIR.
- Prin combinarea rezultatelor PCA și a analizei de cluster, se confirmă faptul că probele de jeleuri pot fi diferențiate în mod obiectiv în funcție de caracteristicile măsurate, ceea ce facilitează identificarea asemănărilor și diferențelor dintre tipuri și poate ghida dezvoltarea sau optimizarea produselor.

**Studiul prezentat în capitolul 5 și intitulat: "Obținerea, caracterizarea unor produse făinoase aglutenice, de tip biscuiți, cu adaos de pudră de zer" răspunde obiectivului OS3 și propune să analizeze posibilitatea de utilizare a pudrei de zer ca și ingredient de fortifiere a unor biscuiți aglutenici în amestec cu făina de orez.**

Au fost obținuți biscuiți aglutenici din făină compozită orez/pudră de zer în diferite proporții care au fost analizați din punct de vedere nutrițional prin determinarea compoziției proximate, a conținutului de macro și microelemente, a variațiilor de structură determinate cu ajutorul spectrelor FTIR și **difracției de raze X SAXS/WAXS**.

**Concluzii cu privire la Obiectivul Specific OS3: Obținerea și caracterizarea unor produse făinoase aglutenice, de tip biscuiți, cu adaos de pudră de zer:**

- Adăugarea de pudră de zer în făina de orez și în biscuiți a avut efecte pozitive asupra valorilor proximate remarcându-se următoarele:  
Zerul a crescut semnificativ conținutul de proteine, atât în făinurile compozite, cât și în biscuiți. Acest lucru este important pentru produsele fără gluten, care sunt în mod natural deficitare în proteine.
- Creșterea conținutului de minerale, în special calciu și fosfor, care este benefică pentru sănătatea consumatorilor, în special a persoanelor cu boală celiacă, care pot prezenta deficiențe minerale.
- Scăderea carbohidraților care poate contribui la un profil metabolic mai favorabil, reducând indicele glicemic al produsului final.
- Din punct de vedere tehnologic, creșterea procentului de zer peste 15% poate determina modificări negative ale texturii, cum ar fi creșterea durității și scăderea extensibilității.
- Adaosul de pudră de zer în făina de orez are un impact pozitiv major asupra valorii nutritive prin: creșterea aportului de calciu, fosfor și cupru, esențiale pentru sănătatea osoasă și imunitate,

îmbogățirea produsului cu sodiu și mangan și menținerea unor niveluri adecvate de fier și magneziu.

- Singurul dezavantaj este reducerea treptată a zincului, care ar trebui compensată prin fortifiere suplimentară.
- Adaosul progresiv de zer în biscuiții fără gluten îmbunătățește semnificativ conținutul de calciu, fosfor și cupru, parametri importanți pentru sănătatea oaselor și metabolismul celular. În același timp, se observă o scădere a zincului și o creștere a sodiului, care necesită atenție în formulare.
- Creșterea sodiului necesită monitorizare pentru a evita riscul cardiovascular.
- Această strategie demonstrează potențialul zerului ca ingredient funcțional în îmbogățirea produselor destinate persoanelor cu intoleranță la gluten, dar subliniază și necesitatea unui echilibru optim între beneficiile nutriționale și posibilele limitări.

Analiza FTIR evidențiază clar diferențele dintre făina de orez pură și amestecurile cu pudră de zer. Odată cu creșterea conținutului de zer, spectrele devin tot mai asemănătoare cu cel al pudrei de zer, în special prin apariția benzilor de amida I și II, dar și prin modificări în regiunea OH/NH și prin scăderea relativă a intensității benzilor de amidon. Aceste rezultate confirmă integrarea proteinelor în matricea glucidică și interacțiunile proteine-amidon, care pot influența proprietățile structurale și funcționale ale amestecurilor.

- Rezultatele SAXS se corelează cu observațiile obținute prin FTIR, unde intensificarea benzilor amidelor I și II a indicat creșterea interacțiunilor proteină-amidon odată cu creșterea conținutului de zer. Această complementaritate între tehnici confirmă faptul că adaosul de zer nu doar îmbogățește compoziția nutrițională, ci modifică și arhitectura internă a sistemului, având implicații asupra proprietăților funcționale, cum ar fi solubilitatea, textura și digestibilitatea produsului final.

**Scopul studiului realizat în Capitolul 5 și intitulat "Evaluarea percepției consumatorilor asupra calității produselor funcționale fortificate cu zer"** a fost să evalueze impactul pe care utilizarea zerului în obținerea unor alimente funcționale de tip pâine, biscuiți aglutenici și jeleuri îmbogățite în fructe de pădure, îl are asupra consumatorilor, din perspectiva aspectului, aromei, texturii, gustului/masticabilității și acceptabilității generale.

O parte din rezultatele acestui studiu au fost publicate în lucrarea: **Diana (Balțatu) Fluerașu, Monica Negrea, Christine Neagu, Ersilia Alexa - Consumer perception of whey-fortified jellies**, *Journal of Agroalimentary Processes and Technologies*, **2025**, vol.3. Available online at <http://journal-of-agroalimentary.ro..>

#### **Concluzii cu privire la Obiectivul Specific OS4: Evaluarea percepției consumatorilor asupra calității produselor funcționale fortificate cu zer.**

- Pudra de zer în pâine influențează acceptabilitatea senzorială a produsului, iar această influență devine mai evidentă pe măsură ce concentrația crește. Pâinea albă (WB) a obținut cele mai mari scoruri la toate atributele senzoriale. Adăugarea de 5-10% zer pudră în pâine a avut un impact minim și a menținut un nivel bun de acceptabilitate, dar concentrațiile mai mari au dus la scăderi semnificative ale scorurilor.
- Adăugarea de fructe de pădure (zmeură, afine, căpșuni) la jeleurile de zer a dus la o creștere semnificativă a acceptabilității de către consumatori în comparație cu jeleul de zer. Toate probele de fructe au obținut un scor peste 4,30 la toate atributele, încadrându-se în intervalul de acceptabilitate ridicat.
- Jeleurile de zmeură și căpșuni au fost cele mai apreciate, în special în ceea ce privește gustul, iar jeleul de afine a menținut, de asemenea, un nivel ridicat de acceptabilitate generală. Adăugarea de zmeură, căpșuni sau afine la jeleul pe bază de zer îmbogățește profilul polifenolilor cu implicații pozitive funcționale și pentru sănătate.
- Analiza senzorială a biscuiților fără gluten pe bază de făină de orez și pudră de zer a evidențiat faptul că nivelul de adaos de zer influențează direct acceptabilitatea produsului final. Biscuiții martor (RB), preparați doar din făină de orez, au prezentat o textură mai fragilă și o structură mai puțin uniformă, caracteristici tipice produselor fără gluten, unde lipsa glutenului reduce elasticitatea și coeziunea aluatului.
- La adaosuri moderate de zer (WhRB5 și WhRB10), s-a remarcat o îmbunătățire a consistenței și aromei, cu un gust mai plăcut și o structură mai uniformă, rezultatul fiind atribuit capacității proteinelor din zer de a forma rețele care stabilizează matricea produsului. De asemenea, biscuiții din aceste variante au avut o culoare ușor mai intensă, efect al reacțiilor Maillard între proteinele din zer și carbohidrații din făina de orez, contribuind la un aspect vizual atractiv. Totuși, la adaosul maxim (WhRB15), s-au observat efecte negative asupra texturii, cu biscuiți mai duri și mai compacți, iar gustul a fost perceput ca fiind ușor amar și sărat sau lactat pronunțat.

- În ansamblu, WhRB10 a fost considerat optim din punct de vedere senzorial, obținând cel mai bun echilibru între textură, aromă, gust și aspect vizual.

**Concluziile generale** care se desprind ca urmare a elaborării tezei de doctorat aferente celor patru direcții de cercetare abordate evidențiază următoarele:

### 1. Posibilitatea de valorificare sustenabilă a zerului în industria panificației

Datele obținute evidențiază impactul pozitiv al adăugării pudrei de zer asupra valorii nutritive a făinurilor compozite și a produselor de panificație pe bază de făină de grâu, în special prin creșterea conținutului de proteine și minerale, alături de o reducere a conținutului de carbohidrați. Corelațiile observate în probele de făină fortificată cu zer indică o interdependență puternică între compoziția minerală, conținutul de proteine și activitatea antioxidantă. Fortificarea făinii de grâu cu zer pudră modifică structura cristalină a amidonului și comportamentul proteinelor în timpul procesului tehnologic, influențând textura, gelatinizarea, digestibilitatea și stabilitatea produsului final, cu implicații semnificative pentru proiectarea formulărilor alimentare funcționale.

Rezultatele corelative obținute pentru probele de pâine îmbogățite cu concentrat de zer susțin ideea că adaosul acestuia are un impact profund asupra echilibrului între componentele biochimice și proprietățile tehnologice. Compușii antioxidanți, mineralele și proteinele contribuie sinergic la îmbunătățirea valorii funcționale a produsului, dar influențează și textura, porozitatea și umiditatea miezului.

Influența pudrei de zer asupra proteinelor și amidonului este dependentă de compoziția acesteia (raport proteine/lactoză), de cantitatea utilizată și de interacțiunile dintre componentele matricei alimentare. În doze moderate, pudra de zer poate contribui la îmbunătățirea valorii nutriționale și a proprietăților senzoriale ale pâinii. Cu toate acestea, supradozarea poate duce la efecte tehnologice nedorite, precum reducerea porozității, alterarea reologiei sau modificarea negativă a texturii miezului.

Pe baza tuturor datelor furnizate din analiza fizico-chimică, senzorială, reologică, spectroscopică și microscopică a pâinii fortificate cu zer pudră, se poate concluziona că formulările cu până la 5-10% zer pudră oferă un echilibru acceptabil între funcționalitate și valorile senzoriale și nutriționale.

### 2. Utilizarea pudrei de zer ca și ingredient funcțional în obținerea alimentelor făinoase aglutenice

Zerul se dovedește a fi un ingredient valoros în obținerea alimentelor făinoase aglutenice. Adaosul de pudră de zer în făina de orez îmbunătățește semnificativ valoarea nutritivă a biscuiților aglutenici, crescând conținutul de proteine și minerale, și reducând carbohidrații. Totuși, procentul optim de zer trebuie ales cu atenție pentru a evita modificări nedorite în textura și acceptabilitatea produsului.

Adaosul progresiv de zer în făina de orez transformă un produs cu profil mineral modest într-un ingredient complex, bogat în calciu și fosfor, optim pentru formularea alimentelor funcționale destinate persoanelor cu intoleranță la gluten. Totuși, pentru a obține un profil complet echilibrat, este necesară corectarea deficitului de zinc observat la nivelurile ridicate de zer.

Această abordare răspunde unei nevoi identificate în literatura de specialitate, conform căreia produsele fără gluten sunt în general deficitare în proteine și minerale esențiale, precum calciul (Ca), fosforul (P), fierul (Fe) și zincul (Zn), ceea ce poate conduce la deficiențe nutriționale, în special la persoanele cu boală celiacă.

Adaosul de zer reprezintă o strategie eficientă pentru îmbogățirea biscuiților fără gluten, însă formula trebuie optimizată pentru a menține un profil mineral echilibrat și a răspunde nevoilor nutriționale ale consumatorilor sensibili.

### 3. Obținerea unor produse alimentare inovative de tip jeleuri

Incorporarea zerului și a fructelor de pădure în jeleuri demonstrează o abordare inovatoare pentru dezvoltarea de alimente funcționale cu o calitate nutrițională îmbunătățită, îmbogățite în macro- și microelemente, precum și în fitocompuși bioactivi esențiali pentru sănătatea umană.

Studiul a demonstrat că integrarea zerului și a sucului de fructe în formularea jeleurilor funcționale generează efecte complementare asupra proprietăților fizico-chimice, structurale și nutriționale. Zerul contribuie la îmbunătățirea texturii, conferind fermitate, elasticitate și stabilitate structurală, în timp ce reduce lipiciozitatea produsului. Sucul de fructe furnizează culoare naturală, aromă intensă și compuși bioactivi cu activitate antioxidantă, crescând atractivitatea senzorială.

Formulările binare de zer/suc din fructe de pădure conduc la îmbunătățirea stabilității texturale ale jeleului datorită interacțiunilor proteină-polifenol dintre zer și compuşii bioactivi din fructele de pădure, reduc sinereza și asigură o rezistență mai bună a rețelei gelului.

Studiile de depozitare au confirmat că păstrarea jeleurilor la temperatura de 4 °C asigură o stabilitate mai mare, în timp ce condițiile ambientale accelerează scăderea pH-ului și creșterea acidității.

Utilizarea sinergică a zerului și a fructelor de pădure nu numai că îmbunătățește microstructura, dar exemplifică și o strategie durabilă pentru atenuarea risipei alimentare, aliniindu-se cu obiectivele globale și europene de promovare a sănătății, eficiența resurselor și dezvoltarea durabilă.

Prin transformarea acestuia într-un ingredient valoros, această cercetare promovează inovația alimentară durabilă, reduce impactul negativ asupra mediului și susține tranziția către o economie circulară.

#### 4. Percepția consumatorului asupra produselor alimentare fortificate cu zer

Adaosul de pudră de zer influențează perceptibil caracteristicile senzoriale ale **pâinii**, în special aspectul miezului, culoarea cojii, mirosul, gustul și textura la masticăție. Probele cu adaos de 5–10% pudră de zer au prezentat un echilibru optim între proprietăți senzoriale și funcționale, fiind bine acceptate din punct de vedere organoleptic. Adaosul de 15% a adus îmbunătățiri vizuale și de textură, dar poate necesita ajustări pentru a menține gustul plăcut.

Analiza senzorială a arătat că adaosul de zer îmbunătățește textura, gustul și aspectul **biscuiților fără gluten**, mai ales la niveluri moderate (5–10%). La aceste concentrații, produsele au avut o structură mai uniformă, o aromă mai plăcută și o culoare ușor mai intensă, datorită interacțiunii proteinelor din zer cu carbohidrații din făina de orez. În schimb, la adaosul maxim de 15%, biscuiții au devenit mai duri și mai compacti, iar gustul a fost perceput ca ușor amar. Prin urmare, proporția optimă de zer este de până la 10%, asigurând echilibrul între îmbunătățirea valorii nutritive și menținerea acceptabilității senzoriale.

Evaluarea senzorială a arătat că **jeleurile** cu adaos combinat au obținut cele mai ridicate scoruri pentru aspect, gust, textură și acceptabilitate globală. Incorporarea zerului și a fructelor de pădure în jeleuri demonstrează o abordare inovatoare pentru dezvoltarea de alimente funcționale cu o calitate nutrițională îmbunătățită, îmbogățite în macro- și microelemente, precum și în fitocompuși bioactivi esențiali pentru sănătatea umană. Dincolo de îmbunătățirea stabilității texturale - unde interacțiunile proteină-polifenol din zer și fructe au redus sinereza și au asigurat o rezistență mai bună a rețelei în comparație cu zerul - studiul evidențiază proprietățile senzoriale care recomandă utilizarea acestui subprodus în fortifierea produselor de tip jeleu.

În concluzie, datorită conținutului său ridicat de proteine de înaltă valoare biologică, lactoză și minerale, zerul reprezintă un ingredient valoros cu proprietăți funcționale multiple, rezultat dintr-un proces sustenabil de valorificare a unui subprodus din industria alimentară și care joacă un rol esențial în dezvoltarea de produse funcționale făinoase, jeleuri fortificate, și alimente dietetice.

Prin utilizarea zerului concentrat, industria alimentară poate produce alimente inovatoare, nutritive și sustenabile, contribuind la reducerea risipei și la protejarea mediului.

Având în vedere că rezultatele obținute sunt în condiții de laborator/pilot, validarea la scară industrială este necesară pentru a confirma comportamentul în procese tehnologice complexe. De asemenea, se recomandă cercetări viitoare privind analiza stabilității pe termen lung, și anume monitorizarea modificărilor texturale, structurale și senzoriale ale pâinii îmbogățite cu zer pudră în timpul depozitării, inclusiv impactul asupra duratei de valabilitate.

#### Elemente de originalitate și perspective de continuare a cercetărilor

Pe baza rezultatelor proprii obținute în cadrul tezei de doctorat, în concordanță cu obiectivele științifice stabilite, originalitatea cercetărilor realizate derivă din următoarele aspecte, care sporesc valoarea științifică a studiilor efectuate.

Originalitatea acestei cercetări se reflectă în abordarea sa cuprinzătoare și aprofundată cu privire la aspectele nutriționale, senzoriale, funcționale, tehnologice și reologice pentru a determina soluții tehnologice optime pentru transferul de tehnologie. Problema principală de cercetare abordată este de a îmbunătăți atributele nutriționale, tehnologice și funcționale ale alimentelor făinoase prin includerea zerului pudră, fără a compromite calitatea senzorială sau acceptarea consumatorilor. Acest subiect are o relevanță practică în lumina tendințelor actuale de utilizare a industriei alimentare în cadrul economiei circulare.

Prin integrarea zerului în produsele aglutinice de tip biscuiti, studiul demonstrează originalitatea unei strategii duale: creșterea aportului de Ca și P pentru sprijinirea sănătății osoase și reducerea deficiențelor frecvente la persoanele cu boală celiacă, dar și identificarea unor limitări, cum ar fi scăderea nivelului de zinc. Rezultatele oferă o bază solidă pentru optimizarea formulărilor viitoare, sugerând continuarea cercetării prin combinarea zerului cu ingrediente vegetale bogate în zinc (ex. hrișcă, quinoa, semințe) pentru a obține un profil mineral complet.

Combinarea zerului, sursă de proteine de înaltă valoare biologică ( $\beta$ -lactoglobulină,  $\alpha$ -lactalbumină), aminoacizi esențiali și minerale, cu fructele de pădure, bogate în polifenoli, antocianine și vitamine, în formulele conceptuale ale unor jeleuri prezintă caracter novativ fiind puțin studiată în literatura de specialitate. Această asocieră creează un profil nutrițional complex, care nu doar îmbunătățește valoarea energetică, ci și oferă proprietăți antioxidante și antiinflamatorii, cu potențiale beneficii pentru sănătatea cardiovasculară și imunologică. Originalitatea constă în maximizarea sinergiei dintre proteine și polifenoli, asigurând atât stabilitate structurală, cât și funcționalitate biologică ridicată.

Polifenolii și antocianinele din fructele de pădure sunt sensibile la factori precum pH, lumină și temperatură, ceea ce limitează utilizarea lor în produse procesate. Proteinele din zer acționează ca agenți protectori, formând complexe cu polifenolii și stabilizând pigmentii naturali în timpul procesării termice și depozitării. Această funcție dublă a zerului – structură gelificată și protecție antioxidantă – este o direcție de cercetare inovatoare.

Studiile realizate integrează mai multe tehnici avansate de caracterizare a unor produse fortificate cu zer în diferite variante (pudră sau zer lichid): i) analize fizico-chimice, microscopie optică pentru evaluarea microstructurii gelului, ii) FTIR pentru identificarea interacțiunilor proteine-polifenoli, iii) spectroscopie de absorbție atomică (SAA) pentru profilul macro și microelementelor, iv) difracția cu raze X (SAXS/WAXS), v) tehnici cromatografice (HPLC), vi) analiză reologică MIXOLAB, vii) analize texturale corelate cu parametrii compoziționali, viii) teste de culoare, ix) corelații între parametri prin metode statistice, x) evaluare senzorială pentru validarea acceptabilității consumatorului. Această abordare complexă permite o corelare directă între compoziție, structură și percepția finală, ceea ce este rar raportat în literatura de specialitate pentru jeleuri, pâine sau biscuit aglutenici fortificați cu zer.

În perspectivă, se recomandă studii suplimentare axate pe biodisponibilitatea mineralelor, evaluarea valorii biologice a proteinelor, precum și teste senzoriale și clinice pentru a valida impactul asupra consumatorilor. Astfel, rezultatele pot fi transferate către producția industrială, contribuind la dezvoltarea unor produse fără gluten funcționale și inovatoare, cu impact direct asupra sănătății populațiilor cu restricții alimentare.

Perspectiva de viitor vizează extinderea cercetării prin diversificarea ingredientelor, aplicarea tehnologiilor verzi și validarea efectelor asupra sănătății, în vederea lansării pe piață a unor jeleuri funcționale și a unor produse făinoase de nouă generație, cu potențial comercial ridicat.

De asemenea, optimizarea matricei pe bază de grâu sau orez, atât prin ajustarea granulometriei și utilizarea făinurilor integrale sau încolțite, cât și prin integrarea proceselor biologice controlate, precum fermentația cu maiele selecționate sunt direcții de perspectivă și de continuare a cercetărilor derulate prin această teză de doctorat.

Pe lângă reformularea bazei amidonoase strategiile multi-aditivi devin tot mai frecvente și reprezintă direcții de cercetare viitoare. Combinația de concentrat proteic din zer cu fibre funcționale, cum ar fi psyllium, și enzime tehnologice specifice este asociată cu îmbunătățirea volumului produselor și a capacității de reținere a apei – un aspect esențial pentru textura și prospețimea alimentelor fără gluten sau de origine vegetală.

Totodată, proteina din zer poate fi integrată, în perspectiva cercetării viitoare, în produse alternative precum paste, tăiței sau prăjituri, unde contribuie semnificativ la profilul nutrițional, prin aport de aminoacizi esențiali și biodisponibilitate crescută. Optimizarea proceselor tehnologice specifice fiecărui tip de produs, pentru a contracara posibilele efecte asupra consistenței, hidratației sau comportamentului la coacere sunt direcții de cercetare viitoare în scopul dezvoltării de noi produse funcționale.

În concluzie, utilizarea inteligentă a proteinei din zer, alături de ingrediente funcționale și procese optimizate, deschide perspective promițătoare pentru dezvoltarea de alimente inovatoare, adaptate cerințelor actuale de sănătate, sustenabilitate și diversitate alimentară.

Pe baza rezultatelor obținute și a tendințelor actuale în industria alimentară, se pot contura mai multe direcții de dezvoltare viitoare:

a. **Extinderea gamei de ingrediente funcționale** prin testarea altor surse de polifenoli (extracte vegetale, pulberi de fructe liofilizate) pentru diversificarea gamei de jeleuri, respectiv incorporarea de prebiotice și probiotice pentru obținerea de produse sinbiotice, cu beneficii asupra microbiotei intestinale.

b. **Dezvoltarea produselor la scară industrială** și adaptarea formulei pentru producție la scară industrială, ținând cont de costuri, termen de valabilitate și stabilitatea la depozitare. De asemenea, optimizarea rețetei pentru a răspunde tendințelor pieței: produse fără adaos de zahăr, clean label și bogate în proteine.

c. **Studii clinice și validare funcțională in vivo** a efectelor antioxidante și metabolice ale jeleurilor funcționale și produselor aglutenice, precum și evaluarea impactului asupra stării de sănătate a consumatorilor și a biodisponibilității compușilor bioactivi.

d. **Dezvoltarea tehnologiilor avansate de procesare** prin utilizarea tehnologiilor verzi, cum ar fi uscare prin liofilizare, microîncapsulare sau ultrafiltrare, pentru îmbunătățirea stabilității compușilor bioactive și integrarea tehnologiilor cu energie redusă (ultrasunete, micro- și nano-filtrare) pentru conservarea caracteristicilor nutriționale și senzoriale.

## ABSTRACT OF PhD THESIS

The food industry is one of the most important economic sectors that has a key role in ensuring food security, generating jobs and developing national economies at a global level. With the increase in population and the diversification of demand for food products, this sector faces major challenges related to the sustainable use of resources, reducing food waste and protecting the environment. Currently, a problem of global interest is the considerable amount of by-products and food waste generated by production, processing and distribution processes. These materials, although often considered waste, contain valuable compounds that can be recovered and reintegrated into the economic circuit, thus contributing to a more efficient use of resources.

This doctoral thesis entitled “**STRATEGIES FOR SUSTAINABLE VALIDATION OF WHEY FROM THE DAIRY INDUSTRY TO OBTAIN INNOVATIVE FOODS**” aims to analyze current trends in the valorization of food by-products, in particular whey from the dairy industry, the benefits associated with this process and the strategic directions promoted at European level. The ultimate goal is to highlight the fundamental role that waste and by-product valorization has in the transition to a circular economy, capable of meeting the challenges of the future from an economic, social and ecological point of view.

In this regard, methods were proposed for fortifying farinaceous foods (bread and biscuits) with whey powder in order to increase the nutritional and functional value of the product in sustainable formulas, as well as obtaining jellies with a double functional matrix generated by whey powder and the addition of forest berries. The composite flours, bakery products and fortified jellies were characterized from a nutritional point of view, the content of active principles, rheological or textural behavior and stability over time, by high-performance analytical methods that included: atomic absorption spectroscopy (SAA), chromatographic analysis (HPLC), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (SAXS/WAXS), optical microscopy, MIXOLAB rheological analysis, color and texture tests. Also, in order to test the consumer's perception of the functional products obtained, an important role in evaluating the quality of the products was played by sensory analysis. Last but not least, the results obtained were correlated with the help of statistical analysis: principal component analysis (PCA) and cluster analysis.

The doctoral thesis is structured in two main parts. The first part includes: The current state of knowledge and is composed of two chapters: i) generalities regarding by-products in the food industry, in which aspects regarding the categories of by-products and the ways of valorization in the context of the food economy are presented; and ii) whey - a by-product with nutritional and functional value in the dairy industry, a chapter in which the chemical composition of whey and the possibilities of valorization in the food industry are described.

The second part of the work includes the doctoral student's own contributions, and is structured in four chapters, one for each research direction addressed, in which the analysis methods, the results obtained and discussions in relation to the data reported in the specialized literature are presented.

The 2 mentioned parts are preceded by the Introduction and the presentation of the objectives of the thesis, and at the end of the thesis the conclusions, the elements of originality and the perspectives for further research are presented.

The developed doctoral thesis is structured in **6 chapters**, includes **16 tables and 59 figures** and benefits from the contribution of **227 current bibliographical references** for the research topic addressed. The thesis also includes a list of scientific papers published by the doctoral student in the field of research conducted.

The general objective of the doctoral thesis is the study of the possibilities of capitalizing on the whey resulting as a by-product in the dairy industry in obtaining functional and sustainable foods, in the context of a circular economy.

In this regard, **4 specific objectives** were formulated, each presented in a study, focused on 4 distinct research directions:

- **Specific objective 1 (SO1): Obtaining and characterizing a functional bakery product: bread fortified with whey powder - sustainable approach to valorization of dairy industry by-products** presented in the first study, refers to the possibility of using concentrated whey in powder form in the bread-making technology for the purpose of nutritional fortification and enrichment with active principles. In this regard, composite flours were obtained by adding whey powder in different proportions (5-15%) to wheat flour. The composite flours obtained were analyzed from a nutritional point of view, by determining the approximate composition, the content of active principles (antioxidant activity, total polyphenols, macro and microelements), physico-chemical and at a structural level, as well as from a rheological point of view by determining the MIXOLAB profile, respectively the behavior of the dough during fermentation processes and processing. The analyzed composite flours were used to obtain bakery products using the direct dough preparation method, and the obtained products were also characterized from a nutritional, physico-chemical and functional point of view.

• **Specific objective 2 (OS2), presented in study II of chapter 4, refers to: Valorization of whey in obtaining functional jellies: a nutritional and technological approach.** In this study, protein-fortified jellies with whey and enriched in active principles by the addition of forest fruits were obtained. 5 experimental variants were obtained that were analyzed from the point of view of: physico-chemical, textural, microscopic, nutritional, functional, stability over time and shelf life.

• **Specific objective 3 (OS3), presented in study III refers to: Obtaining gluten-free flour products, such as biscuits, with the addition of whey powder** and is presented in chapter 5. In this sense, composite flours were formulated based on a mixture of rice flour and whey powder in different proportions that were used in obtaining functional gluten-free biscuits. The products obtained were characterized from a nutritional, functional and structural point of view.ect dough preparation method, and the products obtained were also characterized from a nutritional, physicochemical and functional point of view.

• **Specific objective 4 (SO4) refers to the IV study, which aims to evaluate consumer perception of the quality of functional products fortified with whey.** In this study, the products obtained and presented in chapters 3-5 were analyzed from a sensory point of view and aimed at evaluating the appearance; aroma; texture, taste/chewability and general acceptability of the products.

## PART II. OWN RESEARCH

**This part of the doctoral thesis** includes the own research carried out and presents the results obtained, being structured in **4 chapters**.

The purpose of the research conducted in *Chapter 3*, entitled "**Obtaining and characterizing a functional bakery product: bread fortified with whey powder - a sustainable approach to valorizing dairy industry by-products**" was to explore the potential of incorporating whey powder at different levels in bread recipes and to evaluate the nutritional, functional and rheological properties of composite flours and bread based on wheat flour with added whey.

The technological advantages and innovative approach of this study lie in the use of whey powder, obtained according to the method described below, which offers a more accessible solution for processors compared to whey protein concentrate or isolate, which requires advanced processing.

The results of this study were published in the paper: Diana Fluerașu (Bălțatu), Christine Neagu, Sylvestre Dossa, Monica Negrea, Călin Jianu, Adina Berbecea, Daniela Stoin, Dacian Lalescu, Diana Brezovan, Liliana Cseh, Mariana Suba, Cătălin Ianasi, and Ersilia Alexa - The Use of Whey Powder to Improve Bread Quality: A Sustainable Solution for Utilizing Dairy By-Products, *Foods* 2025, 14, 2911. <https://doi.org/10.3390/foods14162911> **IF 5.1**.

**Conclusions regarding Specific Objective SO1: Obtaining and characterizing a functional bakery product: bread fortified with whey powder - sustainable approach to valorizing by-products from the dairy industry** are presented below:

- The obtained data highlight the positive impact of the addition of whey powder on the nutritional value of composite flours and bakery products, especially by increasing the protein and mineral content, along with a reduction in the carbohydrate content. These results support the use of whey as a promising functional ingredient in the development of value-added bakery products.

- The addition of whey powder to bakery recipes led to a significant increase in the content of polyphenols, substances known for their beneficial role in preventing oxidative stress and supporting health. This enrichment reflects an increased functional potential of the obtained products. However, the antioxidant activity determined by the DPPH method did not increase to the same extent, suggesting that the biological effect of polyphenols is not strictly dependent on the total amount, but rather on the chemical structure, the specific reactivity of the compounds present, as well as their stability during technological processes (e.g. baking, mixing).

- The intake of macro and microelements is substantially increased by fortifying bakery products with whey powder, especially in terms of the content of Ca, K, Na, but also microelements such as Ni or Cu, which recommends the use of whey-fortified products in the diet of people with deficiencies of these elements.

- The addition of whey powder reduces porosity and affects the elasticity of bakery products, but at higher concentrations (15%) it can improve the physical structure (elasticity and shape). Formulations with 10% and 15% whey stand out for a better balance between shape and elasticity, despite lower porosity.

- FTIR spectroscopy clearly highlighted the impact of whey powder addition on the functional composition of wheat flour. Changes in the amide bands and in the region of carboxyl and hydroxyl groups reflect both the increase in protein content and the emergence of new interactions between the constituents of the mixture. These results confirm the literature and provide support for the use of FTIR in the qualitative analysis of functional ingredients in bakery.

- WAXS results indicate a progressive decrease in the crystalline order of starch by fortification of flour with whey flour, with a clear minimum observed at the addition of 10%. The structural effects can be attributed

to the specific interaction between whey proteins and starch polysaccharide chains. At a higher concentration (15%), the proteins seem to induce a structural reorganization that partially compensates for the previous crystallinity losses.

- Correlation analysis in whey concentrate fortified bread samples reveals a complex network of relationships between biochemical components and functional parameters of the product. Polyphenols and essential minerals (Cu, Ca, Zn, Cr) are significantly associated with antioxidant activity and structural properties of bread, while moisture, porosity and lipids are negatively influenced by the increase in protein content. These findings support the use of whey as a valuable functional ingredient to improve the nutritional and functional quality of bakery products.

- The correlations observed in the whey-fortified flour samples indicate a strong interdependence between mineral, protein composition and antioxidant activity. The addition of whey clearly contributes to increasing the nutritional and functional value of the flour, as reflected by the very high correlations between polyphenols, essential minerals (Ca, Cu, Na, Ni, Cr) and quality parameters such as proteins and DPPH activity.

- The analysis of Mixolab radar plots confirms the progressive impact of the addition of WhF on the rheological behavior. While water absorption remains high, other functional characteristics, such as gluten quality, kneadability and starch viscosity, are negatively influenced. However, the nutritional benefits and the lower tendency towards retrogradation may balance these disadvantages in the context of functional product development. Formulations with up to 5–10% WhF seem to offer an acceptable balance between functionality and nutritional value.

**The research presented in Chapter 4, entitled: Valorization of whey in obtaining functional jellies: a nutritional and technological approach, corresponding to OS2,** aimed at the potential use of whey from the dairy industry in the production of functional jellies with added value enriched with bioactive compounds from forest fruits (blueberries, strawberries and raspberries). The products were characterized from a physicochemical, nutritional, textural, storage stability and phytochemical properties point of view. This work addresses the need for innovation in the food industry within the framework of a circular and sustainable economy.

**The results of this study were published in the paper: Diana Fluerașu (Bălțatu), Monica Negrea, Christine Neagu, Sylvestre Dossa, Călin Jianu, Dacian Lalescu, Adina Berbecea, Liliana Cseh, Ileana Cocan, Corina Misca, Mariana Suba, Vlad Muresan, Anda Tanislav, Ersilia Alexa - Whey Valorization in Functional Jellies: A Nutritional and Technological Approach, *Foods* 2025, 14, 3193. <https://doi.org/10.3390/foods14183193> IF 5.1.**

**Conclusions on Specific Objective OS2: Whey valorization in obtaining functional jellies: a nutritional and technological approach.**

- The control jelly (CJ), devoid of proteins and organic acids, showed minimal variations in pH and acidity during storage for 14 days at 4°C and 20°C, respectively

- The plain whey jelly (WhJ) had a higher initial pH, but was sensitive to rapid pH drops at 20°C, signaling instability.

- The variants with whey and fruits (WhSJ, WhBJ, WhRJ) showed a lower initial pH, due to organic acids, but were more stable at 4°C, due to polyphenols and natural antioxidants.

- In general, storage at 4°C slowed down the evolution of acidity and maintained the stability of the products, while storage at 20°C accelerated acidification and led to spoilage after 14 days.

- Physical stability analysis revealed that the most resistant samples to the syneresis phenomenon were WhJ (whey) and WhBJ (blueberry and whey). This stability is attributed to the interactions between whey proteins and fruit polyphenols, which contribute to the formation of a firmer gel network, reducing water loss.

- The WhSJ sample (with strawberries and whey) showed moderate stability. Although it initially formed a resistant network, it proved to be more sensitive to storage at 20°C, where slight changes were observed after 14 days.

- The least stable sample was WhRJ (with raspberries and whey), where the high acidity of the raspberry juice favored water migration and, implicitly, an increase in syneresis.

- The control jelly (CJ), although stable at 4°C, showed signs of instability at 20°C, with a syneresis level that exceeded the 5% threshold after 14 days. This behavior indicates a reduced stability compared to the samples containing proteins and bioactive compounds from fruits.

- The FTIR spectra of the analyzed jellies confirm the presence of whey proteins, carbohydrates and bioactive compounds from fruits. Each sample presents unique signatures that reflect the composition of the ingredients used. The addition of fruit generates intensities in the regions corresponding to phenolic compounds and sugars, suggesting possible interactions with proteins and impact on gel structure and stability.

- The results of simple optical microscopy clearly highlighted the positive impact of whey on the gel structure, as well as possible interactions between the bioactive compounds in the fruit juice and the gelled matrix. The jellies with combined addition presented the most favorable microstructure, which supports the use

of synergistic functional ingredients in the development of innovative products with high nutritional and sensory value.

- The samples enriched with fruits rich in anthocyanins and polyphenols (WhBJ, WhRJ) have a firmer, more elastic and more resistant texture, which gives them superior textural characteristics compared to the samples without fruit addition.

- The results obtained regarding the profile of individual polyphenols confirm the essential role of fruits in diversifying and enriching the phenolic matrix of dairy jellies. Gallic acid recorded a substantial increase, especially in the raspberry sample (WhRJ), suggesting a major contribution from this fruit. In addition, specific compounds such as resveratrol and rosmarinic acid were detected exclusively in fruit recipes, and flavonols (quercetin) became quantifiable in strawberry and blueberry formulations.

- Epicatechin increased significantly in strawberry and blueberry samples, but was absent in the raspberry sample, indicating interspecific differences in polyphenol content. In contrast, hydroxycinnamic acids, such as p-coumaric and ferulic acid, remained at relatively constant levels in all fruit-added samples.

- The results obtained from correlation analysis, optical microscopy and FTIR spectroscopy provide a coherent picture of the influence of whey and fruit juice addition on the nutritional, antioxidant and textural properties of jellies.

- The complex analysis demonstrates that whey addition mainly influences textural properties and protein structure, while fruit juice improves antioxidant capacity and polyphenol intake. The combination of the two functional ingredients produces jellies with optimal microstructure, superior nutritional values and high sensory acceptability, as confirmed by statistical correlations, microscopic analysis and FTIR spectroscopy.

- By combining the results of PCA and cluster analysis, it is confirmed that the jelly samples can be objectively differentiated according to the measured characteristics, which facilitates the identification of similarities and differences between types and can guide the development or optimization of products.

**The study presented in chapter 5 and entitled: “Obtaining, characterizing gluten-free flour products, such as biscuits, with the addition of whey powder” responds to the objective OS3 and aims to analyze the possibility of using whey powder as a fortification ingredient for gluten-free biscuits mixed with rice flour.**

Gluten-free biscuits were obtained from composite rice flour/whey powder in different proportions and were analyzed from a nutritional point of view by determining the proximate composition, the content of macro and microelements, the structural variations determined using FTIR spectra and **SAXS/WAXS X-ray diffraction**.

Conclusions regarding Specific Objective OS3: Obtaining and characterizing gluten-free flour products, such as biscuits, with the addition of whey powder:

- The addition of whey powder to rice flour and biscuits had positive effects on the proximate values, noting the following:

- Whey significantly increased the protein content, both in composite flours and in biscuits. This is important for gluten-free products, which are naturally deficient in protein.

- Increased mineral content, especially calcium and phosphorus, which is beneficial for the health of consumers, especially people with celiac disease, who may have mineral deficiencies.

- Decreased carbohydrates, which can contribute to a more favorable metabolic profile, reducing the glycemic index of the final product.

- From a technological point of view, increasing the percentage of whey above 15% can cause negative changes in texture, such as increased hardness and decreased extensibility.

- The addition of whey powder to rice flour has a major positive impact on the nutritional value by: increasing the intake of calcium, phosphorus and copper, essential for bone health and immunity, enriching the product with sodium and manganese and maintaining adequate levels of iron and magnesium.

- The only disadvantage is the gradual reduction of zinc, which should be compensated by additional fortification.

- The progressive addition of whey to gluten-free biscuits significantly improves the content of calcium, phosphorus and copper, important parameters for bone health and cellular metabolism. At the same time, a decrease in zinc and an increase in sodium are observed, which requires attention in the formulation.

- The increase in sodium requires monitoring to avoid cardiovascular risk.

- This strategy demonstrates the potential of whey as a functional ingredient in the enrichment of products for people with gluten intolerance, but also highlights the need for an optimal balance between nutritional benefits and possible limitations.

FTIR analysis clearly highlights the differences between pure rice flour and whey powder blends. With increasing whey content, the spectra become more and more similar to that of whey powder, especially by the appearance of amide I and II bands, but also by changes in the OH/NH region and by the relative decrease in

the intensity of starch bands. These results confirm the integration of proteins into the carbohydrate matrix and protein-starch interactions, which can influence the structural and functional properties of the blends.

- SAXS results are consistent with FTIR observations, where the intensification of amide I and II bands indicated increased protein-starch interactions with increasing whey content. This complementarity between techniques confirms that whey addition not only enriches the nutritional composition, but also modifies the internal architecture of the system, with implications for functional properties such as solubility, texture and digestibility of the final product.

**The purpose of the study conducted in Chapter 5** and entitled "*Evaluation of consumer perception of the quality of functional products fortified with whey*" was to evaluate the impact that the use of whey in obtaining functional foods such as bread, gluten-free biscuits and berries-enriched jellies has on consumers, from the perspective of appearance, aroma, texture, taste/chewability and general acceptability.

Part of the results of this study were published in the paper: **Diana (Balțatu) Fluerașu**, Monica Negrea, Christine Neagu, Ersilia Alexa - Consumer perception of whey-fortified jellies, *Journal of Agroalimentary Processes and Technologies*, **2025**, vol.3. Available online at <http://journal-of-agroalimentary.ro>.

**Conclusions on Specific Objective OS4: Assessing consumer perception of the quality of whey-fortified functional products.**

- Whey powder in bread influences the sensory acceptability of the product, and this influence becomes more evident as the concentration increases. White bread (WB) obtained the highest scores on all sensory attributes. Adding 5-10% whey powder to bread had a minimal impact and maintained a good level of acceptability, but higher concentrations led to significant decreases in scores.

- Adding berries (raspberries, blueberries, strawberries) to whey jellies resulted in a significant increase in consumer acceptability compared to whey jelly. All fruit samples obtained a score above 4.30 on all attributes, falling within the high acceptability range.

- Raspberry and strawberry jellies were the most appreciated, especially in terms of taste, and blueberry jelly also maintained a high level of overall acceptability. The addition of raspberries, strawberries or blueberries to whey-based jelly enriches the polyphenol profile with positive functional and health implications.

- Sensory analysis of gluten-free biscuits based on rice flour and whey powder revealed that the level of whey addition directly influences the acceptability of the final product. The control biscuits (RB), prepared only from rice flour, presented a more fragile texture and a less uniform structure, typical characteristics of gluten-free products, where the lack of gluten reduces the elasticity and cohesion of the dough.

- With moderate additions of whey (WhRB5 and WhRB10), an improvement in consistency and aroma was noted, with a more pleasant taste and a more uniform structure, the result being attributed to the ability of whey proteins to form networks that stabilize the product matrix. Also, the biscuits in these variants had a slightly more intense color, an effect of Maillard reactions between whey proteins and carbohydrates in rice flour, contributing to an attractive visual appearance. However, at the maximum addition (WhRB15), negative effects on texture were observed, with harder and more compact biscuits, and the taste was perceived as slightly bitter and salty or pronounced lactic.

- Overall, WhRB10 was considered optimal from a sensory point of view, achieving the best balance between texture, aroma, taste and visual appearance.

The **general conclusions** that emerge as a result of the development of the doctoral thesis related to the four research directions addressed highlight the following:

### 1. The possibility of sustainable utilization of whey in the bakery industry

The obtained data highlight the positive impact of the addition of whey powder on the nutritional value of composite flours and bakery products based on wheat flour, especially by increasing the protein and mineral content, along with a reduction in the carbohydrate content. The correlations observed in the whey-fortified flour samples indicate a strong interdependence between the mineral composition, protein content and antioxidant activity. Fortification of wheat flour with whey powder modifies the crystalline structure of the starch and the behavior of the proteins during the technological process, influencing the texture, gelatinization, digestibility and stability of the final product, with significant implications for the design of functional food formulations.

The correlative results obtained for bread samples enriched with whey concentrate support the idea that its addition has a profound impact on the balance between biochemical components and technological properties. Antioxidant compounds, minerals and proteins synergistically contribute to improving the functional value of the product, but also influence the texture, porosity and moisture of the crumb.

The influence of whey powder on proteins and starch depends on its composition (protein/lactose ratio), the amount used and the interactions between the components of the food matrix. In moderate doses, whey powder can contribute to improving the nutritional value and sensory properties of bread. However, overdosing

can lead to undesirable technological effects, such as reduced porosity, altered rheology or negative modification of the crumb texture.

Based on all the data provided from the physicochemical, sensory, rheological, spectroscopic and microscopic analysis of bread fortified with whey powder, it can be concluded that formulations with up to 5-10% whey powder offer an acceptable balance between functionality and sensory and nutritional values.

## **2. Use of whey powder as a functional ingredient in obtaining gluten-free farinaceous foods**

Whey proves to be a valuable ingredient in obtaining gluten-free farinaceous foods. The addition of whey powder to rice flour significantly improves the nutritional value of gluten-free biscuits, increasing the protein and mineral content, and reducing carbohydrates. However, the optimal percentage of whey must be chosen carefully to avoid undesirable changes in the texture and acceptability of the product.

The progressive addition of whey to rice flour transforms a product with a modest mineral profile into a complex ingredient, rich in calcium and phosphorus, optimal for the formulation of functional foods intended for people with gluten intolerance. However, to obtain a completely balanced profile, it is necessary to correct the zinc deficiency observed at high levels of whey.

This approach responds to a need identified in the literature, according to which gluten-free products are generally deficient in protein and essential minerals, such as calcium (Ca), phosphorus (P), iron (Fe) and zinc (Zn), which can lead to nutritional deficiencies, especially in people with celiac disease.

The addition of whey is an effective strategy for enriching gluten-free biscuits, but the formula needs to be optimized to maintain a balanced mineral profile and meet the nutritional needs of sensitive consumers.

## **3. Obtaining innovative jelly-type food products**

The incorporation of whey and berries into jellies demonstrates an innovative approach for the development of functional foods with improved nutritional quality, enriched in macro- and microelements, as well as in bioactive phytochemicals essential for human health.

The study demonstrated that the integration of whey and fruit juice in the formulation of functional jellies generates complementary effects on the physicochemical, structural and nutritional properties. Whey contributes to improving the texture, conferring firmness, elasticity and structural stability, while reducing the stickiness of the product. Fruit juice provides natural color, intense flavor and bioactive compounds with antioxidant activity, increasing sensory appeal.

Binary whey/berry juice formulations lead to improved textural stability of the jelly due to protein-polyphenol interactions between whey and bioactive berry compounds, reduce syneresis and provide better gel network strength.

Storage studies confirmed that storing jellies at 4 °C provides greater stability, while ambient conditions accelerate the pH decrease and acidity increase.

The synergistic use of whey and berries not only improves microstructure, but also exemplifies a sustainable strategy for mitigating food waste, aligning with global and European goals of health promotion, resource efficiency and sustainable development.

By transforming it into a valuable ingredient, this research promotes sustainable food innovation, reduces negative environmental impacts and supports the transition to a circular economy.

## **4. Consumer perception of whey-fortified food products**

The addition of whey powder noticeably influences the sensory characteristics of bread, especially the appearance of the crumb, the color of the crust, the smell, the taste and the texture when chewing. Samples with the addition of 5–10% whey powder showed an optimal balance between sensory and functional properties, being well accepted from an organoleptic point of view. The addition of 15% brought visual and textural improvements, but may require adjustments to maintain a pleasant taste.

Sensory analysis showed that the addition of whey improves the texture, taste and appearance of gluten-free biscuits, especially at moderate levels (5–10%). At these concentrations, the products had a more uniform structure, a more pleasant aroma and a slightly more intense color, due to the interaction of whey proteins with carbohydrates from rice flour. In contrast, at the maximum addition of 15%, the biscuits became harder and more compact, and the taste was perceived as slightly bitter. Therefore, the optimal proportion of whey is up to 10%, ensuring the balance between improving nutritional value and maintaining sensory acceptability.

Sensory evaluation showed that the jellies with combined addition obtained the highest scores for appearance, taste, texture and overall acceptability. The incorporation of whey and berries into jellies demonstrates an innovative approach for the development of functional foods with improved nutritional quality, enriched in macro- and microelements, as well as in bioactive phytochemicals essential for human health. Beyond the improvement of textural stability - where protein-polyphenol interactions in whey and fruits reduced syneresis and ensured better network strength compared to whey - the study highlights the sensory properties that recommend the use of this by-product in the fortification of jelly products.

In conclusion, due to its high content of high biological value proteins, lactose and minerals, whey represents a valuable ingredient with multiple functional properties, resulting from a sustainable process of valorizing a by-product from the food industry and which plays an essential role in the development of functional flour products, fortified jellies, and dietary foods.

By using concentrated whey, the food industry can produce innovative, nutritious and sustainable foods, contributing to reducing waste and protecting the environment.

Given that the results obtained are in laboratory/pilot conditions, validation on an industrial scale is necessary to confirm the behavior in complex technological processes. Also, future research is recommended on the analysis of long-term stability, namely monitoring the textural, structural and sensory changes of bread enriched with whey powder during storage, including the impact on shelf life.

### **Elements of originality and prospects for further research**

Based on the own results obtained within the doctoral thesis, in accordance with the established scientific objectives, the originality of the research carried out derives from the following aspects, which increase the scientific value of the studies carried out.

The originality of this research is reflected in its comprehensive and in-depth approach to nutritional, sensory, functional, technological and rheological aspects to determine optimal technological solutions for technology transfer. The main research problem addressed is to improve the nutritional, technological and functional attributes of farinaceous foods by including powdered whey, without compromising sensory quality or consumer acceptance. This topic has practical relevance in light of current trends in the use of the food industry within the circular economy.

By integrating whey into gluten-free biscuit-type products, the study demonstrates the originality of a dual strategy: increasing Ca and P intake to support bone health and reduce frequent deficiencies in people with celiac disease, but also identifying some limitations, such as decreased zinc levels. The results provide a solid basis for optimizing future formulations, suggesting further research by combining whey with zinc-rich plant ingredients (e.g. buckwheat, quinoa, seeds) to obtain a complete mineral profile.

The combination of whey, a source of high biological value proteins ( $\beta$ -lactoglobulin,  $\alpha$ -lactalbumin), essential amino acids and minerals, with berries, rich in polyphenols, anthocyanins and vitamins, in the conceptual formulas of some jellies is innovative and has been little studied in the specialized literature. This association creates a complex nutritional profile, which not only improves the energy value, but also offers antioxidant and anti-inflammatory properties, with potential benefits for cardiovascular and immunological health. The originality lies in maximizing the synergy between proteins and polyphenols, ensuring both structural stability and high biological functionality.

The polyphenols and anthocyanins in berries are sensitive to factors such as pH, light and temperature, which limits their use in processed products. Whey proteins act as protective agents, forming complexes with polyphenols and stabilizing natural pigments during thermal processing and storage. This dual function of whey – gelled structure and antioxidant protection – is an innovative research direction.

The studies carried out integrate several advanced techniques for characterizing products fortified with whey in different variants (powder or liquid whey): i) physicochemical analyses, optical microscopy for evaluating the gel microstructure, ii) FTIR for identifying protein-polyphenol interactions, iii) atomic absorption spectroscopy (SAA) for the macro and microelement profile, iv) X-ray diffraction (SAXS/WAXS), v) chromatographic techniques (HPLC), vi) MIXOLAB rheological analysis, vii) textural analyses correlated with compositional parameters, viii) color tests, ix) correlations between parameters through statistical methods, x) sensory evaluation for validating consumer acceptability. This complex approach allows a direct correlation between composition, structure and final perception, which is rarely reported in the specialized literature for gluten-free jellies, bread or biscuits fortified with whey.

Looking ahead, further studies focusing on mineral bioavailability, protein biological value assessment, and sensory and clinical testing are recommended to validate the impact on consumers. Thus, the results can be transferred to industrial production, contributing to the development of functional and innovative gluten-free products with a direct impact on the health of populations with dietary restrictions.

The future perspective aims to expand research by diversifying ingredients, applying green technologies and validating health effects, in order to launch functional jellies and new generation flour products on the market, with high commercial potential.

Also, optimizing the wheat or rice-based matrix, both by adjusting the granulometry and using whole or sprouted flours, and by integrating controlled biological processes, such as fermentation with selected yeasts, are promising directions and continuation of the research conducted through this doctoral thesis.

In addition to reformulating the starch base, multi-additive strategies are becoming more common and represent future research directions. The combination of whey protein concentrate with functional fibers, such as psyllium, and specific technological enzymes is associated with improving product volume and water retention capacity – an essential aspect for the texture and freshness of gluten-free or plant-based foods.

At the same time, whey protein can be integrated, in the perspective of future research, in alternative products such as pasta, noodles or cakes, where it contributes significantly to the nutritional profile, through the supply of essential amino acids and increased bioavailability. Optimizing the technological processes specific to each type of product, to counteract possible effects on consistency, hydration or baking behavior are future research directions for the development of new functional products.

In conclusion, the intelligent use of whey protein, together with functional ingredients and optimized processes, opens promising perspectives for the development of innovative foods, adapted to current health, sustainability and dietary diversity requirements.

Based on the results obtained and current trends in the food industry, several future development directions can be outlined:

a. **Expanding the range of functional ingredients** by testing other sources of polyphenols (vegetable extracts, freeze-dried fruit powders) to diversify the range of jellies, respectively incorporating prebiotics and probiotics to obtain synbiotic products, with benefits on the intestinal microbiota.

b. **Development of industrial-scale products** and adaptation of the formula for industrial-scale production, taking into account costs, shelf life and storage stability. Also, optimization of the recipe to respond to market trends: sugar-free, clean label and protein-rich products.

c. **Clinical studies and in vivo functional** validation of the antioxidant and metabolic effects of functional jellies and gluten-free products, as well as assessment of the impact on consumer health and bioavailability of bioactive compounds.

d. **Development of advanced processing technologies** by using green technologies, such as freeze-drying, microencapsulation or ultrafiltration, to improve the stability of bioactive compounds and the integration of low-energy technologies (ultrasound, micro- and nano-filtration) to preserve nutritional and sensory characteristics.