

R É S U M É

de la thèse de doctorat intitulée:

CONTRIBUTION À LA VALORISATION SUPÉRIEURE DES DÉCHETS D'ESPÈCES HORTI-VITICOLE EN VUE D'OBTENIR DE NOUVELLES FORMULATIONS COSMÉTIQUES GRÂCE AUX BIO ET AUX NANOTECHNOLOGIES

Doctorant: BAROI Anda Maria

Coordinateur scientifique: CS I Dr. Habil. FIERĂSCU Irina

MOTS-CLÉS: vignoble déchets; extraits; phytosynthèse; nanoparticules; formules; SPF;

Le secteur vitivinicole, partie intégrante de l'industrie agroalimentaire, fait partie des industries les plus importantes et les plus complexes au monde. Actuellement, il est bien connu que le stockage des déchets peut générer des problèmes environnementaux majeurs et d'autres difficultés connexes. La demande mondiale de ressources alternatives durables a enregistré une croissance significative ces dernières années, soulignant la nécessité de valoriser les déchets végétaux pour obtenir des produits à valeur ajoutée dans diverses industries.

Comparés à d'autres résidus agroalimentaires, les déchets vitiviniacoles ont une valeur économique réduite et des usages limités. Cependant, les recherches scientifiques existantes montrent que ces déchets contiennent des quantités importantes de composés bioactifs, soulignant leur potentiel d'intégration dans divers domaines. En outre, l'utilisation des déchets vitivinicoles dans des processus nanotechnologiques offre des opportunités pour le développement de nouvelles technologies durables et efficaces.

Dans ce contexte, la thèse de doctorat intitulée "*Contribution à la valorisation supérieure des déchets de espèces horti-viticole en vue d'obtenir de nouvelles formulations cosmétiques au moyen de bio et nanotechnologies*" a pour objet principal le développement de formulations cosmétiques pour applications thématiques avec un facteur de protection solaire, en utilisant les déchets vitivinicoles. Le sujet est particulièrement pertinent et important, étant donné l'accent actuel mis sur les produits à valeur ajoutée qui contribuent positivement à la santé et également à la qualité de vie.

La thèse présente une méthodologie pour créer des formulations topiques (gels et balms aux lèvres) avec un facteur de protection solaire, fondées sur des matières premières biodégradables et des nanomatériaux synthétisés par chimie verte. L'étude contribue à résoudre deux problèmes majeurs : la valorisation supérieure des déchets vitivinicoles et le développement de produits de protection solaire efficaces capables d'absorber les rayons UV.

Les **CHAPITRES I-III** constituent une étude bibliographique approfondie de tous les concepts nécessaires pour atteindre l'objectif proposé par notre thèse.

Le **CHAPITRE I** présente de manière générale comment l'industrie agroalimentaire, ainsi que le secteur vitivinicole, contribuent à l'accumulation mondiale de déchets. On discutera également des conséquences de ces résidus sur l'environnement et la santé humaine, liées à l'impact que ces derniers ont sur l'environnement et la santé humaine, ainsi que des méthodes viables d'utilisation de ces derniers.

Le **CHAPITRE II** propose une étude approfondie de la composition chimique présente dans les déchets végétaux. Les classes de composés identifiés tant dans les résidus de fruits et légumes que dans les déchets vitivinicoles sont présentées en détail. Une comparaison est également faite entre les méthodes d'extraction classiques et celles actuellement utilisées pour récupérer les composés polyphénoliques dans diverses matrices végétales, mettant en évidence les avantages et les inconvénients de chaque situation.

Le **CHAPITRE III** décrit les applications générales de l'utilisation de composés phytomédicaux récupérés à partir des déchets vitivinicoles comme ingrédients à valeur ajoutée pour diverses industries. Dans ce chapitre, l'accent a été mis sur la nécessité d'utiliser des produits naturels qui protègent du soleil, en soulignant le lien entre ces derniers et les propriétés antioxydantes offertes par les composés bioactifs. Le concept du processus de photosynthèse des nanoparticules métalliques et leurs applications ont également été abordés..

Une revue exhaustive de la littérature scientifique et des bases de données académiques a mené à la formulation de l'idée de base de la thèse, soit que malgré un intérêt intense pour les avantages des nanoparticules métalliques dans divers domaines, aucune étude n'a été menée pour développer des gels et des balms pour les lèvres qui incluent ces nanostructures, synthétisées à partir de déchets viticoles.

Les **CHAPITRES IV-VIII** représentent notre recherche menée pour atteindre l'objectif proposé par la thèse. La plupart des études existantes sur les gels et les balsams de lèvres se sont concentrées sur l'utilisation d'ingrédients et de formules classiques, avec une attention limitée accordée aux approches innovantes qui incluent des nanostructures synthétisées par la chimie verte. Dans ce contexte, l'élément d'originalité est représenté par le développement de gel et de balm de lèvres (avec un

facteur de protection solaire significatif) qui intègrent ces nanomatières, synthétisées à partir des déchets viticoles

Dans le **CHAPITRE IV**, les méthodes d'obtention des extraits de cordons de vigne et de tescovina ont été élaborées. L'analyse spectrophotométrique et chromatographique en phase liquide haute performance - HPLC a montré un taux élevé en phénolics dans le cas des extraits obtenus par méthode assistée par microondes : T-Mw (31,65 GAE mg/g poudre sèche) et C-Mw (18,34 GAE mg/g poudre sèche). Grâce à l'analyse HPLC, 20 composés ont été identifiés dans les extraits de cordons et 14 composés phénoliques ont été identifiés dans les extraits de tescovina. De plus, la diversité compositionnelle des quatre extraits analysés a joué un rôle crucial dans le processus de photosynthèse des nanoparticules métalliques.

Dans le **CHAPITRE V**, des études expérimentales ont montré le potentiel des déchets vitivinicoles issus du cépage autochtone roumain *Fetească Neagră 6Șt* (cordons de vigne et tescovina) pour synthétiser des nanoparticules monométalliques et bimétalliques au moyen de la chimie verte. L'analyse UV-Vis a confirmé la présence et la stabilité maximale des pics d'absorption spécifiques à l'argent et à l'or. La diffusion X et la microscopie électronique ont validé la formation des deux types de nanostructures, soulignant l'existence d'une structure en nid d'abeilles dans le cas des nanoparticules bimétalliques, où le noyau est formé par des nanoparticules d'argent et la coquille externe est formée par des nanoparticules d'or. Grâce à l'analyse XRF et EDX, il a été identifié des pics associés à l'argent et à l'or, avec des concentrations similaires dans le cas des nanoparticules monométalliques d'argent, mais possédant des concentrations élevées dans le cas des probables bimétalliques D_c, D_T et C_T. Grâce aux techniques microscopiques, une distribution plus uniforme en solution a été observée pour les nanoparticules bimétalliques, ainsi qu'une taille plus petite (3,7 nm) des nanostructures synthétisées avec l'extrait de tescovina obtenu par méthode moderne.

Dans le **CHAPITRE VI** sont présentées les propriétés bioactives tant des extraits père que des nanoparticules obtenues. Dans ce qui concerne l'action antioxydante, il a été remarqué une modalité collective d'inhibition du radical DPPH, c'est-à-dire: les extraits ont présenté une action antioxydante réduite en comparaison avec les nanoparticules monométalliques qui, à leur tour, ont une capacité antioxydante plus faible que celles bimétalliques. De plus, l'action antioxydante des extraits père a varié, tandis que les extraits développés par méthode moderne (30,11% pour C-Mw et 69,89% pour T-Mw) ont obtenu un taux d'inhibition élevé par rapport aux ceux obtenus par extraction classique à température (27,96% pour C-Etv et 65,05% pour T-Etv) ce qui est associé au contenu phénolique total.

Les tests qualitatifs ont montré un effet antimicrobien exclusif sur *Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis* et *Escherichia coli*, tandis que les tests quantitatifs ont montré une activité antimicrobienne sur toutes ces bactéries testées à

l'exception de *Candida krusei*. Parmi tous les tests, ceux qui ont présenté un effet antimicrobien significatif dans les tests qualitatifs et quantitatifs sont : les nanoparticules monométalliques (Ac et B_T) et bimétalliques (D_C, C_T et D_T), utilisées dans le développement de formulations cosmétiques.

Dans le **CHAPITRE VII** ont été élaborées des méthodes d'obtention de gels utilisant comme ingrédients actifs extraits de cordons de vigne (C-Etv și C-Mw) et pomace (T-Mw et T-Etv), ainsi que nanoparticules monométalliques et bimétalliques dispersées dans une solution (D_T, B_T, C_T, D_C et Ac). Le dosage optimal de ces ingrédients actifs dans la formulation du gel a été établi comme 6.5% extract (cordons/tescovina) et solution contenant dispersion nanoparticule en proportion de 6.5%. En outre, un réseau polymère n'a pas été affecté par la présence du substance active, ces dernières prenant un aspect uniforme, un caractère pseudo-plastique, exerçant tixotropie dans un intervalle de vitesse de forçage 10-2 - 102 s⁻¹. Les probables qui ont obtenu efficacité photoprotectrice élevée (SPF=4) sont F1 și F5, associées aux propriétés antioxydantes avec une concentrations métalliques dans nanoparticules bimétalliques D_C et D_T, ainsi qu'une présence de certains composés phénoliques dans extraits père (acide elagique și lutéaline dans T-Etv și acide syringique dans C-Etv).

Dans le **CHAPITRE VIII** a été montré le développement des méthodes pour obtenir balms aux lèvres avec valeurs SPF significatives, formulées conformément aux probables gel. Cinq balms aux lèvres avec des propriétés organoléptiques stables, et avec des valeurs de points de pH compris entre 70,5 - 71 ° C, respectivement 5,14 - 5,91. Les balms aux lèvres ont absorbé des quantités significatives de rayons UV offrant un niveau SPF entre 34-107. Comme pour probables gel, matières qui ont présentait des efficacités photoprotectrice significative sont celles formulées avec 6,5 % extract T-Etv et 6,5 % sondes D_T (sondes B1 SPF=107) et 6,5 % extract C-Etv și 6,5 % sondes D_C (sondes B5 SPF=104).

Le **CHAPITRE IX** décrit les conclusions générales de cette thèse ainsi que des recommandations.

La thèse contient 63 figures, 37 tableaux et 397 références bibliographiques.

Grâce à les activités de recherche menées dans cette thèse, **nous avons obtenu les objectifs suivants:**

- Élaboration et adaptation des processus d'extraction pour obtenir des rendements élevés de composés bioactifs.
- Amélioration des procédures d'analyse pour obtenir des informations analytiques complètes, qualitatives et quantitatives.
- Formulation de gelures et de bains en forme de baume avec un niveau significatif de SPF basé sur des nano-architectures.

La réalisation de cette thèse a un impact sur l'environnement, en valorisant les déchets végétaux, ainsi que sur l'économie, en obtenant des produits à valeur ajoutée, impliquant des activités de recherche pluridisciplinaires et complexes.

Parmi les éléments novateurs apportés dans cette thèse, on peut citer:

- ❖ Optimisation du processus d'obtention de composés bioactifs à partir des déchets de raisin de la variété native *Fetească Neagră 6 Șt*, avec des rendements élevés, en utilisant des méthodes d'extraction modernes adaptées au matériau végétal étudié;
- ❖ Synthèse verte de nanostructures stables, avec des propriétés antioxydantes et antibactériennes significatives;
- ❖ Développement de gelures polymères avec le potentiel de protéger la peau, grâce à la présence d'un niveau SPF médian;
- ❖ Développement de produits cosmétiques (bain pour les lèvres) utilisant des éléments naturels et biocompatibles, avec un niveau SPF significatif.