

**НАСТАВНО-НАУЧНОМ ВЕЋУ
ПОЉОПРИВРЕДНОГ ФАКУЛТЕТА
УНИВЕРЗИТЕТА У БЕОГРАДУ**

Датум: 25.09.2025. године

Предмет: Извештај Комисије за оцену урађене докторске дисертације Катарине Р. Делић, мастер инжењера пољопривреде.

Одлуком Наставно-научног већа Пољопривредног факултета Универзитета у Београду број: 32/10-6.3. од 24.09.2025. године, именовани смо у Комисију за оцену урађене докторске дисертације под насловом: **„Проучавање механизма интеракција антоцијанина црвених сортних вина и протеина богатих пролином и сензорних последица“**, кандидата Катарине Р. Делић, мастер инжењера пољопривреде.

Комисија у саставу: др Александар Костић, ванредни професор, Пољопривредни факултет, Универзитет у Београду (Ужа научна област – Хемија), др Данијел Милинчић, виши научни сарадник, Пољопривредни факултет, Универзитет у Београду (област – Природно-математичке науке, Хемијске науке), др Ивана Карабеговић, редовни професор, Технолошки факултет у Лесковцу, Универзитет у Нишу (Ужа научна област – Прехрамбене технологије и биохетнологија), др Пјер-Луј Теседре, редовни професор, Институт за винову лозу и вино, Универзитет у Бордоу (Ужа научна област – Енологија), др Фернандо Марин Замора, редовни професор, Факултет за енологију, Универзитет Ровира и Виргил у Тарагони (Ужа научна област – Енологија), др Стамантина Каллитхрака, редовни професор, Департман за науку о храни и исхрану, Пољопривредни универзитет у Атини (Ужа научна област – Енологија), на основу прегледа, анализе и оцене докторске дисертације подноси Наставно-научном већу Пољопривредног факултета следећи

ИЗВЕШТАЈ

1. ОСНОВНИ ПОДАЦИ О КАНДИДАТУ И ДИСЕРТАЦИЈИ

Основни подаци о кандидату. Катарина Р. Делић рођена је 20.12.1992. године у Пожаревцу, Република Србија. Завршила је средњу Економско-трговинску и машинску школу у Кучеву, смер туристички техничар. По завршетку средње школе, уписала је Пољопривредни факултет Универзитета у Београду, Одсек за воћарство и виноградарство, школске 2011/12. године.

Дипломирала је 21. марта 2016. године, са просечном оценом 9,63 бранивши дипломски рад из Технологије гајења винове лозе под насловом: „Карактеристике клонова Смедеревке у грочанском виногорју,“ чиме стиче стручни назив квалификације дипломирани инжењер пољопривреде за воћарство и виноградарство.

Током студија се истакла као један од најбољих студената и представљала Пољопривредни факултет Универзитета у Београду на Радио-телевизији Србије, у прилозима Јутарњег програма под називом „Генерација 2015.“ Као студент генерације, међу најбољима, држала је свечани говор поводом Дана Факултета 2015. године.

По завршетку основних студија, бавила се волонтерским радом у Локалној самоуправи општине Кучево, Одсек за пољопривреду. Током волонтерског рада, самоиницијативно је вршила едукације пољопривредних произвођача на територији општине Кучево, из области воћарства и виноградарства. Поред волонтерског рада, била је стални члан Канцеларије за локални и економски развој општине Кучево, радећи на многим пројектима из области пољопривреде и инфраструктуре. Стекла је искуство у извођењу административно-правних послова, планирању, организацији и извођењу пројеката, финансијској анализи пројеката, процени ризика, као и истраживању тржишта. На позицију директора Земљорадничке задруге „Соаре“ Нересница, долази 2017. године, чиме даје подстрек младим људима да дају свој допринос руралном развоју и остану на селу. У оквиру Задруге оснива матичну службу за вођење евиденције у сточарству, чиме, након више од деценије, општина Кучево поново добија матичну службу на својој територији. Након оснивања матичне службе, напушта место директора Задруге, у циљу усавршавања из области виноградарства и винарства. У јулу 2019. године почиње да ради у винарији ПИК Оплепац у Тополи, као дипл. инж. виноградарства и технолог производње вина.

Школске 2019/20. уписала је Мастер академске студије, студијски програм Пољопривреда, модул Воћарство и виноградарство на Пољопривредном факултету, Универзитета у Београду. Мастер рад је одбранила 11. марта 2021. године, бранивши мастер рад под називом „Привредно-технолошке карактеристике винских сорти у засадама светог манастира Копорин.“ Исте године кандидат уписује двојне докторске студије на Пољопривредном факултету Универзитета у Београду, одсек Прехрамбена технологија, и Универзитета у Бордоу на Институту за винову лозу и вино. Добитник је стипендије Владе Француске за докторске студије у коменторству и стипендије „Доситеја“ Фонда за младе таленте за студије у иностранству. Докторат се изводи под Уговором о коменторству склопљеног између кандидаткиње и Универзитета у Београду и Универзитета у Бордоу. У јуну, 2022. године добија звање истраживача приправника на Пољопривредном факултету Универзитета у Београду, на катедри за хемију у биохемију Инстута за прехрамбену технологију.

Допринос у области енологије дала је објављивањем поглавља у књизи у издању „Springer“-а, свеобухватног прегледног чланка о антоцијанинима у часопису OENO One, као и оригиналног истраживачког рада у часопису Foods. Своје резултате представила је кроз постер-презентације на различитим међународним конференцијама и одржала усмено излагање на Светском конгресу лозе и вина (OIV) у октобру 2024. године.

Течно говори, чита и пише на енглеском, руском и француском језику, а поседује радно знање немачког и шпанског. Тренутно је запослена као стручни сарадник за програме и пројекте у Фонду за науку Републике Србије.

Основни подаци о дисертацији. Тема дисертације пријављена је на Пољопривредном факултету Универзитета у Београду и одобрена је од стране Већа научних области биотехничких наука одлуком број 61206-441/2-25 од 11.02.2025. године. За ментора докторске дисертације одређени су др Мирјана Б. Пешић, редовни професор Пољопривредног факултета, Универзитета у Београду и др Пјер-Луј Теседре, редовни професор, Институт за винову лозу и вино, Универзитет у Бордоу. Докторска дисертација Катарине Делић, мастер инжењера пољопривреде, под насловом: **„Проучавање механизма интеракција антоцијанина црвених сортних вина и протеина богатих пролином и сензорних последица“** написана је у складу са захтевима Уговора о коменторству и брани се на Универзитету у Бордоу. Дисертација је написана на енглеском језику, на укупно 146 страна, од којих је 133 нумерисано. Ненумерисани делови дисертације су: насловна

страна на енглеском језику са информацијама о члановима комисије у складу са Уговором о коменторству, странице са захвалницом, странице са сажетком на енглеском, француском и српском језику са кључним речима, страница са валоризацијом научног рада, странице са садржајем, листом слика, табела и скраћеница. Нумерисани део дисертације садржи следећа поглавља: Увод (стр. 1-4), Преглед литературе (стр. 5-30), Материјал и методе (стр. 31-36), Резултати (стр. 37-90), Закључци (стр. 91-93), Литература (стр. 94-115), Прилози (стр. 116-128), Биографија аутора (стр. 129). Поголавља Преглед литературе, Материјал и методе, и Резултати су подељени на више потпоглавља. У оквиру дисертације приказано је 17 слика и 22 табеле. Цитирано је 319 литературних извора.

2. ПРЕДМЕТ И ЦИЉ ДИСЕРТАЦИЈЕ

Циљ овог истраживања је проучавање механизма интеракција између антоцијанина из покожице грозђа и саливарних протеина (богатих пролином) и утврђивање њиховог утицаја на сензорне карактеристике вина, у првом реду перцепције адстрингенције. Циљ је да се по први пут окарактеришу интеракције антоцијанина аутохтоних српских сорти Прокупца и Кадарке са саливарним протеинима и упореде са француским сортама. Поред тога, интеракције ће се прочавати применом две технике, течно масене хроматографије и електрофоретске технике, што до сада у литератури није рађено.

3. ОСНОВНЕ ХИПОТЕЗЕ ОД КОЈИХ СЕ ПОЛАЗИЛО У ИСТРАЖИВАЊУ

Основне хипотезе од којих се полази у оквиру ове докторске дисертације су следеће:

- Покожице сорти грозђа Каберне Совињон, Мерло, Прокупац и Кадарка имају различит профил и садржај антоцијанина.
- Антоцијани из покожице различитих сорти црног грозђа различито реагују са саливарним протеинима.
- Интеракције између антоцијанина покожице различитих сорти црног грозђа утичу на перцепцију различитих сензација приликом сензорне оцене вина добијених од одабраних сорти грозђа.
- Перцепција различитих сензација зависи од врсте и концентрације антоцијанина у покожици грозђа и вина.

4. КРАТАК ОПИС САДРЖАЈА ДИСЕРТАЦИЈЕ

Увод. Уводно поглавље засновано је на предмету истраживања докторске дисертације. Указано је на распрострањеност, биохемијску структуру и значај антоцијанина као полифенолних биоактивних компонената, њихов значај у технологији, квалитету и сензорној перцепцији црвених вина. Наглашен је њихов значај по људско здравље, попут антиоксидативних, анти-канцерогених, антимикотичких и др. својстава. Истакнут је механизам интеракција танина и саливарних протеина, који су одговорни за развој адстрингенције. Направљена је паралела између њиховог утицаја и утицаја антоцијанина, као и јасно образложена биохемијска структура протеина (протеини богати пролином) који су одговорни за интеракције са танинима. Наведени су типови

интеракција које се јављају између танина и протеина богатих пролином, правећи се паралела између антоцијанина и потенцијалних интеракција које се могу јављати између антоцијанина и саливарних протеина, као и њиховог утицаја на развој адстрингенције. Истакнути су разлози и примери нових истраживања која укључују антоцијанине као потенцијалних полифенола црвених вина који реагују са саливарним протеинима проузрокујући развој адстрингенције. На крају уводног поглавља побројани су и циљеви истраживања.

Преглед литературе. Кандидат је у овом поглављу обухватио литературне податке повезане са тематиком истраживања докторске дисертације и груписао их у три потпоглавља са више подналова. У првом потпоглављу (*Grape and wine anthocyanins*), кандидат се осврнуо на биохемијску структуру антоцијанина и полифенола црног грожђа и црвеног вина, синтезу антоцијанина, трансформације антоцијанина током производње црвених вина и у току процеса одлежавања вина, флаван-3-оле и процијанидине црног грожђа и црвеног вина и биохемијске интеракције антоцијанина и процијанидина у црвеним винима, као и аналитичке технике екстракције, сепарације, пречишћавања, идентификације и квантификације које се користе приликом истраживања антоцијанина и процијанидина. Друго потпоглавље (*Salivary proteins*), обухвата осврт на биохемијску структуру саливарних протеина и сензорне перцепције црвених вина, развој перцепције адстрингенције приликом дегустације црвених вина, и осврт на потенцијалне механизме интеракција између антоцијанина и протеина плувачке.

У трећем потпоглављу (*Analytical techniques for investigating grape/wine anthocyanin-salivary protein interactions*) наведене су аналитичке технике које се примењују приликом истраживања интеракција антоцијанина и саливарних протеина.

Материјал и методе. Ово поглавље подељено је у седам потпоглавља са више подналова. Прво потпоглавље (*Wine, skin and seed samples for UHPLC Q-ToF MS characterization*) обухвата образложену методологију припреме вина, покожице и семенке сорти 'Прокупац', 'Кадарка', 'Каберне Совињон' и 'Мерло' за карактеризацију на UHPLC Q-ToF MS уређају, карактеризацију антоцијанина и проантоцијанидина на HPLC уређају као и порекло грожђа и вина. У другом потпоглављу (*Preparation of saliva sample*) детаљно је образложен поступак прикупљања и припреме узорака саливе за истраживање. Треће потпоглавље (*Saliva test*) детаљно описује методологију припреме матрикса саливе и старих и младих вина, као и екстракта семенке и покожице поменутих сорти. У четвртном потпоглављу (*Untargeted and targeted UHPLC Q-ToF MS analysis*) описана је метода target и untarget анализе на UHPLC Q-ToF MS уређају. Пето поглавље (*Electrophoretic analysis*) обухвата опис методе електрофоретске анализе изведене у редукујућим условима. У шестом поглављу (*Sensorial analysis of young and aged 'Prokupac', 'Cabernet Sauvignon' and 'Merlot' wines*) дат је детаљан опис методологије сензорне анализе младих и одлежалих вина. У последњем, седмом потпоглављу (*Statistical analysis*), описани су коришћени статистички тестови и софтвери за обраду резултата.

Резултати и дискусија. Резултате истраживања аутор је изнео у седам потпоглавља са више подналова. Резултати су приказани прегледно, јасно и концизно кроз текстуалну анализу, слике и табеле, док је дискусија дата заједно са поређењима са резултатима релевантних истраживања у областима које се тичу теме дисертације. У првом потпоглављу (*Characterization and semi-quantification of phenolic compounds of 'Prokupac' and 'Kadarka' grape skin and seed*) показано је да да фенолни профили зависе од сорте грожђа и материјала грожђа. Покожица грожђа садржи већи број и разноврсност антоцијанина, док су семенке богатије катехинима и процијанидинима. Добијени резултати су у складу са ранијим истраживањима која указују да сортне и ткивне

разлике битно утичу на квалитет потенцијалног вина. Полуквантификација је омогућила увид у релативне концентрације ових једињења и дала основу за каснију анализу њихове биохемијске активности и утицаја на сензорне карактеристике. Потпоглавље два (*Binding affinity of salivary proteins for selected anthocyanins and flavan-3-ols/procyanidins derived from grape skin and seed*) истиче да различите класе фенолних једињења показују различит афинитет везивања за протеине пљувачке, што је од суштинског значаја за разумевање механизма адстрингентности. Антоцијанини показују умерену способност везивања, док су процијанидини и флаван-3-оли значајно активнији у интеракцији са протеинима. Ови резултати подударају се са претходним радовима који су истицали улогу процијанидина у изазивању опорости.. У трећем потпоглављу (*LC/MS quantification of anthocyanins and proanthocyanidins in various indigenous and international wines*) LC/MS анализа је омогућила прецизну квантификацију антоцијанина и процијанидина у широком спектру вина. Показано је да аутентична вина аутохтоних сорти имају специфичан фенолни профил који их може разликовати од интернационалних сорти. Ово може имати значаја у контроли аутентичности вина и заштити географског порекла. У четвртном потпоглављу (*Untargeted UHPLC Q-ToF MS profile of young and aged wines from indigenous and international grape varieties*) untarget анализом добијена је широка карактеризација полифенолних профила вина, укључујући појаву секундарних и дериватних једињења која настају током старења. Уочено је да старење вина доводи до полимеризације и стварања стабилнијих пигмената, што је у складу са очекиваним хемијским трансформацијама током сазревања вина. Пето потпоглавље (*Procyanidins and anthocyanins in young wine of different indigenous and international grape varieties: Evaluation of their reactivity toward salivary proteins*) доказује да реактивност фенолних једињења варира у зависности од сорте и концентрације, што има директан утицај на интензитет и квалитет адстрингентности. Овај налаз је у складу са теоријом да је адстрингентност мултифакторски условљена и зависи од биохемијског комплекса вина.

Шесто потпоглавље (*Procyanidins and anthocyanins in young and aged 'Prokupac' wines: Evaluation of their reactivity towards salivary proteins*) подељено је на више целина. Утврђено је да старење утиче на смањење слободних антоцијанина и повећање комплексних пигмената, што мења њихову реактивност према протеинима пљувачке. Код младог вина реактивност је израженија, док код старог вина долази до стабилизације и смањења директне интеракције са протеинима. Ови резултати имају значајне импликације за разумевање развоја сензорних карактеристика вина током старења. Седмо потпоглавље (*Sensory analysis*) указује на то да се хемијске разлике у фенолним профилима директно одражавају на сензорне перцепције вина, посебно у погледу адстрингентности, горчине и укупног квалитета танина. Панелисти су препознали разлике између младих и старих вина, као и између аутохтоних и интернационалних сорти. Ови резултати подржавају закључке из аналитичког дела и наглашавају значај интеграције инструменталних и метода сензорних анализа.

Закључци. У овом поглављу сумирани су резултати истраживања и изведени су релевантни закључци. Истраживање је било усмерено на проучавање интеракција антоцијанина и флаван-3-ола (процијанидина) из грожђа и вина са саливарним протеинима, као и на њихов утицај на феномен адстрингентности. Примењена методологија обухватила је више комплементарних техника: таргетирану и нетаргетирану UHPLC Q-ToF-MS анализу фенолних једињења у кожици и семену аутохтоних српских сорти грожђа 'Кадарка' и 'Прокупац', као и у младим и одлежалим винима ('Прокупац', 'Cabernet Sauvignon', 'Merlot'); LC/MS карактеризацију фенолних једињења у одлежалим винима; праћење афинитета везивања фенолних једињења са саливарним протеинима;

SDS-R-PAGE анализу интеракција фенолних једињења са саливарним протеинима; као и сензорску анализу младих и одлежалих вина. Добијени резултати потврдили су да се антоцијанини углавном налазе у кожици грозђа, са одређеним варијацијама у квалитативном и квантитативном профилу између сорти. Насупрот томе, семенке су садржале претежно флаван-3-оле и процијанидине, као и друга семеном карактеристична фенолна једињења. Утврђено је да млада вина имају значајно веће количине слободних антоцијанина и мономерних флаван-3-ола, док одлежала вина садрже више полимеризованих танина, процијанидина и комплексних пигмената, са знатно смањеним уделом слободних антоцијанина. У погледу интеракција са саливарним протеинима, резултати су показали да антоцијанини граде растворљиве агрегате са протеинима, али са ограниченим утицајем на развој адстрингентности. Њихов афинитет везивања зависи од садржаја и састава, али је знатно мањи у поређењу са флаван-3-олима и процијанидинима. За разлику од њих, флаван-3-оли и процијанидини показали су знатно већи афинитет и формирају нерастворљиве комплексе са саливарним протеинима, што је последица њихове полимеризације, већих молекулских маса и површине електричног набоја. Такви комплекси имају директну улогу у настанку и интензитету адстрингентности. Поред тога, указано је да антоцијанини могу индиректно утицати на ове процесе кроз копигментацију са флаван-3-олима, али у занемарљивој мери, што захтева даља истраживања. Ово истраживање допринело је проширивању научних сазнања применом структурираног и вишеслојног методолошког приступа, који је објединио контролисане системе (екстракти) и реалне системе (вина). На тај начин постављене су основе за нове правце у проучавању адстрингенције црвених вина. Ипак, аутор уочава одређена ограничења која остављају простор за будућа истраживања. Пре свега наводи комплексност интеракција антоцијанина и саливарних протеина, ограничења примењених метода, утицај винске матрице, као и на варијабилност у сензорним перцепцијама. Даљи развој напредних аналитичких техника, интеграција *in vivo* и *in vitro* студија, испитивање улоге деривата антоцијанина, као и стандардизација сензорних протокола, представљају неопходне кораке у овом правцу.

Литература. У дисертацији је на правилан начин наведено 319 литературних извора. Избор референци је актуелан и одговара предмету проучавања докторске дисертације.

Прилози. Као прилог дати су: резултати који употпуњују главна истраживања, укључујући карактеристике узорака вина (сорте, бербе, винског региона и географске зоне), као и детаљну идентификацију и квантификацију антоцијанина у покожици и флаван-3-ола/процијанидина у семенкама. Приказани су параметри једначина стандарда за квантификацију, као и нетаргетирани фенолни профил младог и одлежалог вина Прокупац, што омогућава праћење трансформација током старења. Састав саливарних протеина и резултати једнофакторске и двофакторске ANOVA анализе сензорних параметара омогућили су поуздану интерпретацију интеракција фенола и протеина. Сензорна анализа (Вухбаум метода и графички прикази) потврдила је статистички добијене разлике у киселости, горчини, адстрингентности и квалитету танина младих и одлежалих вина различитих сорти. Такође, дате су слике S1–S4 које графички приказују резултате сензорне анализе младих и одлежалих вина различитих сорти (‘Прокупац’, ‘Каберне Совињон’, ‘Мерло’) по параметрима киселости, горчине, адстрингентности и квалитета танина, чиме визуелно потврђују статистичке налазе.

5. ОСТВАРЕНИ РЕЗУЛТАТИ И НАУЧНИ ДОПРИНОС ДИСЕРТАЦИЈЕ

Реализацијом ове дисертације детаљно су испитани фенолни профили аутохтоних и интернационалних сорти грозђа и вина, њихове интеракције са саливарним протеинима и утицај

на појаву и перцепцију адстрингенције, при чему је доказано да антоцијанини, иако показују ограничен афинитет везивања и формирају растворљиве агрегате са протеинима, имају секундарну и индиректну улогу у овом феномену, док су флаван-3-оли и процијанидини препознати као главни носиоци адстрингентности због свог високог афинитета и способности стварања нерастворљивих комплекса; спроведена методолошка интеграција таргетираних и нетаргетираних аналитичких техника, *in vitro* и *in vivo* система, као и сензорних анализа, представља значајан научни допринос, јер отвара нове правце у истраживању мултифакторског карактера адстрингентности црвених вина и ствара основ за практичну примену у оптимизацији винског квалитета и аутентичности.

6. ОБЈАВЉЕНИ И САОПШТЕНИ РЕЗУЛТАТИ

У сарадњи са другим ауторима кандидат је написао један научни рад који је садржински повезан са дисертацијом и објављен у међународном часопису изузетних вредности (M21a) који квалификује кандидата за одбрану докторске дисертације:

1. **Delić, K.**, Milinčić, D. D., Petrović, A. V., Stanojević, S. P., Gancel, A-L., Jourdes, M., Pešić, M. B., & Teissedre, P-L. (2025). Procyanidins and Anthocyanins in Young and Aged Prokupac Wines: Evaluation of Their Reactivity Toward Salivary Proteins. *Foods*, 14, 1780. <https://doi.org/10.3390/foods14101780>

као и једно поглавље у истакнутој монографији међународног значаја (M13):

2. **Delic, K.**, Payan, C., Aleksovych, V., Jouin, A., Vignault, A., Chira, K., Jourdes, M., & Teissedre, P-L. (2023). Wine Phenolic Compounds: Chemistry and Biological Properties. Springer Nature Switzerland AG 2023 J.- M. Mérillon et al. (eds.), *Natural Products in Beverages*, Reference Series in Phytochemistry, 1-47. https://doi.org/10.1007/978-3-031-04195-2_218-1

и научни рад објављен у међународном часопису M23:

3. **Delić, K.**, Milinčić, D. D., Pešić, M. B., Lević, S., Nedović, V. A., Gancel, A-L., Jourdes, M., & Teissedre, P-L. (2024). Grape, wine and pomace anthocyanins: winemaking biochemical transformations, application and potential benefits. *Oeno One*, 58 (4). <https://doi.org/10.20870/oeno-one.2024.58.4.8039>

Поред тога, објављено је и пет саопштења на конференцијама која су садржински повезана са дисертацијом (саопштења са међународног скупа штампано у изводу - M34):

4. **Delić, K.**, Milinčić, D., Salević, A., Pešić, M., & Nedović, V. (2022). Micro and nano-encapsulation of anthocyanins and its application in food technology, Belgrade, 1st European Symposium on Phytochemicals in Medicine and Food 7-9 September 2022, Belgrade Serbia. Poster
5. **Delić, K.**, Miramont, C., Jourdes, M., Waffo Tegu, P., Gancel, A-L., Teissedre, P-L. (2022). Extraction and fractionation of acetylated and p-coumaroylated anthocyanins from grapeskin using CPC method. 43rd World Congress of Vine and Wine From 31 October to 4 November

2022, Ensenada, Mexico

6. **Delić, K.**, Jourdes, M., Gancel, A-L., Milinčić, D., Pešić, M., & Teissedre, P-L., (2023) Identification and quantification of phenolic compounds of Serbian red wines, 44th World Congress of Vine and Wine and the 21st General Assembly of the International Organisation of Vine and Wine (OIV) 5 to 9 June 2023 in Spain, in Cadiz and in Jerez de la Frontera.
7. **Delić, K.**, Jourdes, M., Gancel, A-L., Milinčić, D., & Teissedre, P.L. (2023). Identification and levels of phenolic compounds (tanins, anthocyanins) in red varietal wines (Prokupac and Black Tamjanika) from Serbia, Oeno - Macrowine 2023, July 10-13, 2023, Bordeaux, France
8. **Delić, K. R.**, Milinčić, D. D., Jourdes, M., Pešić, M. B. & Teissedre, P-L. (2024). Chemical affinity and binding capacity between pre-purified Cabernet Sauvignon/Merlot anthocyanins and salivary proteins monitored by UHPLC Q-ToF MS analysis, 45th World Congress of Vine and Wine (OIV), 14 to 18 October, Dijon, France.

7. ЗАКЉУЧАК И ПРЕДЛОГ

На основу анализе докторске дисертације под насловом: „**Проучавање механизма интеракција антоцијанина црвених сортиних вина и протеина богатих пролином и сензорних последица**“ коју је поднела Катарина Делић, маг. инж. пољ., Комисија сматра да је дисертација урађена према одобреној пријави теме и да представља оригинално и самостално научно дело. У уводу и прегледу литературе аутор је детаљно анализирао литературу везану за испитивање механизма интеракција антоцијанина и танина црвених вина и саливарних протеина богатих пролином. На основу прегледа литературе успешно је образложена тематика докторске дисертације, предмет и циљеви истраживања су правилно дефинисани и постављени, док је програм истраживања добро осмишљен. Методе примењене у експерименталном делу су савремене и поуздане, а резултати су прегледно приказани, правилно анализирани и упоређени са резултатима других аутора. Из резултата су правилно изведени закључци. Научни допринос докторске дисертације се огледа у у свеобухватном испитивању фенолних једињења аутохтоних и интернационалних сорти грожђа и вина, њиховој карактеризацији, квантификацији и праћењу током процеса старења, као и у детаљној анализи реактивности антоцијанина и танина (процијанидина) са саливарним протеинима и утицаја на адстрингентност; примењене су савремене аналитичке технике (таргетирани и нетаргетирани UHPLC-Q-ToF-MS, LC/MS), биохемијска метода (SDS-R-PAGE) и сензорна анализа, чиме је први пут систематски потврђена ограничена улога антоцијанина у настанку адстрингенције и наглашена примарна улога флаван-3-ола и процијанидина, што представља нови научни допринос у разумевању мултифакторијалног механизма адстрингенције и ствара основ за будућа истраживања и практичну примену у винској технологији и унапређењу квалитета вина.

Имајући у виду квалитет, обим и научни допринос постигнутих и приказаних резултата, Комисија предлаже Наставно-научном већу Пољопривредног факултета Универзитета у Београду да позитивно оцени и прихвати овај Извештај, заједно са поднетом дисертацијом кандидата Катарине Делић, магистар инжењерства пољопривреде, под насловом: „**Проучавање механизма интеракција антоцијанина црвених сортих вина и протеина богатих пролином и сензорних последица**“ и да након завршетка процедуре омогући кандидату јавну одбрану докторске дисертације пред Комисијом у истом саставу.

Београд – Земун
Датум: 25.09.2025. године.

Чланови Комисије:

др Александар Костић, ванредни професор
Пољопривредни факултет, Универзитет у Београду
Ужа научна област – Хемија

др Данијел Милинчић, виши научни сарадник,
Пољопривредни факултет, Универзитет у Београду
област – Природно-математичке науке, Хемијске науке

др Ивана Карабеговић, редовни професор
Технолошки факултет у Лесковцу, Универзитет у Нишу
Ужа научна област – Прехрамбене технологије и биохетнологија

др Пјер-Луј Теседре, редовни професор
Институт за винову лозу и вино, Универзитет у Бордоу
Ужа научна област – Енологија

др Фернандо Марин Замора, редовни професор
Факултет за енологију, Универзитет Ровира и Виргил у Тарагони
Ужа научна област – Енологија

др Стамантина Каллитхрака, редовни професор
Департаман за науку о храни и исхрану, Пољопривредни универзитет у Атини
Ужа научна област – Енологија

Оцена извештаја о провери оригиналности докторске дисертације

На основу Правилника о поступку провере оригиналности докторских дисертација које се бране на Универзитету у Београду и налаза у извештају из програма iThenticate којим је извршена провера оригиналности докторске дисертације: „**Проучавање механизма интеракција антоцијанина црвених сортних вина и протеина богатих пролином и сензорних последица**“ аутора Катарине Делић, констатујем да утврђено подударање текста износи 21%. Овај степен подударности последица је библиографских података о коришћеној литератури, тзв. општих места и података, назива инструмената, произвођача и хемијских једињења, као и претходно публикованих резултата докторандових истраживања, који су проистекли из дисертације, што је у складу са чланом 9. Правилника.

На основу свега изнетог, а у складу са чланом 8. став 2. Правилника о поступку провере оригиналности докторских дисертација које се бране на Универзитету у Београду, изјављујем да извештај указује на оригиналност докторске дисертације, те се прописани поступак припреме за њену одбрану може наставити.

У Београду, 25.09.2025. године.

Ментори

Проф. др Мирјана Пешић

Проф. др Пјер-Луј Теседре

**FACULTY OF AGRICULTURE
UNIVERSITY OF BELGRADE**

Date: 25 September 2025

Subject: Report of the Commission for the Evaluation of the Doctoral Dissertation of Katarina R. Delić, Master of Agricultural Engineering.

By decision of the Academic–Scientific Council of the Faculty of Agriculture, University of Belgrade, No. 32/10-6.3. of 24.09.2025., we were appointed to the Commission for the evaluation of the doctoral dissertation entitled: “Study of the Mechanism of Interactions Between Anthocyanins of Red Varietal Wines and Proline-Rich Proteins and the Sensory Consequences,” submitted by candidate Katarina R. Delić, Master of Agricultural Engineering.

The Commission, composed of: Dr. Aleksandar Kostić, Associate Professor, Faculty of Agriculture, University of Belgrade (Narrow field – Chemistry); Dr. Danijel Milinčić, Senior Research Associate, Faculty of Agriculture, University of Belgrade (Field – Natural and Mathematical Sciences, Chemical Sciences); Dr. Ivana Karabegović, Full Professor, Faculty of Technology in Leskovac, University of Niš (Narrow field – Food Technology and Biotechnology); Dr. Pierre-Louis Teissedre, Full Professor, Institute of Vine and Wine, University of Bordeaux (Narrow field – Enology); Dr. Fernando Marín Zamora, Full Professor, Faculty of Enology, Rovira i Virgili University, Tarragona (Narrow field – Enology); and Dr. Stamatina Kallithraka, Full Professor, Department of Food Science and Human Nutrition, Agricultural University of Athens (Narrow field – Enology), hereby submits to the Academic–Scientific Council of the Faculty of Agriculture the following

R E P O R T

1. BASIC INFORMATION ABOUT THE CANDIDATE AND THE DISSERTATION

Basic information about the candidate. Katarina R. Delić was born on 20 December 1992 in Požarevac, Republic of Serbia. She completed the Secondary School of Economics–Trade and Mechanical Engineering in Kučevo, majoring as a Tourism Technician. Upon finishing secondary school, in the 2011/12 academic year she enrolled at the Faculty of Agriculture, University of Belgrade, Department of Fruit Growing and Viticulture. She graduated on 21 March 2016 with a GPA of 9.63, defending her undergraduate thesis in Vine Growing Technology entitled: “Characteristics of Smederevka Clones in the Gornjokarlovacka Wine-Growing Region,” thereby obtaining the professional title of Graduate Agricultural Engineer in Fruit Growing and Viticulture. During her studies she distinguished herself as one of the best students and represented the Faculty of Agriculture, University of Belgrade, on Radio Television of Serbia in the Morning Program feature “Class of 2015.” As a student among the top of her class, she delivered the ceremonial speech on Faculty Day in 2015. After completing her undergraduate studies, she volunteered at the Local Government of the Municipality of Kučevo, Department of Agriculture. During her volunteer service, she independently conducted training for agricultural producers in the Municipality of Kučevo in the fields of fruit growing and viticulture. In addition to volunteering, she was a permanent member of the Office for Local and Economic Development of the Municipality of Kučevo, working on numerous projects in agriculture and infrastructure. She gained experience in administrative–legal tasks, project planning, organization and implementation, financial analysis of projects, risk assessment, as well as market research. In 2017 she became Director of the Agricultural Cooperative “Soare” in Neresnica, encouraging young people to contribute to rural development and remain in rural areas. Within the Cooperative she established a registry service for livestock record-keeping, whereby, after more than a decade, the Municipality of Kučevo again had a registry service on its territory. After establishing the registry service, she left the position of Director in order to further specialize in viticulture and enology. In July 2019 she began working at the PIK Oplenac winery in Topola as a Graduate Engineer and Wine

Production Technologist. In the 2019/20 academic year she enrolled in Master Academic Studies, study program Agriculture, module Fruit Growing and Viticulture, at the Faculty of Agriculture, University of Belgrade. She defended her master's thesis on 11 March 2021, entitled "Economic–Technological Characteristics of Wine Varieties in the Vineyards of the Holy Monastery of Koporin." In the same year the candidate enrolled in a dual doctoral program at the Faculty of Agriculture, University of Belgrade (Department of Food Technology) and at the University of Bordeaux, Institute of Vine and Wine. She was awarded a Government of France scholarship for co-tutelle doctoral studies and the "Dositeja" scholarship of the Fund for Young Talents for studies abroad. The doctorate is conducted under a Co-Tutelle Agreement concluded between the candidate, the University of Belgrade and the University of Bordeaux. In June 2022 she received the title of Junior Research Assistant at the Faculty of Agriculture, University of Belgrade, at the Department of Chemistry and Biochemistry of the Institute of Food Technology.

She has contributed to the field of enology by publishing a book chapter with Springer, a comprehensive review article on anthocyanins in the journal *OENO One*, as well as an original research article in the journal *Foods*. She presented her results through poster presentations at various international conferences and gave an oral presentation at the OIV World Congress of Vine and Wine in October 2024.

She speaks, reads, and writes fluently in English, Russian, and French, and has working knowledge of German and Spanish. She is currently employed as Programs and Projects Associate at the Science Fund of the Republic of Serbia.

Basic information about the dissertation. The dissertation topic was submitted at the Faculty of Agriculture, University of Belgrade, and approved by the Council for the Scientific Field of Biotechnical Sciences by decision No. 61206-441/2-25 dated 11 February 2025. The supervisors of the doctoral dissertation are Prof. Mirjana B. Pešić, Full Professor, Faculty of Agriculture, University of Belgrade, and Prof. Pierre-Louis Teissedre, Full Professor, Institute of Vine and Wine, University of Bordeaux. The doctoral dissertation of Katarina Delić, Master of Agricultural Engineering, entitled "Study of the Mechanism of Interactions Between Anthocyanins of Red Varietal Wines and Proline-Rich Proteins and the Sensory Consequences," was written in accordance with the requirements of the Co-Tutelle Agreement and will be defended at the University of Bordeaux. The dissertation is written in English, totaling 146 pages, of which 133 are numbered. The unnumbered parts of the dissertation are: the title page in English with information about the committee members in accordance with the Co-Tutelle Agreement, pages with acknowledgments, summaries in English, French, and Serbian with keywords, a page with valorization of scientific work, and pages with the table of contents, list of figures, tables and abbreviations. The numbered section of the dissertation contains the following chapters: Introduction (pp. 1–4), Literature Review (pp. 5–30), Materials and Methods (pp. 31–36), Results (pp. 37–90), Conclusions (pp. 91–93), References (pp. 94–115), Supplementary (pp. 116–128), and Author's Biography (p. 129). The chapters Literature Review, Materials and Methods, and Results are divided into several subchapters. The dissertation includes 17 figures and 22 tables. A total of 319 references are cited.

2. SUBJECT AND AIM OF THE DISSERTATION

The aim of this research is to study the mechanisms of interactions between grape skin anthocyanins and salivary (proline-rich) proteins and to determine their influence on the sensory characteristics of wine, primarily the perception of astringency. The goal is to characterize, for the first time, the interactions of anthocyanins from the indigenous Serbian varieties 'Prokupac' and 'Kadarka' with salivary proteins and to compare them with French varieties. In addition, the interactions will be studied using two techniques—liquid chromatography–mass spectrometry and electrophoretic techniques—which, to date, have not been combined in the literature for this purpose.

3. BASIC HYPOTHESES OF THE RESEARCH

The basic hypotheses underlying this doctoral dissertation are as follows:

- The grape skins of the varieties ‘Cabernet Sauvignon,’ ‘Merlot,’ ‘Prokupac,’ and ‘Kadarka’ have different anthocyanin profiles and contents.
- Anthocyanins from the skins of different red grape varieties react differently with salivary proteins.
- Interactions between skin anthocyanins of different red grape varieties influence the perception of various sensations during the sensory evaluation of wines produced from the selected grape varieties.
- The perception of different sensations depends on the type and concentration of anthocyanins in grape skins and in wine.

4. BRIEF DESCRIPTION OF THE DISSERTATION CONTENT

Introduction. The introductory chapter is based on the subject of the doctoral research. It discusses the distribution, biochemical structure, and significance of anthocyanins as polyphenolic bioactive components, and their importance for the technology, quality, and sensory perception of red wines. Their relevance to human health—such as antioxidant, anticancer, antifungal, and other properties—is emphasized. The mechanism of interactions between tannins and salivary proteins, which are responsible for the development of astringency, is highlighted. A parallel is drawn between their influence and that of anthocyanins, and the biochemical structure of the proteins (proline-rich proteins) responsible for interactions with tannins is clearly explained. The types of interactions that occur between tannins and proline-rich proteins are listed, with parallels drawn to the potential interactions between anthocyanins and salivary proteins and their influence on the development of astringency. The reasons and examples of new research that include anthocyanins as potential polyphenols of red wines that react with salivary proteins causing the development of astringency are presented. The research objectives are listed at the end of the introduction.

Literature Review. In this chapter, the candidate covers the literature related to the dissertation topic and groups it into three subchapters with several subsections. In the first subchapter (Grape and wine anthocyanins), the candidate addresses the biochemical structure of anthocyanins and polyphenols of red grapes and red wine, anthocyanin biosynthesis, transformations of anthocyanins during red wine production and aging, flavan-3-ols and procyanidins of red grapes and red wine, the biochemical interactions of anthocyanins and procyanidins in red wines, as well as the analytical techniques for extraction, separation, purification, identification, and quantification used in researching anthocyanins and procyanidins. The second subchapter (Salivary proteins) reviews the biochemical structure of salivary proteins and the sensory perception of red wines, the development of astringency perception during red wine tasting, and potential mechanisms of interaction between anthocyanins and salivary proteins.

In the third subchapter (Analytical techniques for investigating grape/wine anthocyanin–salivary protein interactions), the analytical techniques applied to study interactions between anthocyanins and salivary proteins are listed.

Materials and Methods. This chapter is divided into seven subchapters with several subsections. The first subchapter (Wine, skin and seed samples for UHPLC Q-ToF MS characterization) includes the rationale and methodology for preparing wines, skins, and seeds of the varieties Prokupac, Kadarka, Cabernet Sauvignon, and Merlot for characterization on the UHPLC Q-ToF MS instrument, characterization of anthocyanins and proanthocyanidins on an HPLC instrument, as well as the origin of grapes and wines. The second subchapter (Preparation of saliva sample) details the procedure for collecting and preparing saliva samples for the study. The third subchapter (Saliva test) describes in detail the methodology for preparing saliva matrices and old and young wines, as well as seed and skin extracts of the aforementioned varieties. The fourth subchapter (Untargeted and targeted UHPLC Q-ToF MS analysis) describes the targeted and untargeted analyses on the UHPLC Q-ToF MS instrument. The fifth chapter (Electrophoretic analysis) describes the electrophoretic analysis method performed under

reducing conditions. The sixth chapter (Sensorial analysis of young and aged 'Prokupac', 'Cabernet Sauvignon' and 'Merlot' wines) provides a detailed description of the methodology of sensory analysis of young and aged wines. In the final, seventh subchapter (Statistical analysis), the statistical tests and software used for data processing are described.

Results and Discussion. The author presents the research results in seven subchapters with several subsections. The results are shown clearly, concisely, and systematically through textual analysis, figures, and tables, while the discussion is given together with comparisons to the results of relevant studies in fields related to the dissertation topic. In the first subchapter (Characterization and semi-quantification of phenolic compounds of 'Prokupac' and 'Kadarka' grape skin and seed) it is shown that phenolic profiles depend on grape variety and plant tissue. Grape skins contain a greater number and diversity of anthocyanins, while seeds are richer in catechins and procyanidins. The results are consistent with previous studies indicating that varietal and tissue differences significantly influence the quality of potential wine. Semi-quantification provided insight into the relative concentrations of these compounds and formed the basis for subsequent analysis of their biochemical activity and impact on sensory characteristics. The second subchapter (Binding affinity of salivary proteins for selected anthocyanins and flavan-3-ols/procyanidins derived from grape skin and seed) emphasizes that different classes of phenolic compounds exhibit different binding affinities for salivary proteins, which is essential for understanding the mechanism of astringency. Anthocyanins show moderate binding ability, whereas procyanidins and flavan-3-ols are significantly more active in interacting with proteins. These results are consistent with previous work highlighting the role of procyanidins in eliciting astringency. In the third subchapter (LC/MS quantification of anthocyanins and proanthocyanidins in various indigenous and international wines) LC/MS analysis enabled precise quantification of anthocyanins and procyanidins in a broad range of wines. It was shown that authentic wines of indigenous varieties have specific phenolic profiles that can distinguish them from international varieties. This may be important for wine authenticity control and the protection of geographical origin. In the fourth subchapter (Untargeted UHPLC Q-ToF MS profile of young and aged wines from indigenous and international grape varieties), untargeted analysis provided broad characterization of the polyphenolic profiles of wines, including the appearance of secondary and derivative compounds formed during aging. It was observed that wine aging leads to polymerization and the formation of more stable pigments, in line with expected chemical transformations during maturation. The fifth subchapter (Procyanidins and anthocyanins in young wine of different indigenous and international grape varieties: Evaluation of their reactivity toward salivary proteins) demonstrates that the reactivity of phenolic compounds varies depending on the variety and concentration, directly affecting the intensity and quality of astringency. This finding is consistent with the theory that astringency is multifactorial and depends on the biochemical complexity of wine.

The sixth subchapter (Procyanidins and anthocyanins in young and aged 'Prokupac' wines: Evaluation of their reactivity towards salivary proteins) is divided into several sections. It was determined that aging reduces free anthocyanins and increases complex pigments, which changes their reactivity toward salivary proteins. In young wine the reactivity is more pronounced, whereas in aged wine stabilization occurs and direct interaction with proteins decreases. These results have significant implications for understanding the development of sensory characteristics of wine during aging. The seventh subchapter (Sensory analysis) indicates that chemical differences in phenolic profiles are directly reflected in the sensory perceptions of wines, especially regarding astringency, bitterness, and overall tannin quality. The panelists recognized differences between young and aged wines, as well as between indigenous and international varieties. These results support the conclusions of the analytical section and highlight the importance of integrating instrumental and sensory methods.

Conclusions. This chapter summarizes the research results and derives relevant conclusions. The research focused on studying the interactions of anthocyanins and flavan-3-ols (procyanidins) from grapes and wines with salivary proteins, as well as their influence on the phenomenon of astringency. The applied methodology comprised several complementary techniques: targeted and untargeted UHPLC Q-ToF-MS analyses of phenolic compounds in the skins and seeds of the indigenous Serbian grape varieties 'Kadarka' and 'Prokupac,' as well as in young and aged wines ('Prokupac,' 'Cabernet Sauvignon,'

‘Merlot’); LC/MS characterization of phenolic compounds in aged wines; monitoring the binding affinity of phenolic compounds with salivary proteins; SDS-R-PAGE analysis of the interactions of phenolic compounds with salivary proteins; and sensory analysis of young and aged wines. The results confirmed that anthocyanins are predominantly located in the grape skin, with certain qualitative and quantitative variations between varieties. In contrast, seeds primarily contained flavan-3-ols and procyanidins, as well as other seed-characteristic phenolic compounds. It was established that young wines have significantly higher amounts of free anthocyanins and monomeric flavan-3-ols, while aged wines contain more polymerized tannins, procyanidins, and complex pigments, with a markedly reduced proportion of free anthocyanins. Regarding interactions with salivary proteins, the results showed that anthocyanins form soluble aggregates with proteins, but with a limited effect on the development of astringency. Their binding affinity depends on content and composition, but is considerably lower compared to flavan-3-ols and procyanidins. By contrast, flavan-3-ols and procyanidins exhibited a much higher affinity and form insoluble complexes with salivary proteins, as a consequence of their polymerization, higher molecular masses, and greater surface charge. Such complexes have a direct role in the onset and intensity of astringency. In addition, it was indicated that anthocyanins may indirectly influence these processes through co-pigmentation with flavan-3-ols, but to a negligible extent, which requires further research. This study contributed to expanding scientific knowledge by applying a structured and multilayered methodological approach that integrated controlled systems (extracts) and real systems (wines). In this way, foundations were laid for new directions in the study of red wine astringency. Nevertheless, certain limitations were noted that leave room for future research—primarily the complexity of interactions between anthocyanins and salivary proteins, limitations of the applied methods, the influence of the wine matrix, and variability in sensory perceptions. Further development of advanced analytical techniques, integration of *in vivo* and *in vitro* studies, examination of the role of anthocyanin derivatives, and standardization of sensory protocols are necessary steps in this direction.

References. The dissertation correctly cites 319 literature sources. The selection of references is current and appropriate to the subject of the doctoral study.

Supplementary. The supplementary includes results that complement the main research, including the characteristics of the wine samples (varieties, vintages, wine region and geographical zone), as well as detailed identification and quantification of anthocyanins in skins and flavan-3-ols/procyanidins in seeds. The parameters of the standard equations for quantification are presented, as is the untargeted phenolic profile of young and aged ‘Prokupac’ wine, which enables monitoring transformations during aging. The composition of salivary proteins and the results of one-way and two-way ANOVA analyses of sensory parameters enabled a reliable interpretation of phenol/protein interactions. Sensory analysis (Buxbaum method and graphical presentations) confirmed statistically significant differences in acidity, bitterness, astringency, and tannin quality between young and aged wines of different varieties. In addition, Figures S1–S4 graphically present the results of the sensory analysis of young and aged wines of different varieties for acidity, bitterness, astringency, and tannin quality, thus visually confirming the statistical findings.

5. ACHIEVED RESULTS AND SCIENTIFIC CONTRIBUTION OF THE DISSERTATION

Through the realization of this dissertation, the phenolic profiles of indigenous and international grape varieties and wines, their interactions with salivary proteins, and their influence on the onset and perception of astringency were examined in detail, demonstrating that anthocyanins, although exhibiting limited binding affinity and forming soluble aggregates with proteins, have a secondary and indirect role in this phenomenon, whereas flavan-3-ols and procyanidins are recognized as the main carriers of astringency due to their high affinity and ability to form insoluble complexes. The methodological integration of targeted and untargeted analytical techniques, *in vitro* and *in vivo* systems, as well as sensory analyses, represents a significant scientific contribution, as it opens new avenues for research into the multifactorial character of red wine astringency and lays the groundwork for practical applications in optimizing wine quality and authenticity.

6. PUBLISHED AND PRESENTED RESULTS

In collaboration with other authors, the candidate has published one research article related to the dissertation in an international journal of exceptional standing (M21a), which qualifies the candidate for the defense of the doctoral dissertation:

1. **Delić, K.**, Milinčić, D. D., Petrović, A. V., Stanojević, S. P., Gancel, A-L., Jourdes, M., Pešić, M. B., & Teissedre, P-L. (2025). Procyanidins and Anthocyanins in Young and Aged Prokupac Wines: Evaluation of Their Reactivity Toward Salivary Proteins. *Foods*, 14, 1780. <https://doi.org/10.3390/foods14101780>

as well as one chapter in a prominent international monograph (M13):

2. **Delić, K.**, Payan, C., Aleksovykh, V., Jouin, A., Vignault, A., Chira, K., Jourdes, M., & Teissedre, P-L. (2023). Wine Phenolic Compounds: Chemistry and Biological Properties. Springer Nature Switzerland AG 2023. In J.-M. Mérillon et al. (Eds.), *Natural Products in Beverages*, Reference Series in Phytochemistry, 1–47. https://doi.org/10.1007/978-3-031-04195-2_218-1

and a research article published in an international journal (M23):

3. **Delić, K.**, Milinčić, D. D., Pešić, M. B., Lević, S., Nedović, V. A., Gancel, A-L., Jourdes, M., & Teissedre, P-L. (2024). Grape, wine and pomace anthocyanins: winemaking biochemical transformations, application and potential benefits. *OENO One*, 58(4). <https://doi.org/10.20870/oeno-one.2024.58.4.8039>

In addition, five conference communications related to the dissertation were published (abstracts from international conferences – M34):

4. **Delić, K.**, Milinčić, D., Salević, A., Pešić, M., & Nedović, V. (2022). Micro and nano-encapsulation of anthocyanins and its application in food technology, Belgrade, 1st European Symposium on Phytochemicals in Medicine and Food, 7–9 September 2022, Belgrade, Serbia. Poster.
5. **Delić, K.**, Miramont, C., Jourdes, M., Waffo Teguo, P., Gancel, A-L., Teissedre, P-L. (2022). Extraction and fractionation of acetylated and p-coumaroylated anthocyanins from grape skin using CPC method. 43rd World Congress of Vine and Wine, 31 October–4 November 2022, Ensenada, Mexico.
6. **Delić, K.**, Jourdes, M., Gancel, A-L., Milinčić, D., Pešić, M., & Teissedre, P-L. (2023). Identification and quantification of phenolic compounds of Serbian red wines, 44th World Congress of Vine and Wine and the 21st General Assembly of the International Organisation of Vine and Wine (OIV), 5–9 June 2023, Cádiz and Jerez de la Frontera, Spain.
7. **Delić, K.**, Jourdes, M., Gancel, A-L., Milinčić, D., & Teissedre, P-L. (2023). Identification and levels of phenolic compounds (tannins, anthocyanins) in red varietal wines (Prokupac and Black Tamjanika) from Serbia, OENO-Macrowine 2023, 10–13 July 2023, Bordeaux, France.
8. **Delić, K. R.**, Milinčić, D. D., Jourdes, M., Pešić, M. B., & Teissedre, P-L. (2024). Chemical affinity and binding capacity between pre-purified Cabernet Sauvignon/Merlot anthocyanins and

salivary proteins monitored by UHPLC Q-ToF MS analysis, 45th World Congress of Vine and Wine (OIV), 14–18 October, Dijon, France.

7. CONCLUSION AND PROPOSAL

Based on the analysis of the doctoral dissertation entitled “Study of the Mechanism of Interactions Between Anthocyanins of Red Varietal Wines and Proline-Rich Proteins and the Sensory Consequences,” submitted by Katarina Delić, Master of Agricultural Engineering, the Commission considers that the dissertation has been completed in accordance with the approved topic and represents an original and independent scientific work. In the Introduction and Literature Review, the author thoroughly analyzed the literature related to the study of mechanisms of interactions between red wine anthocyanins and tannins and proline-rich salivary proteins. Based on the literature review, the subject and objectives of the doctoral research were properly defined and set, and the research program was well designed. The methods applied in the experimental part are modern and reliable, and the results are clearly presented, properly analyzed, and compared with the results of other authors. The conclusions were correctly derived from the results. The scientific contribution of the dissertation lies in the comprehensive examination of phenolic compounds of indigenous and international grape varieties and wines, their characterization, quantification, and monitoring during the aging process, as well as in the detailed analysis of the reactivity of anthocyanins and tannins (procyanidins) with salivary proteins and their impact on astringency. Modern analytical techniques were applied (targeted and untargeted UHPLC-Q-ToF-MS, LC/MS), a biochemical method (SDS-R-PAGE), and sensory analysis, whereby the limited role of anthocyanins in the development of astringency was systematically confirmed for the first time and the primary role of flavan-3-ols and procyanidins was emphasized representing a new scientific contribution to understanding the multifactorial mechanism of astringency and providing a basis for future research and practical application in wine technology and quality improvement.

In view of the quality, scope, and scientific contribution of the achieved and presented results, the Commission proposes that the Academic–Scientific Council of the Faculty of Agriculture, University of Belgrade, positively evaluate and accept this Report together with the submitted dissertation by the candidate Katarina DeliĆ, Master of Agricultural Engineering, entitled: “Study of the Mechanism of Interactions Between Anthocyanins of Red Varietal Wines and Proline-Rich Proteins and the Sensory Consequences,” and that, after completion of the prescribed procedures, the candidate be allowed to publicly defend the doctoral dissertation before the Commission in the same composition.

Belgrade – Zemun

Date: 25 September 2025

Members of the Commission:

Dr. Aleksandar Kostić, Associate Professor
Faculty of Agriculture, University of Belgrade
Primary scientific field: Chemistry

Dr. Danijel Milinčić, Senior Research Associate
Faculty of Agriculture, University of Belgrade
Field: Natural and Mathematical Sciences, Chemical Sciences

Dr. Ivana Karabegović, Full Professor
Faculty of Technology in Leskovac, University of Niš
Primary scientific field: Food Technologies and Biotechnology

Dr. Pierre-Louis Teissedre, Full Professor
Institute of Vine and Wine, University of Bordeaux
Primary scientific field: Enology

Dr. Fernando Marín Zamora, Full Professor
Faculty of Enology, Rovira and Virgili University, Tarragona
Primary scientific field: Enology

Dr. Stamatina Kallithraka, Full Professor
Department of Food Science and Human Nutrition, Agricultural University of Athens
Primary scientific field: Enology

Assessment of the Report on the Plagiarism/Originality Check of the Doctoral Dissertation

Pursuant to the Rulebook on the procedure for verifying the originality of doctoral dissertations defended at the University of Belgrade, and based on the findings in the iThenticate report used to check the originality of the doctoral dissertation “Study of the Mechanism of Interactions Between Anthocyanins of Red Varietal Wines and Proline-Rich Proteins and the Sensory Consequences,” by author Katarina Delić, I state that the established text similarity amounts to 21%. This level of similarity is a consequence of bibliographic data on the literature used, so-called commonplaces and data, names of instruments, manufacturers and chemical compounds, as well as previously published results of the doctoral candidate’s research arising from the dissertation, which is in accordance with Article 9 of the Rulebook.

On the basis of all the above, and in accordance with Article 8, paragraph 2 of the Rulebook on the procedure for verifying the originality of doctoral dissertations defended at the University of Belgrade, I declare that the report indicates the originality of the doctoral dissertation, and that the prescribed procedure for preparation for its defense may continue.

Belgrade, 25 September 2025

Supervisors

Prof. Mirjana Pešić

Prof. Pierre-Louis Teissedre

**FACULTÉ D'AGRONOMIE
UNIVERSITÉ DE BELGRADE**

Date: 25 septembre 2025

Objet: Rapport de la Commission d'évaluation de la thèse de doctorat de Katarina R. Delić, Master en génie agricole.

Par décision du Conseil scientifique et pédagogique de la Faculté d'Agronomie de l'Université de Belgrade, n° 32/10-6.3. du 24.09.2025., nous avons été nommés membres de la Commission chargée d'évaluer la thèse de doctorat intitulée : « Étude du mécanisme des interactions entre les anthocyanes des vins rouges de cépage et les protéines riches en proline et de leurs conséquences sensorielles », présentée par la candidate Katarina R. Delić, Master en génie agricole.

La Commission, composée de: Dr Aleksandar Kostić, Professeur associé, Faculté d'Agronomie, Université de Belgrade (Domaine restreint – Chimie); Dr Danijel Milinčić, Chercheur principal, Faculté d'Agronomie, Université de Belgrade (Domaine – Sciences naturelles et mathématiques, Sciences chimiques); Dr Ivana Karabegović, Professeure des universités, Faculté de Technologie de Leskovac, Université de Niš (Domaine restreint – Technologies alimentaires et biotechnologie); Dr Pierre-Louis Teissedre, Professeur des universités, Institut de la Vigne et du Vin, Université de Bordeaux (Domaine restreint – Œnologie); Dr Fernando Marín Zamora, Professeur des universités, Faculté d'Œnologie, Université Rovira i Virgili, Tarragone (Domaine restreint – Œnologie); et Dr Stamatina Kallithraka, Professeure des universités, Département des sciences des aliments et de la nutrition humaine, Université agricole d'Athènes (Domaine restreint – Œnologie), soumet au Conseil scientifique et pédagogique de la Faculté d'Agronomie le

R A P P O R T

1. RENSEIGNEMENTS DE BASE SUR LA CANDIDATE ET LA THÈSE

Renseignements sur la candidate. Katarina R. Delić est née le 20 décembre 1992 à Požarevac, République de Serbie. Elle a terminé l'École secondaire d'économie-commerce et de génie mécanique à Kučevo, spécialité technicienne en tourisme. À l'issue de ses études secondaires, elle s'inscrit en 2011/2012 à la Faculté d'Agronomie de l'Université de Belgrade, Département d'arboriculture fruitière et de viticulture.

Elle est diplômée le 21 mars 2016 avec une moyenne générale de 9,63, après avoir soutenu un mémoire de licence en technologie de la vigne intitulé : « Caractéristiques des clones de Smederevka dans la région viticole de Grocka », obtenant ainsi le titre d'Ingénieure agronome en arboriculture fruitière et viticulture. Au cours de ses études, elle s'est distinguée parmi les meilleurs étudiants et a représenté la Faculté d'Agronomie de l'Université de Belgrade à la Radio-télévision de Serbie, dans la rubrique de l'émission du matin intitulée « Promotion 2015 ». En tant qu'étudiante de tête de promotion, elle a prononcé le discours solennel lors de la Journée de la Faculté en 2015.

Après la licence, elle a été volontaire auprès de l'Administration locale de la municipalité de Kučevo, Département de l'agriculture. Pendant ce volontariat, elle a mené de manière autonome des formations pour les producteurs agricoles de la municipalité de Kučevo dans les domaines de l'arboriculture fruitière et de la viticulture. Parallèlement, elle a été membre permanent du Bureau du développement local et économique de la municipalité de Kučevo, travaillant sur de nombreux projets dans l'agriculture et les infrastructures. Elle a acquis une expérience en tâches administratives et juridiques, en planification, organisation et réalisation de projets, en analyse financière de projets, en évaluation des risques, ainsi qu'en études de marché. En 2017, elle devient Directrice de la Coopérative agricole « Soare » à Neresnica, encourageant les jeunes à contribuer au développement rural et à rester en milieu rural. Au sein de la Coopérative, elle a créé un service d'état civil pour l'enregistrement zootechnique; ainsi, après plus d'une décennie, la municipalité de Kučevo retrouvait un tel service sur son territoire. Après la mise en place de ce service, elle quitte le poste de Directrice pour se perfectionner en viticulture et en œnologie. En juillet 2019, elle commence à travailler à la cave PIK Oplenac à Topola en tant

qu'ingénieure agronome en viticulture et technologiste de la production de vin.

En 2019/2020, elle s'inscrit en Master académique (programme Agriculture, module Arboriculture fruitière et viticulture) à la Faculté d'Agronomie de l'Université de Belgrade. Elle soutient son mémoire de master le 11 mars 2021, intitulé « Caractéristiques éconómico-technologiques des cépages dans les vignobles du monastère de Koporin ». La même année, elle s'inscrit en doctorat en cotutelle à la Faculté d'Agronomie de l'Université de Belgrade (Département de technologie alimentaire) et à l'Université de Bordeaux (Institut de la vigne et du vin). Elle est lauréate d'une bourse du Gouvernement français pour une thèse en cotutelle et de la bourse « Dositeja » du Fonds pour les jeunes talents pour des études à l'étranger. Le doctorat est mené dans le cadre d'une convention de cotutelle conclue entre la candidate, l'Université de Belgrade et l'Université de Bordeaux. En juin 2022, elle obtient le titre de Attachée de recherche (Junior Research Assistant) à la Faculté d'Agronomie de l'Université de Belgrade, au Département de chimie et de biochimie de l'Institut de technologie alimentaire.

Elle a contribué au domaine de l'œnologie par la publication d'un chapitre d'ouvrage chez Springer, d'un article de synthèse approfondi sur les anthocyanes dans la revue *OENO One*, ainsi que d'un article de recherche original dans la revue *Foods*. Elle a présenté ses résultats sous forme de posters lors de diverses conférences internationales et a donné une communication orale au Congrès mondial de la vigne et du vin (OIV) en octobre 2024.

Elle parle, lit et écrit couramment l'anglais, le russe et le français, et possède une connaissance professionnelle de l'allemand et de l'espagnol. Elle est actuellement chargée de programmes et projets au Fonds pour la science de la République de Serbie.

Renseignements sur la thèse. Le sujet de thèse a été déposé à la Faculté d'Agronomie de l'Université de Belgrade et approuvé par le Conseil de la discipline des sciences biotechnologiques, décision n° 61206-441/2-25 du 11 février 2025. Les directeurs de thèse sont la professeure Mirjana B. Pešić (Faculté d'Agronomie, Université de Belgrade) et le professeur Pierre-Louis Teissedre (Institut de la vigne et du vin, Université de Bordeaux). La thèse de doctorat de Katarina Delić, Master en génie agricole, intitulée « Étude du mécanisme des interactions entre les anthocyanes des vins rouges de cépage et les protéines riches en proline et de leurs conséquences sensorielles », a été rédigée conformément à la convention de cotutelle et sera soutenue à l'Université de Bordeaux. La thèse est rédigée en anglais, et compte 146 pages, dont 133 numérotées. Les parties non numérotées comprennent : la page de titre en anglais avec les informations sur les membres du jury selon la convention de cotutelle, les pages de remerciements, les résumés en anglais, français et serbe avec mots-clés, une page de valorisation du travail scientifique, et les pages contenant la table des matières, les listes des figures, des tableaux et des abréviations. La partie numérotée comprend : Introduction (pp. 1–4), Revue de la littérature (pp. 5–30), Matériels et méthodes (pp. 31–36), Résultats (pp. 37–90), Conclusions (pp. 91–93), Références (pp. 94–115), Annexes (pp. 116–128) et Biographie de l'auteure (p. 129). Les chapitres Revue de la littérature, Matériels et méthodes et Résultats sont subdivisés en plusieurs sous-chapitres. La thèse comporte 17 figures et 22 tableaux. Au total, 319 références sont citées.

2. OBJET ET BUT DE LA THÈSE

Le but de cette recherche est d'étudier les mécanismes d'interaction entre les anthocyanes de pellicule de raisin et les protéines salivaires (riches en proline), et de déterminer leur influence sur les caractéristiques sensorielles du vin, en particulier la perception de l'astringence. L'objectif est de caractériser, pour la première fois, les interactions des anthocyanes des cépages autochtones serbes « Prokupac » et « Kadarka » avec les protéines salivaires, et de les comparer à des cépages français. En outre, ces interactions seront étudiées à l'aide de deux techniques, la chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse et des techniques électrophorétiques, qui n'ont pas encore été combinées à cette fin dans la littérature.

3. HYPOTHÈSES DE BASE DE LA RECHERCHE

Les hypothèses de départ de cette thèse de doctorat sont les suivantes :

Les pellicules des cépages « Cabernet Sauvignon », « Merlot », « Prokupac » et « Kadarka » présentent des profils et des teneurs en anthocyanes distincts.

Les anthocyanes des pellicules de différents cépages rouges réagissent différemment avec les protéines salivaires.

Les interactions entre les anthocyanes de pellicule de divers cépages rouges influencent la perception de différentes sensations lors de l'évaluation sensorielle des vins issus des cépages sélectionnés.

La perception des différentes sensations dépend du type et de la concentration d'anthocyanes dans les pellicules et dans le vin.

4. DESCRIPTIF SYNTHÉTIQUE DU CONTENU DE LA THÈSE

Introduction. Le chapitre introductif est centré sur l'objet de la recherche doctorale. Il traite de la distribution, de la structure biochimique et de l'importance des anthocyanes en tant que composants polyphénoliques bioactifs, ainsi que de leur rôle dans la technologie, la qualité et la perception sensorielle des vins rouges. Leur intérêt pour la santé humaine — propriétés antioxydantes, anticancéreuses, antifongiques, etc. — est souligné. Le mécanisme des interactions entre tanins et protéines salivaires, responsables du développement de l'astringence, est mis en évidence. Un parallèle est établi entre leur influence et celle des anthocyanes ; la structure biochimique des protéines (protéines riches en proline) impliquées dans les interactions avec les tanins est explicitée. Les types d'interactions entre tanins et protéines riches en proline sont listés, avec des parallèles vers les interactions potentielles entre anthocyanes et protéines salivaires et leur impact sur l'astringence. Les motivations et exemples d'études récentes intégrant les anthocyanes comme polyphénols potentiellement réactifs avec les protéines salivaires sont présentés. Les objectifs de la recherche figurent en fin d'introduction.

Revue de la littérature. La candidate regroupe les sources bibliographiques relatives au sujet en trois sous-chapitres comportant plusieurs sous-sections. Dans le premier (Grape and wine anthocyanins), elle traite la structure biochimique des anthocyanes et polyphénols du raisin rouge et du vin rouge, la biosynthèse des anthocyanes, leurs transformations lors de la vinification et du vieillissement, les flavan-3-ols et procyanidines du raisin et du vin rouges, les interactions biochimiques anthocyanes–procyanidines dans les vins rouges, ainsi que les techniques analytiques d'extraction, séparation, purification, identification et quantification. Le second (Salivary proteins) passe en revue la structure biochimique des protéines salivaires et la perception sensorielle des vins rouges, le développement de l'astringence à la dégustation, et les mécanismes d'interaction potentiels anthocyanes–protéines salivaires. Le troisième (Analytical techniques for investigating grape/wine anthocyanin–salivary protein interactions) énumère les techniques analytiques appliquées à l'étude de ces interactions.

Matériels et méthodes. Ce chapitre comporte sept sous-chapitres. Le premier (Wine, skin and seed samples for UHPLC Q-ToF MS characterization) détaille la préparation des vins, pellicules et pépins des cépages Prokupac, Kadarka, Cabernet Sauvignon et Merlot pour la caractérisation par UHPLC Q-ToF MS, la caractérisation des anthocyanes et proanthocyanidines par HPLC, ainsi que l'origine des raisins et des vins. Le second (Preparation of saliva sample) décrit le prélèvement et la préparation des échantillons de salive. Le troisième (Saliva test) décrit la préparation des matrices salivaires et des vins jeunes et vieux, ainsi que des extraits de pellicule et de pépin des cépages mentionnés. Le quatrième (Untargeted and targeted UHPLC Q-ToF MS analysis) décrit les analyses ciblées et non ciblées par UHPLC Q-ToF MS. Le cinquième (Electrophoretic analysis) décrit l'analyse électrophorétique réalisée en conditions réductrices. Le sixième (Sensorial analysis of young and aged 'Prokupac', 'Cabernet Sauvignon' and 'Merlot' wines) précise la méthodologie de l'analyse sensorielle des vins jeunes et vieux. Le septième (Statistical analysis) présente les tests statistiques et les logiciels utilisés.

Résultats et discussion. Les résultats sont présentés en sept sous-chapitres avec plusieurs sous-sections. Ils sont exposés de manière claire, concise et structurée, sous forme de texte, figures et tableaux ; la discussion intègre des comparaisons avec des travaux pertinents du domaine. Dans le premier (Characterization and semi-quantification of phenolic compounds of 'Prokupac' and 'Kadarka' grape skin and seed), il est montré que les profils phénoliques dépendent du cépage et du tissu végétal. Les pellicules présentent un plus grand nombre et une plus grande diversité d'anthocyanes, tandis que les pépins sont plus riches en catéchines et procyanidines. Ces résultats concordent avec la littérature soulignant l'impact des différences variétales et tissulaires sur la qualité potentielle du vin. La semi-quantification a permis

d'apprécier les concentrations relatives de ces composés et a servi de base aux analyses ultérieures de leur activité biochimique et de leur impact sensoriel. Le second (Binding affinity of salivary proteins for selected anthocyanins and flavan-3-ols/procyanidins derived from grape skin and seed) souligne que les différentes classes de phénols affichent des affinités de liaison distinctes envers les protéines salivaires, notion clé pour comprendre l'astringence. Les anthocyanes montrent une capacité de liaison modérée, tandis que les procyanidines et flavan-3-ols interagissent beaucoup plus fortement avec les protéines. Ces observations concordent avec les travaux mettant en avant le rôle des procyanidines dans l'astringence. Dans le troisième (LC/MS quantification of anthocyanins and proanthocyanidins in various indigenous and international wines), la LC/MS a permis une quantification précise des anthocyanes et procyanidines dans un large éventail de vins. Il est montré que les vins authentiques de cépages autochtones présentent des profils phénoliques spécifiques permettant de les distinguer des cépages internationaux ; ceci est pertinent pour le contrôle de l'authenticité et la protection de l'origine géographique. Dans le quatrième (Untargeted UHPLC Q-ToF MS profile of young and aged wines from indigenous and international grape varieties), l'analyse non ciblée fournit une caractérisation étendue des profils polyphénoliques, y compris l'apparition de composés secondaires et dérivés au cours du vieillissement. Il est observé que le vieillissement entraîne une polymérisation et la formation de pigments plus stables, conformément aux transformations chimiques attendues. Le cinquième (Procyanidins and anthocyanins in young wine of different indigenous and international grape varieties: Evaluation of their reactivity toward salivary proteins) montre que la réactivité des phénols varie selon le cépage et la concentration, influençant directement l'intensité et la qualité de l'astringence — résultat conforme au caractère multifactoriel et à la complexité biochimique du vin.

Le sixième (Procyanidins and anthocyanins in young and aged 'Prokupac' wines: Evaluation of their reactivity towards salivary proteins) est subdivisé en plusieurs sections. On constate que le vieillissement diminue les anthocyanes libres et augmente les pigments complexes, modifiant leur réactivité envers les protéines salivaires. Dans les vins jeunes, la réactivité est plus marquée ; dans les vins vieux, une stabilisation survient et l'interaction directe avec les protéines diminue. Ces résultats ont des implications importantes pour la compréhension de l'évolution sensorielle des vins au cours du vieillissement. Le septième (Sensory analysis) indique que les différences chimiques des profils phénoliques se reflètent directement dans la perception sensorielle, notamment en ce qui concerne l'astringence, l'amertume et la qualité globale des tanins. Le panel a distingué les vins jeunes et vieux, ainsi que les cépages autochtones et internationaux. Ces résultats confortent les conclusions analytiques et soulignent l'intérêt d'intégrer méthodes instrumentales et sensorielles.

Conclusions. Ce chapitre récapitule les résultats et en tire des conclusions pertinentes. La recherche portait sur les interactions des anthocyanes et des flavan-3-ols (procyanidines) du raisin et du vin avec les protéines salivaires, ainsi que sur leur influence sur l'astringence. La méthodologie employée a intégré plusieurs techniques complémentaires : analyses ciblées et non ciblées par UHPLC Q-ToF-MS des phénols dans les pellicules et pépins des cépages autochtones serbes « Kadarka » et « Prokupac », ainsi que dans des vins jeunes et vieux (« Prokupac », « Cabernet Sauvignon », « Merlot ») ; caractérisation LC/MS des phénols des vins vieux ; suivi de l'affinité de liaison des phénols avec les protéines salivaires ; analyse SDS-R-PAGE des interactions phénols-protéines salivaires ; et analyse sensorielle des vins jeunes et vieux. Les résultats confirment que les anthocyanes se localisent majoritairement dans la pellicule, avec des variations qualitatives et quantitatives selon le cépage, tandis que les pépins contiennent principalement des flavan-3-ols et des procyanidines, ainsi que d'autres phénols caractéristiques du pépin. Les vins jeunes présentent des teneurs significativement plus élevées en anthocyanes libres et en flavan-3-ols monomères ; les vins vieux contiennent davantage de tanins polymérisés, de procyanidines et de pigments complexes, avec une proportion nettement réduite d'anthocyanes libres. Concernant les interactions avec les protéines salivaires, les anthocyanes forment des agrégats solubles, mais avec un impact limité sur le développement de l'astringence ; leur affinité dépend de la teneur et de la composition, et reste nettement inférieure à celle des flavan-3-ols et des procyanidines. À l'inverse, ces derniers montrent une forte affinité et forment des complexes insolubles avec les protéines salivaires, conséquence de leur polymérisation, de masses moléculaires plus élevées et

d'une surface de charge plus importante ; ces complexes jouent un rôle direct dans l'apparition et l'intensité de l'astringence. Par ailleurs, les anthocyanes peuvent influencer indirectement ces processus via la co-pigmentation avec les flavan-3-ols, mais de façon négligeable, un point à approfondir. L'étude contribue à l'avancée des connaissances par une approche méthodologique structurée et multi-couches, combinant systèmes contrôlés (extraits) et systèmes réels (vins), jetant ainsi les bases de nouvelles pistes d'investigation sur l'astringence des vins rouges. Des limites subsistent: complexité des interactions anthocyanes–protéines salivaires, limites méthodologiques, influence de la matrice du vin, variabilité des perceptions sensorielles; le développement de techniques analytiques avancées, l'intégration d'études in vivo et in vitro, l'examen du rôle des dérivés d'anthocyanes et la standardisation des protocoles sensoriels constituent des étapes nécessaires.

Références. La thèse cite correctement 319 sources bibliographiques, actuelles et pertinentes au sujet étudié.

Annexes. Les annexes comprennent des résultats complétant l'étude principale: caractéristiques des échantillons de vin (cépages, millésimes, région viticole et zone géographique), identification et quantification détaillées des anthocyanes des pellicules et des flavan-3-ols/procyanidines des pépins; paramètres des équations de calibration pour la quantification; profil phénolique non ciblé du « Prokupac » jeune et vieux, permettant le suivi des transformations au vieillissement; composition des protéines salivaires et résultats des ANOVA à un et deux facteurs des paramètres sensoriels, facilitant l'interprétation des interactions phénols–protéines; enfin, les Figures S1–S4 illustrent graphiquement l'analyse sensorielle (acidité, amertume, astringence, qualité des tanins) des vins jeunes et vieux de différents cépages, confirmant visuellement les constats statistiques.

5. RÉSULTATS OBTENUS ET APPORT SCIENTIFIQUE DE LA THÈSE

La réalisation de cette thèse a permis d'examiner en détail les profils phénoliques des cépages et vins autochtones et internationaux, leurs interactions avec les protéines salivaires et leur influence sur l'apparition et la perception de l'astringence, démontrant que les anthocyanes, bien qu'ayant une affinité de liaison limitée et formant des agrégats solubles avec les protéines, jouent un rôle secondaire et indirect, tandis que les flavan-3-ols et procyanidines sont reconnus comme les principaux vecteurs de l'astringence en raison de leur forte affinité et de leur capacité à former des complexes insolubles. L'intégration méthodologique d'analyses ciblées et non ciblées, de systèmes in vitro et in vivo, ainsi que d'analyses sensorielles, constitue un apport scientifique notable, ouvrant de nouvelles voies pour l'étude du caractère multifactoriel de l'astringence des vins rouges et posant les bases d'applications pratiques pour l'optimisation de la qualité et de l'authenticité des vins.

6. RÉSULTATS PUBLIÉS ET PRÉSENTÉS

En collaboration avec d'autres auteurs, la candidate a publié un article lié à la thèse dans une revue internationale de tout premier plan (M21a), la qualifiant pour la soutenance:

1. **Delić, K.,** Milinčić, D. D., Petrović, A. V., Stanojević, S. P., Gancel, A-L., Jourdes, M., Pešić, M. B., & Teissedre, P-L. (2025). Procyanidins and Anthocyanins in Young and Aged Prokupac Wines: Evaluation of Their Reactivity Toward Salivary Proteins. *Foods*, 14, 1780. <https://doi.org/10.3390/foods14101780>

ainsi qu'un chapitre dans une monographie internationale de référence (M13) :

2. **Delić, K.,** Payan, C., Aleksovyč, V., Jouin, A., Vignault, A., Chira, K., Jourdes, M., & Teissedre, P-L. (2023). Wine Phenolic Compounds: Chemistry and Biological Properties. Springer Nature Switzerland AG 2023. Dans J.-M. Mérillon et al. (éds.), *Natural Products in Beverages, Reference Series in Phytochemistry*, 1–47. https://doi.org/10.1007/978-3-031-04195-2_218-1

et un article scientifique publié dans une revue internationale (M23) :

3. **Delić, K.,** Milinčić, D. D., Pešić, M. B., Lević, S., Nedović, V. A., Gancel, A-L., Jourdes, M., & Teissedre, P-L. (2024). Grape, wine and pomace anthocyanins: winemaking biochemical

transformations, application and potential benefits. *OENO One*, 58(4).
<https://doi.org/10.20870/oeno-one.2024.58.4.8039>

En outre, cinq communications liées à la thèse ont été présentées en conférences (résumés de congrès internationaux – M34):

4. **Delić, K.**, Milinčić, D., Salević, A., Pešić, M., & Nedović, V. (2022). Micro and nano-encapsulation of anthocyanins and its application in food technology, Belgrade, 1st European Symposium on Phytochemicals in Medicine and Food, 7–9 septembre 2022, Belgrade, Serbie. Poster.
5. **Delić, K.**, Miramont, C., Jourdes, M., Waffo Tegu, P., Gancel, A-L., Teissedre, P-L. (2022). Extraction and fractionation of acetylated and p-coumaroylated anthocyanins from grape skin using CPC method. 43rd World Congress of Vine and Wine, 31 octobre–4 novembre 2022, Ensenada, Mexique.
6. **Delić, K.**, Jourdes, M., Gancel, A-L., Milinčić, D., Pešić, M., & Teissedre, P-L. (2023). Identification and quantification of phenolic compounds of Serbian red wines, 44th World Congress of Vine and Wine and the 21st General Assembly of the OIV, 5–9 juin 2023, Cadix et Jerez de la Frontera, Espagne.
7. **Delić, K.**, Jourdes, M., Gancel, A-L., Milinčić, D., & Teissedre, P-L. (2023). Identification and levels of phenolic compounds (tannins, anthocyanins) in red varietal wines (Prokupac and Black Tamjanika) from Serbia, OENO-Macrowine 2023, 10–13 juillet 2023, Bordeaux, France.
8. **Delić, K. R.**, Milinčić, D. D., Jourdes, M., Pešić, M. B., & Teissedre, P-L. (2024). Chemical affinity and binding capacity between pre-purified Cabernet Sauvignon/Merlot anthocyanins and salivary proteins monitored by UHPLC Q-ToF MS analysis, 45th World Congress of Vine and Wine (OIV), 14–18 octobre, Dijon, France.

7. CONCLUSION ET PROPOSITION

Au vu de l'analyse de la thèse intitulée « Étude du mécanisme des interactions entre les anthocyanes des vins rouges de cépage et les protéines riches en proline et de leurs conséquences sensorielles », présentée par Katarina Delić, Master en génie agricole, la Commission considère que la thèse a été réalisée conformément au sujet approuvé et constitue un travail scientifique original et autonome. Dans l'Introduction et la Revue de la littérature, l'auteure a analysé de manière approfondie la littérature sur les mécanismes d'interaction entre anthocyanes et tanins des vins rouges et protéines salivaires riches en proline. Sur cette base, l'objet et les objectifs de la recherche ont été correctement définis, et le programme d'étude est bien conçu. Les méthodes appliquées dans la partie expérimentale sont modernes et fiables ; les résultats sont clairement présentés, correctement analysés et comparés à ceux d'autres auteurs. Les conclusions sont tirées à bon escient des résultats. L'apport scientifique de la thèse réside dans l'examen complet des composés phénoliques des cépages et vins autochtones et internationaux, leur caractérisation, quantification et suivi au cours du vieillissement, ainsi que dans l'analyse détaillée de la réactivité des anthocyanes et des tanins (procyanidines) avec les protéines salivaires et de leur impact sur l'astringence. Des techniques analytiques modernes (UHPLC-Q-ToF-MS ciblée et non ciblée, LC/MS), une méthode biochimique (SDS-R-PAGE) et une analyse sensorielle ont été mises en œuvre, permettant de confirmer systématiquement pour la première fois le rôle limité des anthocyanes dans l'astringence et de souligner le rôle primordial des flavan-3-ols et des procyanidines, une contribution nouvelle à la compréhension du mécanisme multifactoriel de l'astringence et une base pour de futures recherches et applications en technologie vitivinicole et en amélioration de la qualité des vins.

Compte tenu de la qualité, de l'ampleur et de l'apport scientifique des résultats obtenus et présentés, la Commission propose que le Conseil scientifique et pédagogique de la Faculté d'Agronomie de l'Université de Belgrade évalue positivement et adopte le présent Rapport, ainsi que la thèse soumise par la candidate Katarina Delić, Master en génie agricole, intitulée: « Étude du mécanisme des interactions entre les anthocyanes des vins rouges de cépage et les protéines riches en proline et de leurs conséquences sensorielles », et qu'après la fin de la procédure réglementaire, la candidate soit autorisée à soutenir publiquement sa thèse devant la Commission dans la même composition.

Belgrade – Zemun

Date: 25 septembre 2025

Membres de la Commission :

Dr Aleksandar Kostić, Professeur associé
Faculté d'Agronomie, Université de Belgrade
Domaine : Chimie

Dr Danijel Milinčić, Chercheur principal
Faculté d'Agronomie, Université de Belgrade
Domaine : Sciences naturelles et mathématiques, Sciences chimiques

Dr Ivana Karabegović, Professeure des universités
Faculté de Technologie de Leskovac, Université de Niš
Domaine : Technologies alimentaires et biotechnologie

Dr Pierre-Louis Teissedre, Professeur des universités
Institut de la Vigne et du Vin, Université de Bordeaux
Domaine : Œnologie

Dr Fernando Marín Zamora, Professeur des universités
Faculté d'Œnologie, Université Rovira i Virgili, Tarragone
Domaine : Œnologie

Dr Stamatina Kallithraka, Professeure des universités
Département des sciences des aliments et de la nutrition humaine, Université agricole d'Athènes
Domaine : Œnologie

Évaluation du rapport de vérification d'originalité de la thèse de doctorat

Conformément au Règlement relatif à la procédure de vérification de l'originalité des thèses de doctorat soutenues à l'Université de Belgrade, et sur la base des résultats du rapport iThenticate utilisé pour vérifier l'originalité de la thèse intitulée « Étude du mécanisme des interactions entre les anthocyanes des vins rouges de cépage et les protéines riches en proline et de leurs conséquences sensorielles », de l'auteure Katarina Delić, je déclare que le taux de similitude constaté s'élève à 21%. Ce niveau de similitude résulte des données bibliographiques des références utilisées, des « lieux communs » et informations générales, des noms d'instruments, de fabricants et de composés chimiques, ainsi que de résultats antérieurement publiés par la doctorante et issus de la thèse, conformément à l'article 9 du Règlement.

Au vu de ce qui précède, et conformément à l'article 8, paragraphe 2, du Règlement relatif à la procédure de vérification de l'originalité des thèses soutenues à l'Université de Belgrade, je déclare que le rapport atteste de l'originalité de la thèse de doctorat, et que la procédure prévue pour sa préparation à la soutenance peut se poursuivre.

Belgrade, le 25 septembre 2025.

Directeurs de these

Prof. Mirjana Pešić

Prof. Pierre-Louis Teissedre