

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA - Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Biologiques
Spécialité : Alimentation et nutrition
Option : Industries laitiers



Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Elaboration d'un fromage frais
enrichi en feuilles de vigne**

Présenté par :

DERGUINI Katia & BOUAMAMA Thaldja

Soutenu le : **20/06/2017**

Devant le jury composé de :

Mme Chougui N.
Mme Guendouze N.
Mme Adrar S.

Présidente
Encadreur
Examinatrice

Année universitaire : 2016/2017

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, nous tenons à remercier le «BON DIEU» le tout puissant de nous avoir accordé patience, courage et volonté afin de réaliser et mener à terme ce modeste travail.

Nous avons l'honneur et le plaisir d'exprimer notre profonde gratitude à M^{me} Guendouze notre promotrice pour avoir accepté de nous encadrer, pour ses remarques, ses conseils et ses orientations.

Les membres de jury d'avoir accepté d'évaluer et d'examiner ce travail.

Nous remercions infiniment l'infographiste Mr Derguini Mohamed, Mokrani Lotfi et Boudraa El Hadi pour leur générosité et leur aide et à toutes personne qui a contribué à la réalisation de ce modeste travail, vraiment un grand merci pour eux.

Katia & Thaldja

DÉDICACES

Au nom d'ALLAH le tout miséricordieux, le très miséricordieux " Gloire à toi nous n'avons de savoir que ce que tu nous as appris, certes c'est toi l'omniscient, le sage " saint Coran. Sourate 2 - Verset 32.

Aux deux êtres qui me sont les plus chers au monde mon père et ma mère à qui je dois le mérite d'être arrivée là, qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude et mon affection.

Que ce travail soit le témoignage sincère et affectueux de ma profonde reconnaissance pour tout ce que vous avez fait pour moi.

A mes chères sœurs : Souad, Sabah, Lynda et Bania.

A mon cher et unique frère Rabah, que dieu le protège.

A mon cher futur mari Aomar et sa famille.

A ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour

A ceux qui m'ont encouragé et soutenue dans les moments les plus difficiles

J'adresse aussi mes dédicaces à mes amies avec qui j'ai passé des moments agréables, en particulier à: Khaoukha, Zina, Aida, Hayat, Sara, Rima, Hakima, Lydia, Aazza (Nabila), Hafsa, Fouzia, Nora, Nacira, Asma, Kenza ...

A mon collègue Thaldja pour sa patience et à toute sa famille.

A tous les étudiants de la promotion IL (2017).

KATIA

DÉDICACES

Au terme de toutes ces années d'étude je dédie ce modeste travail en signe de respect et de remerciement

A ceux qui ont donné un sens pour mon existence, qui mon soutenu jours et nuit durant tout mon parcours.

A vous mes chères et adorables parents.

A tous ceux avec qui j'ai partagé les plus beaux moments de ma vie

A mes chères frères : Salim et Mohammed.

A mes chères copines : Kenza, Fatima et Aicha.

A mes chères amies : Asma, Hafsa, Nora, Fouzia, Maria, Sara, Rima, Zina, Khoukha, Nacera...

A mon collègue Katia pour sa patience, avec qui j'ai partagé les moments de ce travail et à toute sa famille.

A tout la promotion Industrie Laitière (2017).

THALDJA

Table des matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction.....1

Partie théorique

Chapitre I : Le Fromage

I.1.Historique2

I.2.Définition 2

I.3.Différents types de fromages2

I.4.Fromage frais3

I.4.1.Définition3

I.4.2.Composition et valeur énergétique3

I.5. Technologie de fabrication du fromage.....4

I.5.1.Réception et traitement du lait4

I.5.2.Pasteurisation4

I.5.3.Coagulation du lait.....4

I.5.3.1. Coagulation par voie enzymatique (présure)5

I.5.3.2.Coagulation par voie acide (fermentation lactique)5

I.5.4.Egouttage5

I.5.5. Salage5

I.5.6.Moulage	5
I.5.7.Affinage ou maturation	5
I.5.8. Conditionnement et conservation	6

Chapitre II : Généralités sur la vigne

II.1.Description botanique	7
II.2.Classification et systématique	7
II.3.Habitat et distribution géographique	9
II.4. Composition biochimique et valeur énergétique	9
II.5. Utilisation	9

Partie pratique

Chapitre I : Matériel et méthodes

I.1. Matériel	10
I.1. 1. Description du matériel végétal	10
I.1.2 Récolte des échantillons	10
I.2. Méthodes	10
I.2.1. Fabrication du fromage	11
I.2.2. Analyses physico-chimiques	12
I.2.2.1. Détermination de l'humidité	12
I.2.2.2. Détermination du Ph	12

I.2.2.3. Mesure de l'acidité titrable	12
I.2.2.4. Détermination de la teneur en matière grasse	13
I.2.2.5. Dosage des protéines brutes	13
I.2.2.6. Détermination de la teneur en cendres	15
I.2.3. Analyses phytochimiques	16
I.2.3.1. Extraction	16
I.2.3.2. Dosage des polyphénols totaux	16
I.2.3.3. Dosage des tanins	17
I.2.4. Détermination de l'activité antioxydante	17
I.2.4.1. Test au DPPH'	17
I.2.4.2. Test au molybdate d'ammonium	18
I.2.5. Analyses microbiologiques	18
I.2.5.1. Recherche et dénombrement de micro-organisme	18
I.2.5.2. Recherche d'antibiotiques dans le lait cru	19
I.2.5. Analyses sensorielles	19
I.2.6. Analyse statistique	20

Chapitre II : Résultats et discussion

II.1. Propriétés physico-chimiques ..	21
II.1.1. Teneur en humidité	21
II.1.2. pH et acidité	22
II.1.3. Teneur en matière grasse	23
II.1.4. Taux en protéines brutes	23
II.1.5. Teneur en cendres	23
II. 2. Étude phytochimique	24
II.2.1. Teneur en composés polyphénoliques	24

II.2.2. Teneur en tanins totaux	25
II.3. Activité antioxydante	26
II.3.1. Test au DPPH*	27
II.3.2. Pouvoir réducteur	29
II.4. Analyses microbiologiques	30
II.4.1. Nombre de micro-organismes	30
II.4.2. Test d'antibiotique	31
II.5. Analyses sensorielles	32
II.5.1. Test du plan d'expériences	32
II.5.2. Caractérisation du produit	33
II.5.2.1. Pouvoir discriminant par descripteur	33
II.5.2.2. Coefficients des modèles	34
II.5.2.3. Moyennes ajustées par produit	35
II.5.2.4. Cartographie des préférences (Préférence MAPING)	36

Conclusion	40
-------------------------	----

Références bibliographiques

Annexes

Numéro du tableau	Titre des tableaux	Numéro de page
I	Composition moyenne pour 100g de fromage frais (petit suisse)	3
II	Systématique de <i>Vitis vinifera</i>	8
III	Analyses microbiologiques du lait et des fromages	18
IV	Résultats de la teneur en eau des différents échantillons	21
V	Résultats de la mesure du PH et de l'acidité	22
VI	Résultats du taux de cendres	23
VII	Résultats des analyses microbiologiques des différents échantillons	31
VIII	Evaluation du Plan d'expérience	33
IX	Moyen ajusté par produit	35
X	Objet classés par ordre croissant par ordre de préférence	38
XI	Pourcentage de juges satisfaits pour chaque objet	38

Liste des tableaux en annexe

Annexes	Titre des tableaux
II.2	Pouvoir discriminant par descripteur
II.4	Barycentres des classes

Numéro de la figure	Titre de la figure	Numéro de la page
1	Schéma général de la technologie de fabrication des fromages frais	6
2	Photographie de <i>Vitis vinifera</i> .L	7
3	Division du genre <i>Vitis</i>	8
4	Photographie des feuilles de vigne ((A) : Fraiche, (B) : Séchée)	10
5	Diagramme de fabrication d'un fromage frais	11
6	Teneur en polyphénols totaux dans les feuilles de vigne et dans le fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne	24
7	Teneur en tanins dans les feuilles de vigne et dans le fromage enrichi avec les feuilles de vigne	26
8	Activité anti radicalaire du DPPH*	27
9	Histogramme des résultats des IC ₅₀ pour l'acide gallique, les feuilles de vigne et le fromage enrichi avec les feuilles de vigne hachées	28
10	Pouvoir réducteurs <i>Vitis vinifera</i> par le phosphomolybdate d'ammonium	29
11	Pouvoir réducteurs de l'extrait de fromage enrichi avec les feuilles de vigne par le phosphomolybdate d'ammonium	30
12	Résultats du test de la recherche d'antibiotiques dans le lait cru	31
13	Pouvoir discriminant par descripteur	33
14	Histogrammes montrant les coefficients des modèles d'échantillons des fromages B et F	34
15	Corrélation entre variables/ facteurs et coordonnées des observations	37
16	Profil des classes créées	38
17	Courbes de niveau et carte des préférences	39

Liste des figures en annexe

Annexes	Titre de la figure
I	Courbes d'étalonnage de dosage des différents composés phénoliques
II.1	Questionnaire d'évaluation sensorielle de six types de fromage frais enrichis
II.3	Coefficient des modèles de fromage

Liste des abréviations

Liste des abréviations

- **A.F.N.O.R** : L'Association française de normalisation.
- **BSA**: Sérum Albumine Bovine.
- **DPPH** : 1,1- Diphényl-2-Picrylhydrazyl.
- **EAG**: Equivalent Acide Gallique.
- **EAT** : Equivalent Acide Tannique.
- **F.A.O** : Food and Agriculture Organisation
- **FTAM** : Flore Totale Aérobie Mésophile
- **IC₅₀** : Concentration d'Extrait inhibant 50% de radicaux
- **J.O.R.A** : journal officiel de la république algérienne
- **MF** : Matière Fraiche
- **MS** : Matière Sèche
- **O.I.V** : Organisation International de la Vigne et du Vin
- **PCA** : Plate Count Agar ;
- **pH** Potentiel Hydrogène.
- **SCA** : Sabouraud au chloramphénicol Agar.
- **SDS**: Sodium Dodesyl Sulfate
- **TEA**: Triéthanolamine
- **UFC** : Unité Formant Colonies
- **VF** : Viande Foie ;
- **VRBL** : Gélose Biliée au Cristal Violet et au Rouge neutre ;

Introduction

Les fromages constituent une forme ancestrale de conservation des protéines, de la matière grasse, ainsi que d'une partie de calcium et de phosphore, dont les qualités nutritionnelles et organoleptiques sont appréciées par l'Homme dans presque toutes les régions du globe (**Mahaut et al, 2000**).

Selon la nature du lait utilisé et les technologies mises en œuvre, il existe une très grande variété de fromages. Parmi eux, le fromage frais qui est caractérisé par à égouttage spontané, issu essentiellement de la fermentation lactique ou de l'action légère de la présure (**Guiraud, 2003**).

Néanmoins, il existe une autre variété de fromages qui est celle des fromages frais enrichis aux herbes, épices et autres condiments qui sont ajoutés aux fromages en vue d'améliorer leurs saveur, couleur et présentation, ainsi que leur attractivité vis-à-vis des consommateurs. De plus, ces herbes et épices sont une source de composés favorisant la santé et le bien-être des consommateurs (**Hayaloglu et Farkye, 2011**).

C'est dans cette optique que nous avons opté à l'élaboration d'un fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne séchées, d'une part pour valoriser ces feuilles et d'autre part pour apporter au fromage les propriétés bénéfiques de cette plante.

En effet, les feuilles de vigne notamment *Vitis vinifera*, sont utilisées en médecine traditionnelle pour leurs propriétés astringentes et hémostatiques, et également pour leur composition phénolique. Les feuilles de vigne sont considérées comme des aliments sains et consommées dans plusieurs pays, dont l'Arabie Saoudite, la Turquie et la Grèce (**Katalinic et al, 2013 ; Marisa et al, 2016**).

Cette étude est divisée en deux parties :

- Une synthèse bibliographique comportant des généralités sur la vigne et le fromage.
- Une étude expérimentale visant tout d'abord à formuler quelques fromages frais à base de feuilles de vigne, puis l'étude des caractéristiques physico-chimiques, microbiologiques et sensorielles de ces fromages. En parallèle, la détermination de la teneur en composés phénoliques et de l'activité antioxydante des extraits de vigne et de fromage frais élaboré a été réalisée.

Partie théorique

Chapitre I

Le fromage

I.1.Historique

L'histoire du fromage remonterait au Néolithique. Le terme "fromage" est associé à la domestication et à la traite des femelles (7000 ans avant J-C), l'évolution naturelle du lait qui "tourne" et l'utilisation d'outres, faites d'estomac de ruminant, pour mettre le lait. Par la suite. Les Grecs ont employé des plantes qui font cailler le lait (gaillet, chardon,...) et plus tard, les Romains ont développé l'usage de la présure (**Dulor, 2002**).

Le mot "Fromage" dérive du latin « *formaticum* » qui veut dire « ce qui est fait dans une forme ». Au Moyen-âge (1200-1500 après J-C), le mot utilisé étant *fromgi*, *fromton* qui veut dire la variation ou le formage (**Dulor, 2002**).

I.2. Définition

Selon la norme **Codex Alimentarius. (2000)**, le fromage est défini comme étant le produit affiné ou non affiné, de consistance molle ou semi-dure, dure ou extra-dure qui peut être enrobé et dans lequel le rapport protéines de lactosérum/caséines ne dépasse pas celui du lait. Il est obtenu par coagulation complète ou partielle du lait grâce à l'action de la présure ou d'autres agents coagulants appropriés et par égouttage partiel du lactosérum résultant de cette coagulation ; ou alors par emploi de techniques de fabrication entraînant la coagulation du lait et/ou des produits provenant du lait, de façon à obtenir un produit fini ayant des caractéristiques physiques, chimiques et organoleptiques correspondant à la définition précédente (**Eck et Gillis, 2006**).

I.3.Différents types de fromages

Selon **Mahaut et al. (2007)**, les fromages sont classés en fonction de la méthode de caillage (lactique ou présure), du mode d'égouttage et du type d'affinage appliqué :

- Les fromages frais ou à pâtes fraîches ;
- Les pâtes molles à croûte fleurie et à croûte lavée ;
- Les pâtes persillées ;
- Les pâtes pressées non cuites et cuites ;
- Les pâtes dures ;
- Les pâtes filées ;
- Les fromages fondus.

I.4.Fromage frais

I.4.1.Définition

Un fromage frais est un produit fermenté ou non, obtenue par la coagulation du lait, de la crème ou de leur mélange, suivis d'un égouttage et contenant au minimum 23g de matière sèche pour 100g de fromage (**Grospiron, 1988 ; Larpent, 1997**). Il est consommé, comme son nom l'indique sans être affiné. La gamme des fromages frais est vaste, ils peuvent être naturels, aromatisés, allégés en matière grasse, enrichis en crème, avec des morceaux de fruits, sucrés ou édulcorés. Comme leur teneur en eau est élevée, ces fromages présentent une courte durée de conservation (**Roger, 1975**).

I.4.2.Composition et valeur énergétique

Les fromages frais constituent une forme de conservation des protéines, des matières grasses ainsi que d'une partie de calcium et de phosphore du lait. Leurs qualités nutritionnelles et organoleptiques sont très appréciées par l'Homme. La composition du fromage frais dépend de la composition du lait d'origine et de la technologie mise en œuvre (**Mahaut et al, 2000**) (tableau I).

Selon la **FAO (1995)**, le fromage frais présente une valeur biologique et nutritionnelle élevée, en raison d'un taux favorable en acide aminés essentiels, notamment les acides aminés soufrés.

Tableau I: Composition moyenne pour 100g de fromage frais (petit suisse) (**Eck et Gillis, 2006**).

Composition	Valeur pour 100gde fromage frais
Eau	79 g
Energie	118 Kcal
Glucides	4g
Lipides	7.5 g
Protéines	8.5 g
Calcium	100 mg
Phosphore	140 mg
Magnésium	10 mg
Potassium	130 mg
Sodium	40 mg
Zinc	0.5 mg
Thiamine	0.03 mg
Riboflavine	0.15 mg
Niacine	0.15mg

I.5. Technologie de fabrication du fromage

Les types de fromages sont nés de la mise en œuvre de différentes techniques de fabrication. Ainsi la fabrication du fromage est un procédé qui nécessite la maîtrise de chaque étape pour avoir un produit fini conforme qui répond à l'attente du consommateur.

I.5.1. Réception et traitement du lait

La collecte du lait dans les fermes est faite grâce aux camions citernes réfrigérés. Il est primordial de mettre en place, dès la réception du lait et de toutes autres matières premières, des procédures permettant de détecter rapidement tout ce qui peut induire la détérioration de la matière première. Il y a deux paramètres à respecter dès la réception du lait :

- Microbiologie : il faut s'assurer de la qualité microbiologique pour garantir la santé de consommateur, éviter la dégradation des composantes du lait qui persistera dans le produit fini et éliminer toute compétition possible entre le ferment et la flore contaminante (bactériophages) ;
- Chimie : il est important de connaître la composition chimique du lait dans le but de repérer des laits qui ne peuvent pas être transformés comme le lait mammiteux, le colostrum et le lait de fin de lactation. En plus des données qui permettent de procéder à la standardisation du mélange, il faut aussi s'assurer de l'absence des agents qui inhibent l'activité du ferment tels que les antibiotiques, les agents de lavage et les assainisseurs comme le chlore. Leur présence pourrait avoir des répercussions sur la santé du consommateur (**Carole et Vignola, 2002**).

I.5.2. Pasteurisation

Le traitement thermique du lait de fromagerie s'impose pour des raisons hygiéniques et technologiques. Il se fait à une température inférieure à 100°C et vise à détruire les bactéries pathogènes présentes sous forme végétatives et à la réduction de la flore totale (**Carole et Vignola, 2002; Luquet, 1990**).

I.5.3. Coagulation du lait

La fabrication du fromage nécessite une phase de coagulation du lait, qui permet l'expulsion d'une grande partie d'eau et de matières solubles. La coagulation correspond à une modification physico-chimique des micelles de caséine sous l'action d'enzymes protéolytiques et/ou d'acide lactique. Celles-ci entraînent la formation d'un réseau protéique tridimensionnel appelé coagulum ou gel. Les mécanismes proposés dans la formation du coagulum diffèrent totalement suivant que ces modifications sont induites par acidification ou par action d'enzymes coagulantes ou encore par l'action combinée des deux (**Eck et Gillis, 2006**).

I.5.3.1. Coagulation par voie enzymatique (présure)

La présure est une enzyme d'origine animale, nommée aussi « chymosine », obtenue à partir du suc gastrique de la quatrième poche de l'estomac des jeunes veaux abattus non sevrés (**Eck, 1987**). Cette enzyme permet de faire caillé le lait. Elle a une grande activité protéolytique spécifique qui lui permet d'hydrolyser le caséine avec libération de peptides (**Mietton, 1995**).

I.5.3.2. Coagulation par voie acide (fermentation lactique)

Les levains lactiques sont des cultures pures en proportion définies de différentes bactéries lactiques. En se multipliant dans le lait et dans les fromages, ces levains assurent la transformation du lactose en acide lactique et contribuent aux caractères organoleptiques des fromages (**Eck, 1987**).

I.5.4. Egouttage

Dans un coagulum laissé au repos, l'égouttage est l'élimination progressive de lactosérum. Il conduit à l'obtention d'une masse de caillé dont l'extrait sec est plus au moins concentré. Ce caillé correspond au fromage formé. Ce phénomène physique de séparation de la phase dispersante est appelée synérèse (**Eck et Gillis, 2006**). Lors de cette étape, la plus grande partie des éléments solubles sont éliminés dans le lactosérum. Ainsi, l'égouttage a une grande incidence sur le type de fromage recherché (**Carole et Vignola, 2002**).

I.5.5. Salage

Le salage joue un triple rôle, dans l'égouttage du fromage, exhausteur de goût et il a la propriété d'exalter ou de masquer la sapidité de certaines substances apparaissant au cours de la maturation du fromage (**Eck, 1987; Roger, 1979**). Il est réalisé à sec ou par trempage des fromages dans un bain de saumure (**Roger, 1979**).

I.5.6. Moulage

Le moulage consiste à mouler le caillé à la louche en plusieurs passes dans des faisselles (**Mahaut et al, 2007**). Le moulage et le retournement permettent de donner la forme au fromage et de poursuivre l'élimination du lactosérum (**Carole et Vignola, 2002**).

I.5.7. Affinage ou maturation

L'affinage est un phénomène très complexe. Chaque type de fromage est caractérisé par son propre mécanisme d'affinage (**Roger, 1979**). C'est la phase finale de la fabrication fromagère qui correspond à l'élimination d'une partie d'eau, la formation d'une

croûte, la protéolyse et la lipolyse qui libèrent des substances aromatiques (Anonyme, 2005).

I.5.8. Conditionnement et conservation

Dans le cas des pâtes fraîches, il est nécessaire de disposer d'un emballage assez rigide, résistant à l'humidité et imperméable à la vapeur d'eau et aux gaz. Un emballage transparent est recommandé pour permettre au consommateur de juger la qualité et l'intégrité du produit (Anonyme, 2005).

La durée de stockage varie avec les types de fromage, le degré de maturation et de l'hygiène des manipulations, elle se fait à 4°C (Anonyme, 2005).

Le schéma général de la technologie de fabrication des fromages frais est présenté dans la figure 1.

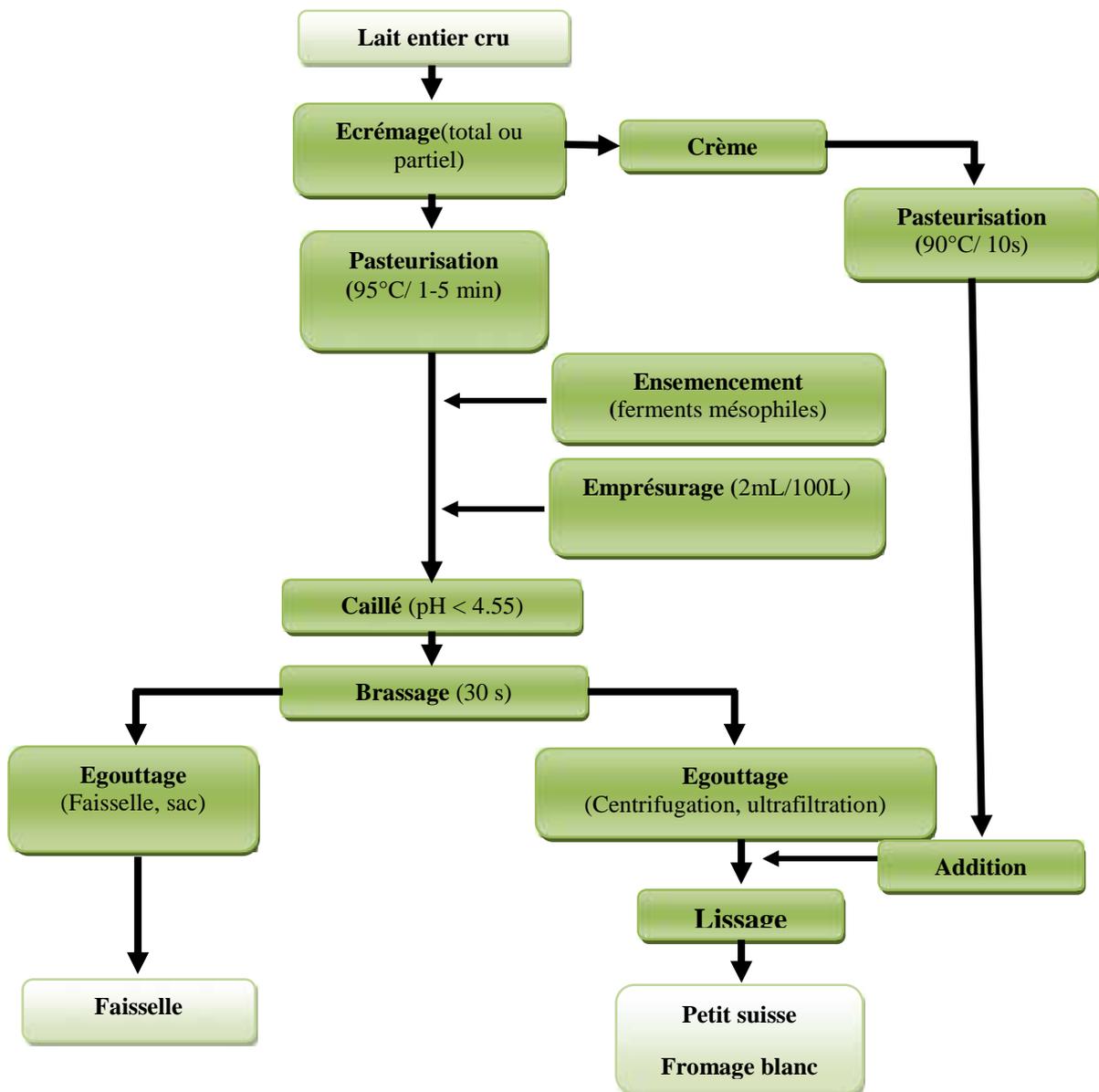


Figure 1 : Schéma général de la technologie de fabrication des fromages frais (Jeantet et al, 2008).

Chapitre II

généralités sur la vigne

Beaucoup de variétés de vigne sont cultivées pour leur utilisation comme produits alimentaires, non seulement pour les raisins de table, mais aussi pour la consommation de leurs feuilles. *Vitis vinifera* est l'une de ces variétés (Katalinic *et al.* 2013 ; Marisa *et al.* 2016).

II.1.Description botanique

La vigne est un arbrisseau dont le tronc (cep) porte des rameaux feuillés (pampres) qui se lignifient et deviennent des sarments. Les pampres s'accrochent par des vrilles. Les feuilles à nervure palmée comportent cinq lobes principaux plus ou moins découpés, et sont en forme de cœur à la base. Elles connaissent une importante polymorphie selon les cépages et espèces. Les fleurs 5-mères, sont très petites, verdâtres et regroupées en grappes composées. Les fruits mûrs sont des baies de forme et de couleur variables. Ils sont blancs, jaunâtres, violets ou noirs, et presque toujours noirs à l'état sauvage. Une description fine des variations de forme des feuilles et des fruits est nécessaire pour identifier les cépages (I.T.A.F, 2000).



Figure 2: Photographie de *Vitis vinifera*. L. **A** : fruit, **B** : feuille

II.2.Classification et systématique

La Vigne est une plante Angiosperme Dicotylédone appartenant à l'ordre des Rhamnales et à la famille des Vitacées. Cette famille compte 19 genres (Galet, 2000), parmi lesquels seul le genre *Vitis* contient les espèces utilisées pour la production viticole (Bouquet et Boursiquot, 1996; Olmo, 1978) (tableau II).

Tableau II : Systématique de *Vitis vinifera*.L (Reynier, 1986).

Famille	<i>Vitacées</i>
Genre	<i>Vitis</i>
Sous-genre	<i>Euvitis</i>
Tronc	Euro asiatique
Espèce	<i>Vitis vinifera</i>

Le genre *Vitis*, auquel appartiennent les vignes (Figure 3), est divisé en deux sections ou sous-genres :

- La section « *Vitis* » proprement dite, ou « vigne vrais » ;
- La section « *Muscadina* », intermédiaire morphologiquement entre les genres de *Vitis ampelopsis* (Chauvet et Reynier, 1979).

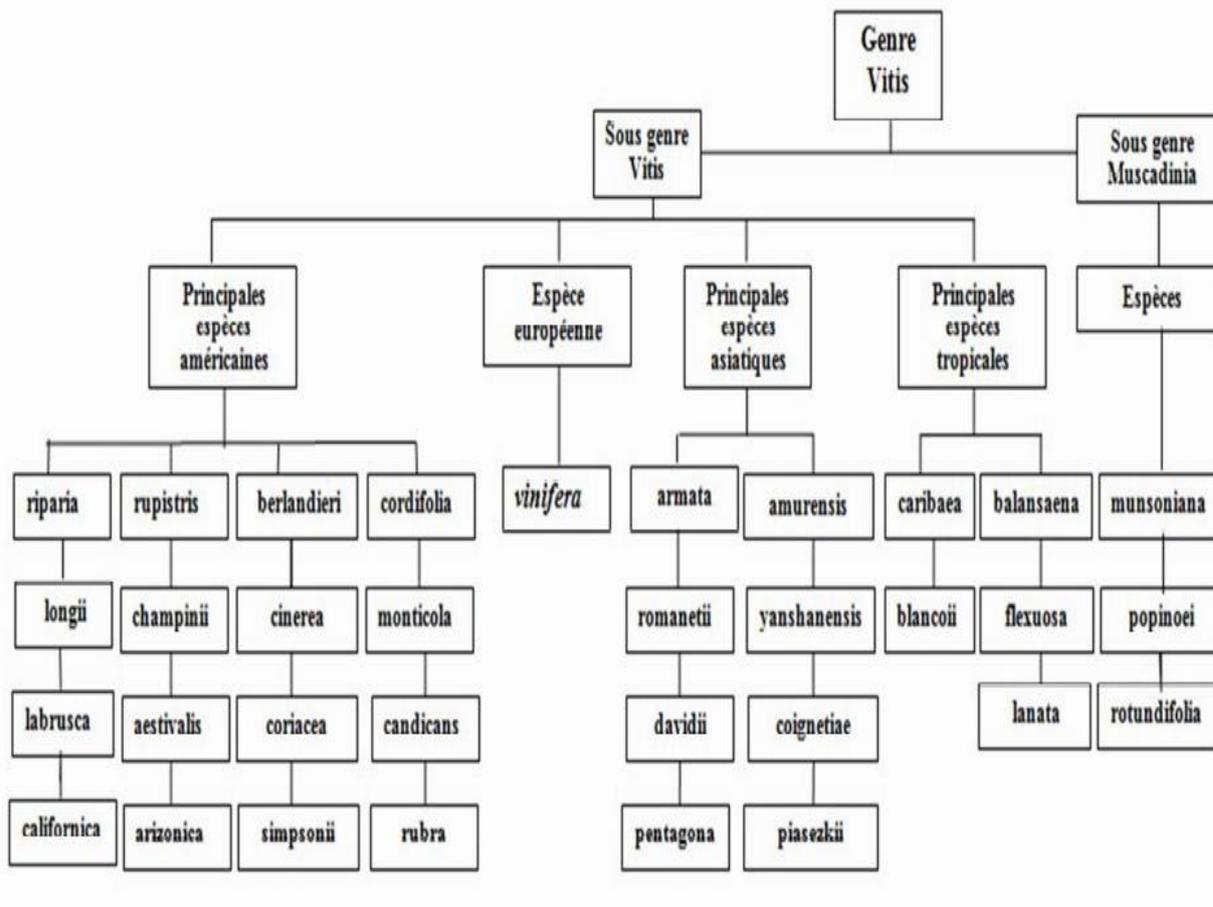


Figure 3: Division du genre *Vitis* (Reynier, 2007).

II.3. Habitat et distribution géographique

La vigne a la capacité de se développer sur des terres riches et met en valeur les sols à fortes pentes, rocheux et pauvres (OIV, 2013).

La culture de la vigne se répond dans les pays tempérés du Moyen Orient jusqu'à l'Europe occidentale, dans de nombreuses contrées du bassin méditerranéen comme l'Italie et les Îles Grecs. Elle est cultivée également dans le Maghreb (Vivas et Augustin, 1997).

En Algérie, la viticulture a connu un développement avant la colonisation française avec une superficie estimée à environ 3000 hectares représentée principalement par les cépages autochtones et ceux introduits du Moyen Orient par les Turcs (Levadoux et al. 1971). Après l'indépendance, la surface totale occupait est 366000 hectares et se localisait dans les meilleures terres à savoir les plaines de l'Oranie, de la Mitidja et de la grande Kabylie (Aouf, 1972).

II.4. Composition biochimique et valeur énergétique

La composition biochimique des feuilles de vigne est déterminante pour leur valeur nutritive et leur goût (Marisa et al. 2016). Les constituants trouvés dans les feuilles de vignes sont : les flavonoïdes, tanins procyanidoliques, tartrates, anthocyanosides, inositol, choline et les sucres (Dubray, 2010).

La valeur énergétique des feuilles de vigne est de 0,60 UF/kg MS (Magnier, 1991).

II.5. Utilisation

Dans le domaine médical, les feuilles de vigne sont excellentes pour soulager les symptômes de l'insuffisance veineuse (jambes lourdes) et les varices, et pour traiter les problèmes liés à la fragilité capillaire (hémorragies, saignements de nez, voie hémorroïdes, mais aussi les ecchymoses et pétéchies-petite taches rouges sur la peau). Ces feuilles aident à lutter contre les troubles de la ménopause car elles rétablissent une bonne circulation du sang et luttent contre les hémorragies utérines. Très astringentes par leurs tanins, elles s'utilisent aussi contre les diarrhées chroniques (Anonyme, 2009).

La vigne est également cultivée pour la consommation de ses feuilles pour les différentes utilisations culinaires. Ces feuilles sont aussi valorisées dans l'alimentation animale (Magnier, 1991 ; Marisa et al. 2016).

Partie pratique

Partie pratique

Chapitre I

Matériel et méthodes

I.1. Matériel

I.1.1. Description du matériel végétal

Les feuilles de vigne utilisées sont celles du genre *Vitis vinifera philipp de la* variété Dattier identifié par l'ITAF. Elles sont caduques, à nervure palmée et comportent cinq lobes principaux plus ou moins découpés. Le limbe comprend cinq nervures principales qui partent du point pétiolaire. Les feuilles présentent, à la maturation, une coloration verdâtre au centre et une coloration allant au rouge foncé sur les bordures des lobes (figure 4).



Figure 4: Photographie des feuilles de vigne ((A) : Fraîche,(B) : Séchée).

I.1.2 Récolte des échantillons

Les échantillons ont été récoltés en Octobre 2016 à la région de Lota de la commune de Souk el Tenine située à 35 Km à l'est de la wilaya de Bejaia. Ce site présente des conditions climatiques qui favorisent la croissance de la vigne. L'échantillonnage était réalisé au hasard sur plusieurs ceps domestiques.

Ensuite, les échantillons récoltés ont été nettoyés avec de l'eau de robinet puis par l'eau distillée pour les débarrasser des particules étrangères et de la poussière, égouttés et mis dans un espace aéré à l'ombre pendant 10 jours. Les échantillons ainsi séchés ont été conservés dans des sacs en papier à l'abri de l'humidité.

I.2. Méthodes

Le présent travail se penche d'abord sur la formulation d'un fromage frais enrichi en feuilles de vigne, puis sur l'étude des caractéristiques physico-chimiques, microbiologiques et sensorielles de ce fromage. En parallèle, la détermination de la teneur en composés phénoliques et de l'activité antioxydante des extraits de vigne et des fromages frais élaborés a été réalisée.

I.2.1. Fabrication du fromage

La fabrication a eu lieu au niveau du laboratoire d'analyse sensorielle à l'université de Bejaia, en respectant le diagramme de fabrication d'un fromage frais standard. Selon l'ingrédient ajouté, six types de fromage ont été élaborés : un fromage frais, fromage enrichi avec les feuilles de vigne, fromage enrichi avec les feuilles de vigne et l'huile d'olive, fromage enrichi avec les feuilles de vigne et l'ail, fromage enrichi avec les feuilles de vigne et du persil, fromage enrichi avec tous les ingrédients cités précédemment.

Le diagramme de fabrication est présenté dans la figure ci-dessous :

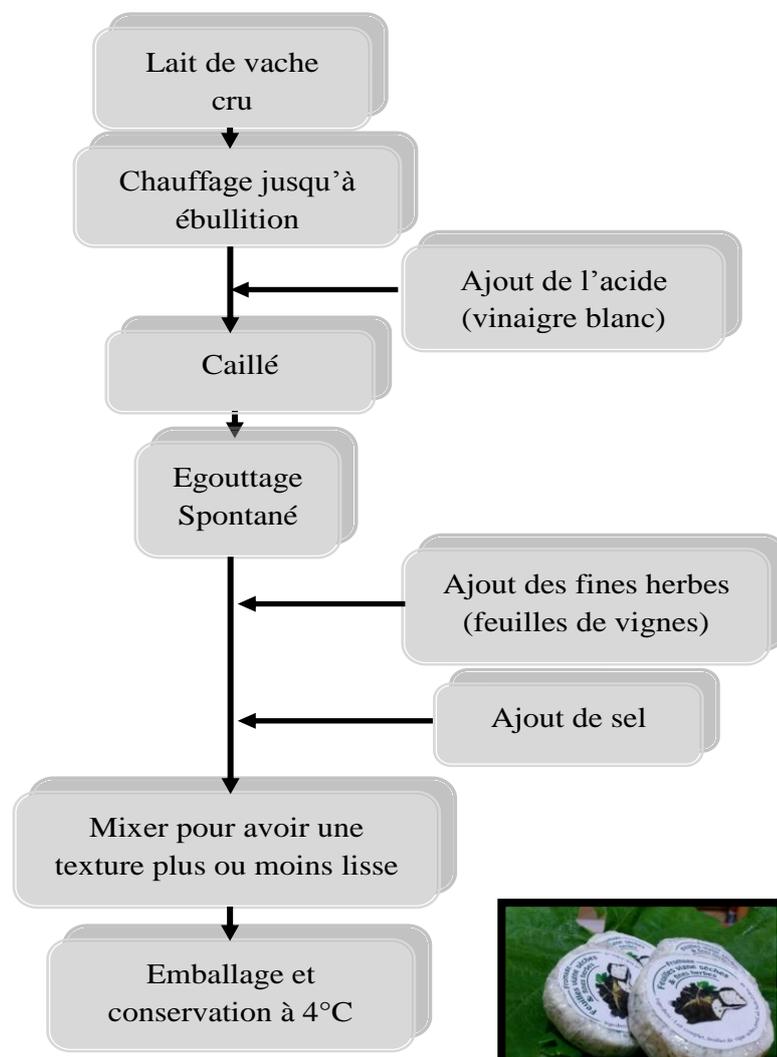


Figure 5 : Diagramme de fabrication d'un fromage frais.

I.2.2. Analyses physico-chimiques

I.2.2.1. Détermination de l'humidité

- **Principe**

L'humidité d'un aliment est la quantité d'eau libre qu'il contient. Sa détermination se fait par dessiccation dans une étuve ventilée à 105°C jusqu'à ce que la masse de cet aliment reste constante (NF V 18-109, 1982).

- **Mode opératoire**

Des boîtes de Pétrie contenant 1g de chaque échantillon (fromage frais, fromage enrichi avec les feuilles de vigne, fromage enrichi avec les feuilles de vigne et l'huile d'olive, fromage enrichi avec les feuilles de vigne et l'ail, fromage enrichi avec les feuilles de vigne et du persil, fromage enrichi avec tous les ingrédients cités précédemment) ont été placées dans une étuve ventilée à 105°C jusqu'à ce que le poids des boîtes soit stable (Lako et al, 2007).

Les résultats ont été exprimés en pourcentage en utilisant la formule suivante :

$$H\% = (P_0 - P_1 / P) .100$$

Soit,

H% : Humidité.

P₀ : Masse de la boîte de Pétrie + échantillon avant chauffage (g).

P₁ : Masse de la boîte de Pétrie + échantillon après chauffage (g).

P : Masse de la prise d'essai (g).

I.2.2.2. Détermination du pH

- **Principe**

Le pH dépend de la concentration d'un milieu en protons; il est le logarithme de la concentration molaire de l'ion hydronium (H₃O⁺) (Jaques, 1998). La mesure de pH d'un aliment nous renseigne sur sa fraîcheur (Carol et vignola, 2002).

- **Mode opératoire**

La sonde d'un pH-mètre est directement introduite dans les échantillons (lait et fromage) et la valeur du pH sera directement affichée sur l'écran de l'appareil (AFNOR, 1980).

I.2.2.3. Mesure de l'acidité titrable

- **Principe**

L'acidité titrable représente la somme des acides minéraux et organiques présents dans le produit. Elle est exprimée en fonction de l'acide dominant. Elle est déterminée par

titration avec une solution d'hydroxyde de sodium (0,1N) en présence de la phénolphtaléine comme indicateur coloré (Shori et Baba, 2013).

- **Mode opératoire**

Quelques gouttes de phénolphtaléine sont ajoutées à 10mL de lait ou de fromage, puis titrer avec une solution de NaOH (0,1N) jusqu'à l'apparition d'une couleur rose. Pour le fromage, une dilution est d'abord effectuée en ajoutant 10 mL d'eau distillée à 1g de fromage (Shori et Baba, 2013).

L'acidité triturable (TTA%) est calculée selon la formule suivante :

$$\text{TTA}(\%) = V_{\text{NaOH}} \times 0.1 \times 100 \times 0,009 \times 10$$

Tels que,

V_{NaOH} : Volume de NaOH utilisé pour la titration (mL).

0.1 : Normalité de NaOH (N).

10: Facteur de dilution (10^{-1}) dans le cas du fromage.

100: Pourcentage.

0,009: Coefficient correspondant à l'acide lactique.

I.2.2.4. Détermination de la teneur en matière grasse

- **Principe**

La détermination de la teneur en matière grasse consiste tout d'abord à digérer les protéines par l'acide sulfurique ou un mélange d'acides, suivie de la séparation de la matière grasse du produit contenu dans un butyromètre par centrifugation. La séparation peut être favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool isoamylique (AFNOR, 1999).

- **Mode opératoire**

Un volume d'acide sulfurique (70%) et 3 g de fromage sont introduits dans un butyromètre. Ce dernier est porté au bain marie jusqu'à la dissolution du produit et l'apparition de la matière grasse. Ensuite, 1mL d'acide isoamylique est ajouté et le tout est centrifugé à 1000 tr pendant 10 min.

La lecture se fait directement sur les graduations du butyromètre et la teneur en matière grasse est exprimée en % ou en g/100g.

I.2.2.5. Dosage des protéines brutes

- **Principe**

La méthode utilisée pour le dosage des protéines brutes est celle de Kjeldahl. Elle est basée sur la transformation de l'azote organique en sulfate d'ammonium sous l'action de l'acide sulfurique et en présence d'un catalyseur (Lecoq, 1965).

- **Mode opératoire**

Pour déterminer la quantité de protéines contenues dans l'échantillon fromage enrichi avec les feuilles de vigne, nous avons procédé au dosage de l'azote total par la méthode de Kjeldahl. Cette dernière s'effectue en trois phases : la digestion (minéralisation), la distillation et la titration (**Kjeldahl, 1883**).

- **Minéralisation**

Dans un matras de Kjeldahl, 0,5 g d'un échantillon broyé, 2 g d'un catalyseur (sélénium, sulfate de potassium et sulfate de cuivre) et 20 mL de H₂SO₄ concentré (97 %) sont introduits. Ce mélange présente une coloration noire. Ensuite, le matras est chauffé jusqu'à ce que la couleur noire se transforme en une couleur limpide, à ce moment-là l'azote organique est transformé en azote minéral. Après refroidissement, l'échantillon minéralisé est transféré dans une fiole dont le volume est ajusté à 100 mL avec de l'eau distillée.

- **Distillation**

Elle se fait dans une unité de distillation **BÜCHI Distillation Unit B-324**. Dans un matras, 20 mL du contenu de la fiole, 50 mL d'eau distillée et 50 mL de la soude (40%) ont été introduits. En parallèle, 20 mL d'acide borique (H₃BO₃) (4%) avec quelques gouttes d'indicateurs colorés (rouge de méthylène et bleu de méthylène) sont ajoutés.

La distillation s'arrête au bout de 4 minutes à compter du début d'ébullition.

- **Titration**

Puisque l'acide borique a été utilisé comme solution de récupération, l'excès des anions de borate est alors titré avec l'acide sulfurique (0,02N) jusqu'au changement de la coloration du vert au rose-violet.

L'azote total est calculé suivant la formule présentée ci-après :

$$N\% = \frac{(V_1 - V_0)0,28}{P \text{ essai}} \times 100$$

Où,

N% : Pourcentage d'azote.

P% : Pourcentage de protéines.

V₁: Volume de l'acide sulfurique concentré (mL).

V₀: Volume de l'acide sulfurique concentré utilisé pour le témoin (mL).

P essai: La masse de la prise d'essai (g).

Le taux d'azote total est converti en taux de protéines brutes selon la formule suivante :

$$\text{Taux de protéines brutes (\%)} = \text{N total (\%)} \times 6,25$$

Où 6,25 est un facteur de conversion basé sur le taux moyen d'azote des protéines.

I.2.2.6. Détermination de la teneur en cendres

- **Principe**

La détermination du taux de cendres dans un échantillon donné consiste à le faire calciner dans un four à moufle à 900°C jusqu'à l'obtention d'une cendre blanche à grise (NF V05-113, 1972).

- **Mode opératoire**

Des creusets contenant 1g de fromage sont placés dans un four à moufle réglé à 900°C pendant 1h30min jusqu'à l'obtention d'une couleur grise, claire ou blanchâtre (NF V05-113, 1972).

La teneur en cendres est déterminée selon la formule suivante :

$$Cd\% = \frac{(M1 - M2)}{P} \times 100$$

Tels que,

Cd% : Teneur en cendres.

M1 : Masse du creuset + cendres (g).

M2 : Masse du creuset vide (g).

P : Masse de la prise d'essai (g).

I.2.3. Analyses phytochimiques

I.2.3.1. Extraction

Afin de déterminer la teneur en composés phénoliques et tanins, et d'étudier l'activité antioxydante des feuilles de vigne et du fromage, deux extractions différentes ont été réalisées.

Pour la matrice végétale, la méthode consiste à faire macérer 5 g de poudre de vigne dans 100 mL d'eau distillée maintenu sous agitation magnétique pendant 24 heures à la température ambiante et à l'abri de la lumière afin d'éviter les phénomènes d'oxydation. L'agitation des particules dans le solvant permet de les maintenir en suspension et d'assurer l'homogénéité de la solution. Après 24 heures de macération, le mélange est filtré à l'aide d'un papier filtre (Soares *et al.* 2009). Le filtrat est ensuite conservé dans un flacon en verre à 4°C.

Pour le fromage enrichi en feuilles de vigne, la méthode d'extraction utilisée consiste tout d'abord à faire dissoudre 10 g de fromage dans 10 mL d'eau distillée. Le pH de cette solution est ensuite ajusté à 4.0 avec une solution d'HCl (1N). Ce mélange est incubé à 45°C pendant 10 minutes suivi d'une centrifugation (10000tr, 20 minutes, 4°C). Le surnageant est récupéré et son pH est ajusté à 7 avec une solution de NaOH (1N), puis centrifugé (10000 tr, 20 minutes, 4°C) (Zainoldin *et Baba*, 2009). Le nouveau surnageant est récupéré et conservé à 4°C pour d'éventuelles analyses.

I.2.3.2. Dosage des composés phénoliques totaux

- **Principe**

Le dosage des polyphénols totaux est basé sur la réduction du mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$) du réactif de Folin-Ciocalteu, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxyde bleu de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{23}). La présence de carbonate de sodium rend le milieu légèrement alcalin. L'intensité de la coloration bleue est proportionnelle au taux de composés phénoliques (Bucic-Kojic *et al.* 2007; Ribéreau-Gayon, 1968).

- **Mode opératoire**

La teneur en composés phénoliques totaux a été déterminée selon la méthode décrite par Singleton *et Rossi* (1965). Ainsi, 0,1mL de l'extrait ont été mélangés avec 0,5 mL de réactif de Folin-Ciocalteu. Agiter et laisser 3 min, puis ajouter 1,5mL de carbonate de Na. Puis ajuster le mélange jusqu'à 10mL avec l'eau distillée. Enfin, incuber à l'obscurité pendant 2 heures. Les absorbances des échantillons sont lues à 740nm et les résultats sont exprimés en milligrammes équivalent acide gallique par gramme de matière sèche (mg EAG/g MS) (annexe D).

I.2.3.3. Dosage des tanins

- **Principe**

La méthode se repose sur la formation d'un complexe tanins-BSA. Les tanins précipités sont mesurés par spectrophotométrie à 510 nm, après formation du complexe ion ferrique-polyphénols dans une solution alcaline contenant la solution SDS/TEA. Le chlorure ferrique réagit avec les tanins pour former des chélats de couleur violette (**Hagerman et Butler, 1978**).

- **Mode opératoire**

La teneur en tanins dans chaque extrait est déterminée selon la méthode d'**Hagerman et Butler (1978)**. 1mL de la solution de BSA est ajouté à 0,5mL d'un extrait. Après 24h d'incubation à 4°C, une centrifugation est réalisée à 6000 tr pendant 30 min. Le surnageant a été éliminé et 2 mL de la solution SDS/TEA ont été ajoutés. Ensuite 0,5 mL de chlorure de fer (FeCl₃) ont été additionnés au mélange. Ce dernier est incubé à l'obscurité pendant 15 minutes. Les absorbances des échantillons sont lues à 510 nm, et les résultats sont rapportés en milligrammes équivalent acide tanique par gramme de matière sèche (mg EAT/g MS) (annexe I).

I.2.4. Détermination de l'activité antioxydante

Afin d'évaluer l'activité antioxydante des extraits, deux méthodes différentes ont été utilisées à savoir : le test antiradicalaire au DPPH[•] et le pouvoir réducteur au phosphomolybdate d'ammonium.

I.2.4.1. Test au DPPH[•]

- **Principe**

Le DPPH[•] (1,1-Diphényl-2-picrylhydrazyl) est un radical libre stable de couleur violacée qui absorbe à 517 nm. En présence de composés anti-radicalaires, le radical DPPH[•] est réduit et change de couleur en virant au jaune. Les absorbances mesurées à 517 nm servent à calculer le pourcentage d'inhibition du radical DPPH[•], qui est proportionnel au pouvoir antiradicalaire de l'échantillon (**Chaabi, 2008**).

- **Mode opératoire**

La détermination de l'activité antioxydante par le test du DPPH[•] a été réalisée selon la méthode de **Blois (1958)**. 1mL de méthanol et 0.15mL de la solution de DPPH[•] sont ajoutés à 1mL du mélange eau-extrait à différentes concentrations. Le mélange est incubé à l'abri de la lumière pendant 30 min. Les absorbances des échantillons sont lues à 517nm. Des IC₅₀ ont été déterminées pour chaque extrait.

I.2.4.2. Test au molybdate d'ammonium

- **Principe**

Le test du pouvoir réducteur du molybdate d'ammonium repose sur la réduction du molybdate sous la forme Mo^{6+} vers la forme Mo^{5+} par des substances organiques antioxydantes. En milieu acide, il y a formation d'un complexe phosphate- Mo^{5+} qui se traduit par une coloration verte dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en antioxydants (Bougatef et al. 2009).

- **Mode opératoire**

La détermination de l'activité antioxydante en utilisant le molybdate d'ammonium est réalisée selon la méthode décrite par Silici et al. (2010). Elle consiste à mélanger 200 μL de l'extrait avec 2mL de solvant réactif (phosphomolybdate d'ammonium, phosphate de sodium et l'acide sulfurique). Après agitation, le mélange est incubé à 90°C pendant 90min. Les absorbances des échantillons sont lues à 695 nm.

I.2.5. Analyses microbiologiques

I.2.5.1. Recherche et dénombrement de micro-organisme

Pour l'évaluation rétrospective de la qualité microbiologique, ou pour évaluer la « sécurité » présumée des aliments, il est fréquemment eu recours à l'estimation du dénombrement bactérien.

Les analyses microbiologiques effectuées pour les échantillons (fromage frais, fromage enrichi avec les feuilles de vigne, fromage enrichi avec les feuilles de vigne et l'huile d'olive, fromage enrichi avec les feuilles de vigne et l'ail, fromage enrichi avec les feuilles de vigne et du persil, fromage enrichi avec tous les ingrédients cités précédemment) sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau III : Analyses microbiologiques du lait et des fromages.

Germes recherchés	Milieux utilisés	Température d'incubation (°C)	Durée d'incubation
Coliformes totaux (JORA, 1998)	VRBL	37	48h
Flores totales (JORA, 1998)	PCA	37	24h
Les clostridium sulfito réducteur (JORA, 1998)	V F	37	48h
Levures et moisissures (CE, n° 2065/2003)	SCA	25	4 à 5 jours

VF : Viande Foie ; **PCA** : Plate Count Agar ; **VRBL** : Gélose Biliée au Cristal Violet et au Rouge neutre ; **SCA** : Sabouraud au Chloramphénicol Agar.

Le nombre de microorganismes viables dans l'échantillon peut être calculé à partir du nombre de colonies formés et de la dilution de l'échantillon (**Sun-Waterhouse et al. 2013**).

$$\text{UFC/ml} = \frac{\text{nombre de colonies}}{\text{volume étalé (ml)} \times \text{facteur de dilution}}$$

I.2.5.2. Recherche d'antibiotiques dans le lait cru

- **Principe**

Le test utilisé, nommé BetaStar, est une méthode du type « Reseptor Assay » qui permet la détection rapide, dans le lait, de résidus de bêta-lactamines et tétracyclines (**AFNOR, 2005**).

- **Mode opératoire**

0,2mL de lait ont été prélevés dans un flacon contenant un lyophilisat. Après homogénéisation, le flacon est placé dans un incubateur stabilisé à la température de $47,5 \pm 1^\circ\text{C}$ pendant 3 minutes. Au bout de 3 minutes de la première incubation, une tigette est introduite dans le flacon et l'incubation est poursuivie pendant 2 minutes.

Lors de la première étape d'incubation, les antibiotiques, s'ils sont présents, se lient au récepteur. Et lors de la seconde incubation, le lait migre sur un support Immunochromatographique (membrane fixée à la bandelette) qui comporte deux bandes de capture.

I.2.5. Analyses sensorielles

L'analyse sensorielle est la science développée pour permettre la mesure des propriétés sensorielles des aliments. Cette mesure est réalisée par un panel de sujets experts sensoriels, préalablement sélectionnés et entraînés, qui vont évaluer les produits de façon objective et répétable (**Bauer et al. 2010**).

L'évaluation sensorielle des six fromages frais fabriqués a été réalisée au niveau du laboratoire d'analyses sensorielles de l'Université de Bejaia, par un jury expert composé de 14 sujets.

Les sujets sont invités à se manifester sur les caractéristiques : couleur, odeur, goût, arôme et la texture des différents fromages. Ces sujets sont également invités à exprimer leur préférence comme illustré dans le questionnaire (annexe II.1).

I.2.6. Analyse statistique

La moyenne et l'écart type ont été calculés par Microsoft Excel. Les résultats des analyses phytochimiques et le test de DPPH pour les deux extraits ont été comparés par une analyse de la variance (ANOVA) effectuée avec le logiciel Statistica 5.5 et les valeurs *P* inférieures à 0,05 ont été considérées comme significatives. Pour l'analyse sensorielle c'est XL-stat qui a été utilisé.

Chapitre II

Résultats et discussions

II.1. Propriétés physico-chimiques

II.1.1. Teneur en humidité

Les résultats du test d'humidité sont illustrés dans le tableau IV.

Tableau IV: Résultats de la teneur en eau des différents échantillons.

Echantillon	Teneur en eau (%)
Feuilles de vigne	2,9
Lait	84,1
Fromage A	80,5
Fromage B	78,8
Fromage C	82,5
Fromage D	83,6
Fromage E	80,9
Fromage F	82,2

D'après le tableau IV, le taux d'humidité pour les feuilles de *Vitis vinifera*. L est de 2,9%.

Ce faible taux d'humidité permet entre autres de mieux conserver les propriétés antioxydantes des composés phénoliques de la poudre. En effet, l'eau est une source de dégradation des polyphénols par le phénomène d'oxydation (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

Selon **Paris et Moysse (1965)**, les végétaux comme les plantes fraîches et leurs fruits sont riches en eau (60 à 80%), ce qui peut favoriser une activité enzymatique qui entrainera rapidement des changements irréversibles sur les antioxydants après la collecte du matériel végétal, tels que l'oxydation et par conséquent une polymérisation ou une décomposition (**Paris et Moysse, 1965**).

D'après toujours le tableau IV, le lait utilisé dans l'élaboration du fromage frais présente une humidité de 84,1%. Selon **Eck (2006)**, l'humidité d'un lait doit être supérieure à 79%.

Pour les six fromages frais formulés, la teneur en eau varie de 78,8 à 83,6%. Selon la **FAO (2012)**, l'humidité d'un fromage frais doit être supérieure à 80%.

Selon **Guiraud (2003)**, une humidité élevée correspond à une activité d'eau élevée, ce qui limite la durée de conservation d'un produit.

II.1.2. pH et acidité

Les résultats des tests mesurant le pH et l'acidité des six fromages frais élaborés et du lait utilisé sont présentés dans le tableau V.

Tableau V : Résultats de la mesure du pH et de l'acidité.

Echantillon	pH	Acidité °D
Lait	6	17
Fromage A	5,1	63
Fromage B	5,1	72
Fromage C	5,2	63
Fromage D	5,1	72
Fromage E	5,3	76,5
Fromage F	5,1	72

D'après les résultats présentés dans le tableau V, le pH du lait utilisé est de 6. Cette valeur est inférieure à celles trouvées par **Douik et al. (2003)** qui varient de 6,6 à 6,9 pour un lait cru, et à celles trouvées par **Sina (1992)** qui varient entre 6,7 et 6,8.

Selon le tableau V, le lait présente une acidité de 17°D. Cette acidité est comprise dans les valeurs normales du lait de vache qui vont de 16 à 18°D (**J.O.R.A, 1998**). Ce chiffre est similaire à celui obtenu par **Diatta (2005)**.

Alais (1984) et Carole et Vignola (2002), ont noté que le pH d'un lait de vache frais varie de 6.6 à 6.8 et son acidité est comprise entre 16 et 18°D.

Pour les fromages frais, le pH varie de 5,1 à 5.3 et l'acidité Dornic va de 63 à 76 °D. Selon la **FAO (2012)**, l'acidité Dornic d'un fromage frais est comprise entre 65 et 80 °D.

Le pH et l'acidité peuvent être influencés par plusieurs facteurs, comme la charge microbienne initiale du lait, le lait de mammite et les conditions d'hygiène de manipulation (**Mahaut et al. 2000**).

Dans une étude réalisée sur différents fromages frais issues de différentes régions, **Jimenez-Maroto et al. (2016)**, ont montré que l'humidité influence la valeur du pH qui passe de 5,3 à 6,5 pour une teneur élevée en eau.

Ce présent travail montre que lors de la fabrication du fromage frais, le pH et l'acidité passent respectivement de 6 et 17°D pour le lait à 5,1-5,3 et 63-76,5 pour les fromages frais. Cette diminution du pH du lait est due à la déstabilisation de la micelle de caséine. L'augmentation de l'acidité Dornic est due à l'acide rajouté (vinaigre blanc) (**Jantet, 2000**).

II.1.3. Teneur en matière grasse

La méthode utilisée pour déterminer la teneur en matière grasse dans les échantillons de fromages frais est la méthode butéromytrique et les résultats obtenus sont 20g de matière grasse par 100g de fromage frais (20%) pour tous les fromages frais élaborés y compris celui enrichi en huile d'olive.

Selon **Luquet (1990)**, la teneur en matière grasse dans un fromage frais doit être inférieure ou égale à 20g pour 100g de fromage frais après égouttage.

II.1.4. Teneur en protéines brutes

La méthode de Kjeldahl a permis de trouver une valeur $17,1 \pm 1,1\%$ de protéines brutes dans le fromage frais, celui enrichi en feuilles de vigne (fromage B). Ce résultat est dans l'intervalle donné par **Renner (1987)**, qui rapporte des teneurs allant de 10 à 18% pour le fromage frais.

II.1.5. Teneur en cendres

Les résultats de la détermination du taux de cendres dans les différents échantillons sont illustrés dans le tableau VI.

Tableau VI: Résultats du taux de cendres.

Echantillon	Taux de cendres(%)
Fromage A	1,2
Fromage B	1,8
Fromage C	1,7
Fromage D	2,0
Fromage E	2,0
Fromage F	2,4
Feuilles de vigne	5,3

Le tableau VI montre que le taux de cendres varie de 1,2 à 2,4% pour les fromages frais. Le taux le plus faible étant celui du fromage frais A n'ayant subi aucun enrichissement et le plus élevé est celui du fromage frais F enrichi en feuilles de vigne, huile d'olive, ail et persil. Ces valeurs sont plus élevées que celles trouvées par **El Galiou et al. (2015)** dans leur étude sur 28 types de fromages frais (1.12–1.75 g/100 g). Cela pourrait être dû à l'enrichissement effectué avec les différentes matrices végétales.

Le taux de cendres trouvé dans ce présent travail pour les feuilles de *Vitis vinifera* est de 5,3%. **Rebolé et al. (1988)** ont estimé que la teneur en cendres d'un mélange de feuilles et de branches de *Vitis vinifera* est de 8,4%.

Selon **Pantelic et al. (2017)**, les différences enregistrées dans la teneur en cendres des échantillons de *V. vinifera*. L pourraient être dû à leur composition chimique qui est fortement influencée par la variété, le degré de maturation, le climat et la localisation géographique dans lequel les plantes sont cultivées.

En conclusion, les facteurs qui peuvent influencer la composition du lait de fromagerie sont l'espèce de l'animal, la race, le stade de lactation, la saison, l'état sanitaire, l'alimentation, etc. (**Mahaut et al. 2000**).

II. 2. Étude phytochimique

II. 2.1. Teneur en composés phénoliques

Après l'ajout des réactifs de Folin-Ciocalteu et du carbonate de sodium, une couleur bleu est obtenue dont l'intensité varie en fonction de la concentration phénolique des extraits.

Les résultats de ce dosage sont présentés dans la figure 6.

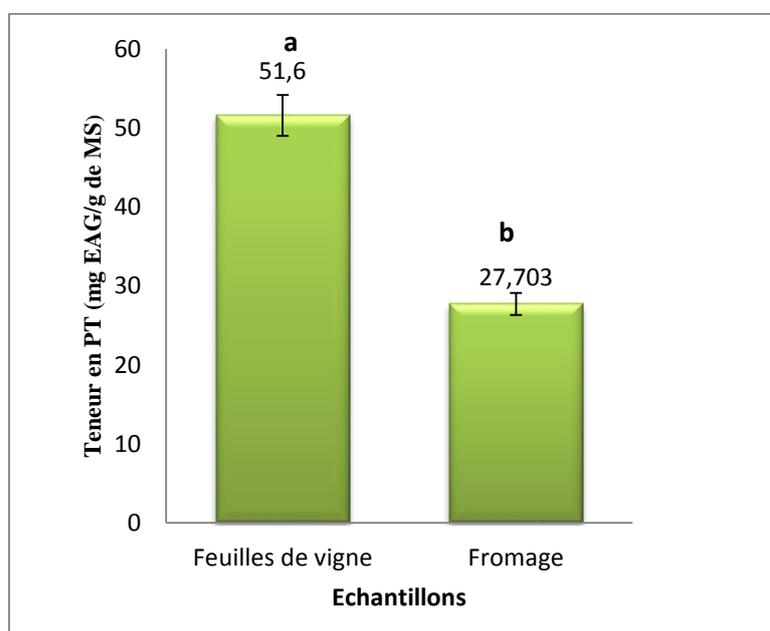


Figure 6: Teneurs en polyphénols totaux dans les feuilles de vigne et dans le fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne (PT: Polyphénols Totaux, EAG : Equivalent Acide Gallique, MS : Matière Sèche). Les lettres a et b indiquent des différences significatives ($p < 0,05$).

D'après les résultats portés dans la figure 6, la teneur en composés phénoliques dans l'extrait aqueux des feuilles de *Vitis vinifera* L. étudié est $51,6 \pm 2$ mg EAG /g MS.

Les résultats trouvés dans la présente étude sont dans l'intervalle donné par **Pantelic et al. (2017)** dans une étude réalisée sur 22 échantillons de feuilles de vigne récoltés dans différentes régions de Serbie qui est de 27,5 à 76 mg EAG/g MS. Par contre, ces résultats sont faibles par rapport à ceux rapportés par **Ryszard et al. (2008)** pour les feuilles de vigne du cultivar Chasselas rose; l'extraction étant réalisée avec l'acétone (80%) et le méthanol (80%) et a donné respectivement $72,8 \pm 0,8$ et $63,3 \pm 1,9$ mg/g MS. Cette différence pourrait être expliquée entre autres par la nature du solvant d'extraction utilisé. Dans une autre étude réalisée par **Bakhta et al. (2016)**, la teneur en polyphénols totaux, déterminée par LC/MS, est de $790,59 \pm 7,31$ mg EAG/g MS.

Nidalamin et al. (2017), dans leur étude sur l'influence du moyen de conservation sur la teneur en polyphénols totaux, ont trouvé que dans les feuilles fraîches de vigne cette teneur est $125,45 \pm 0,66$ mg EAG/g, $103,33 \pm 0,82$ mg EAG/g dans les feuilles congelées et $87,35 \pm 0,32$ EAG/g d'extrait dans les feuilles en conserve.

Selon **Katalinic et al. (2013)**, la teneur des polyphénols totaux est influencée par la variété et la période de collecte. Ainsi ils ont trouvé une teneur de 18.8 à 28.0 g EAG/L pour des échantillons récoltés au mois de Mai, 25.2 à 35.0 g EAG/L pour ceux récoltés au mois d'Août, et 32.5 à 46.7 g EAG/L pour ceux récoltés au mois de Septembre. Les auteurs ont utilisé les feuilles de six variétés de vigne.

D'après la figure 6, la teneur en polyphénols totaux du fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne est de $27,70 \pm 0,65$ mg/g MF. Nous remarquons qu'elle est inférieure à celle trouvée dans l'extrait aqueux des feuilles de vigne.

L'étude statistique a montré qu'il y a une différence significative entre les deux extraits analysés ($p < 0,05$).

Cela pourrait être expliqué entre autres par la teneur élevée en eau dans le fromage frais (82,2 %). D'ailleurs **Ribéreau-Gayon (1968)**, a noté que l'eau est une source de dégradation des polyphénols car elle entraîne leur oxydation.

II.2.2. Teneur en tanins totaux

Après un temps d'incubation de 24 heures à une température de 4°C, un précipité blanc a été formé correspondant à la protéine précipitée par les tanins. Le chlorure ferrique ajouté réagit avec les tanins et forment un complexe de couleur marron grisâtre. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 7.

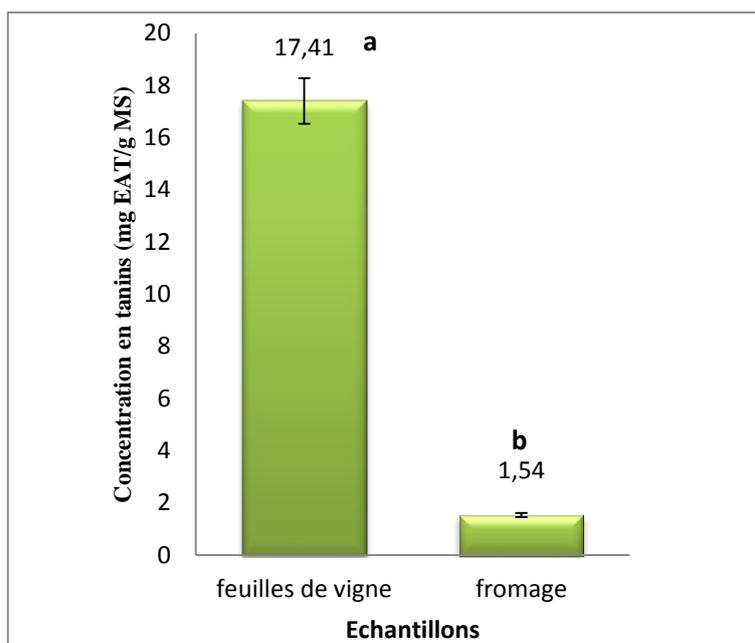


Figure 7: Teneurs en tanins dans les feuilles de vigne et dans le fromage enrichi avec les feuilles de vigne. (EAT : Equivalent Acide Tannique, MS : Matière Sèche). Les lettres a et b indiquent des différences significatives ($p < 0,001$).

D'après les résultats obtenus dans la présente étude, la teneur en tanins des feuilles de *Vitis vinifera* L. est de $17,41 \pm 0,52$ mg EAT/g MS. Alors que celle du fromage est de $1,54 \pm 0,27$ mg/g MS. L'étude statistique a montré qu'il y a une différence hautement significative entre les deux extraits analysés ($p < 0,001$).

Marouf et Reynaud, (2007), les tanins présentent une action défavorable sur la digestibilité des nutriments, notamment l'azote alimentaire, est expliqué par l'aptitude de ces derniers à se combiner avec les protéines alimentaires. Ceci les rend inattaquables par les enzymes protéolytiques.

II.3. Activité antioxydante

Différentes méthodes sont utilisées pour évaluer l'activité antioxydante d'un extrait, à savoir le test antiradicalaire du DPPH^{*} et le pouvoir réducteur au phosphomolybdate d'ammonium.

II.3.1. Test au DPPH^{*}

Ce test du pouvoir antiradicalaire est très utilisé pour évaluer l'activité antioxydante dans les systèmes biologiques (Molyneux, 2004).

Les résultats obtenus pour ce test sont présentés dans la figure 8.

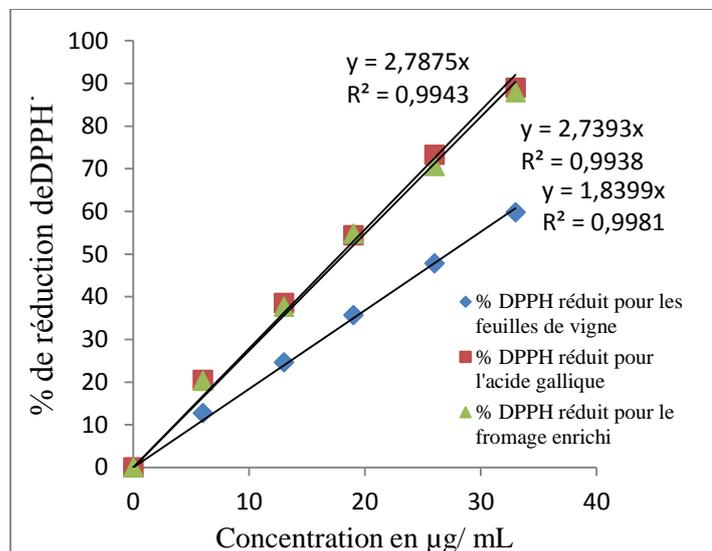


Figure 8:Activité antiradicalaire du DPPH^{*}

Les résultats de la figure 8 montrent que le pourcentage de réduction du radical DPPH^{*} augmente avec l'augmentation de la concentration en antioxydants. Il est plus élevé pour l'extrait de fromage frais et l'acide gallique que celui de l'extrait de feuilles de vigne.

Les résultats de ce test peuvent également être exprimés en termes d'IC₅₀ qui est défini comme étant la concentration de l'extrait nécessaire pour inhiber 50% du radical DPPH^{*} (Andrade *et al.* 2009). Une faible IC₅₀ correspond à une forte capacité réductrice (Chang *et al.* 2007). Plus il y a apport d'antioxydants, plus les radicaux DPPH^{*} sont réduits (Hayder *et al.* 2004).

La valeur de IC_{50} a été déterminée pour chaque extrait. Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure 9.

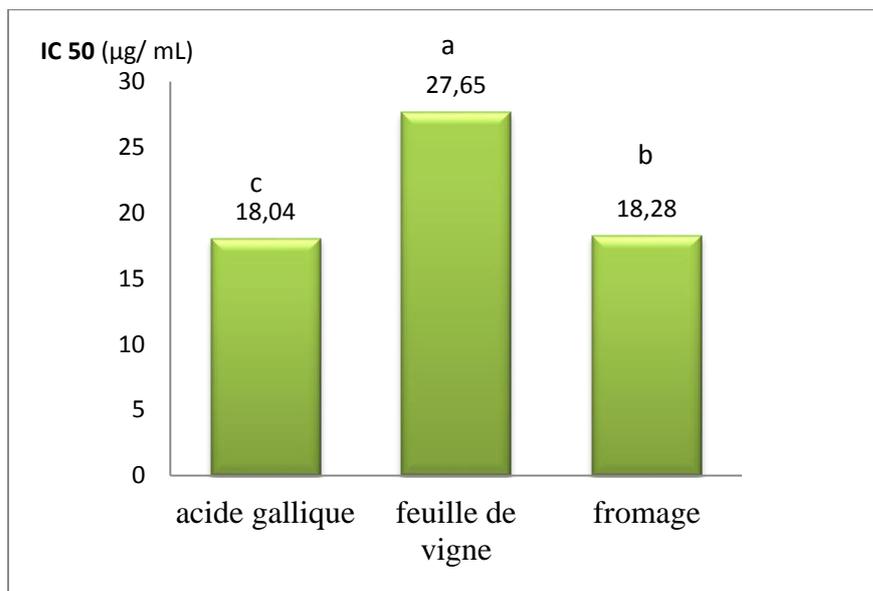


Figure : Histogramme des résultats des IC_{50} pour l'acide gallique, les feuilles de vigne et le fromage enrichi avec les feuilles de vigne hachées.

D'après les résultats obtenus, 50% du radical DPPH^{*} a été inhibé par une concentration de $27,65 \pm 0,74 \mu\text{g/mL}$ de l'extrait de feuilles de *Vitis vinifera*. Alors que l'extrait de fromage présente une IC_{50} plus faible, $18,28 \mu\text{g/mL}$. Quant au standard utilisé, qui est l'acide gallique, il présente un pouvoir antioxydant élevé avec une IC_{50} de $18,04 \pm 0,006 \mu\text{g/mL}$.

L'étude statistique a montré qu'il y a une différence significative entre les deux extraits analysés ($p < 0,05$). Elle a montré également qu'il y a une très forte corrélation entre le test antiradicalaire mesuré et la teneur en composés phénoliques totaux ($r = 0,99$) et les tanins ($r = 1$).

Les résultats rapportés par **Nidal Aminet al. (2017)** effectués sur des feuilles d'espèces différentes de *Vitis vinifera*. L. estiment que les extraits de feuilles fraîches possèdent une capacité antioxydante avec une valeur IC_{50} de $17,8 \pm 0,4 \mu\text{g/mL}$, tandis que les feuilles congelées avaient une valeur IC_{50} de $18,45 \pm 0,5 \mu\text{g/mL}$. Cependant, les échantillons en conserve possédaient une capacité antioxydante avec une valeur d' IC_{50} de $19,95 \pm 0,5 \mu\text{g/mL}$.

Bakhtaet al. (2016) rapportent que les extraits des feuilles de vigne possèdent une capacité antioxydante avec une valeur IC_{50} de $11,18 \mu\text{g/mL}$. Le solvant d'extraction utilisé est l'éthanol suivi par un séchage à l'étuve jusqu'à évaporation totale de l'extrait puis le résidu résultant est dissout dans du méthanol, la méthode de quantification utilisée étant l'HPLC.

Une autre manière de présenter les résultats est en équivalent acide gallique. Le pouvoir antiradicalaire des antioxydants contenus dans l'extrait des feuilles de vigne est de 0,0083 μg EAG/g MS et celui de l'extrait de fromage frais est de 0,0075 μg EAG/g MF.

II.2.3.2. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur mesure la capacité qu'a un antioxydant présent dans un extrait à donner un électron qui peut servir comme indicateur du potentiel de l'activité antioxydante. Le pouvoir réducteur peut être évalué par plusieurs tests à savoir la réduction de chlorure ferrique et le test de réduction de molybdate (Sahreen et al. 2010 ; Olievera et al. 2008).

Le résultat du test du pouvoir réducteur de l'extrait des feuilles de vigne et de l'acide gallique par le molybdate d'ammonium est présenté dans la figure 10.

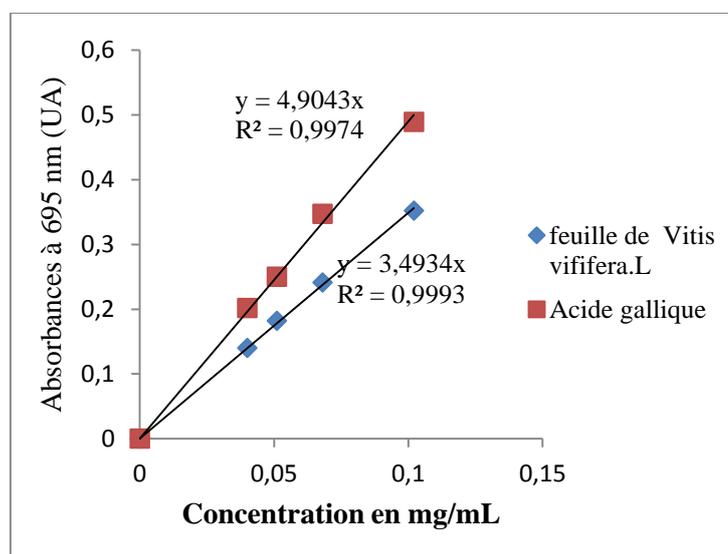


Figure 10: Pouvoir réducteur de l'extrait des feuilles de *Vitis vinifera* par le phosphomolybdate d'ammonium.

La figure 10 montre que le pouvoir réducteur des deux extraits augmente avec l'augmentation de la concentration de ces extraits.

La capacité réductrice des antioxydants présents dans l'extrait de feuilles de vigne vis-à-vis du molybdate d'ammonium est en moyenne de $0,028 \pm 0,0005$ mg EAG/mL de MS.

D'après les travaux de Katalinic et al. (2013), le pouvoir réducteur de l'extrait des feuilles de *Vitis vinifera* présente une concentration de 63.6 à 183.5 mmol ET/L d'extrait. Ces auteurs ont noté que le test du pouvoir réducteur est un bon indicateur de la capacité antioxydante.

Le résultat du test du pouvoir réducteur de l'extrait de fromage par le molybdate d'ammonium est présenté dans la figure 11.

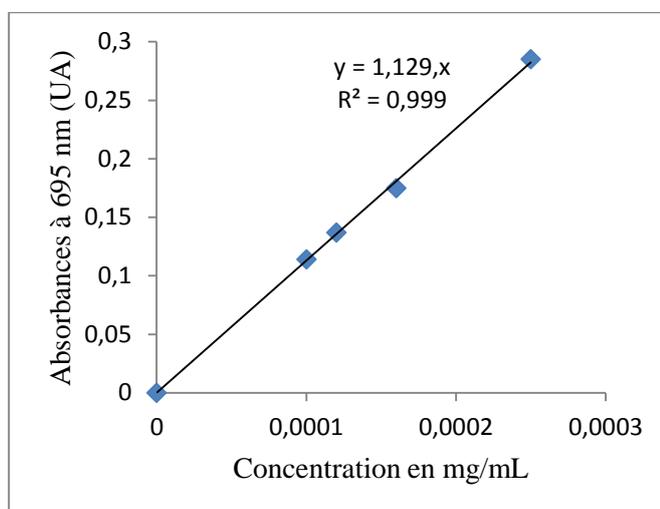


Figure 11: Pouvoir réducteur de l'extrait de fromage enrichi avec les feuilles de vigne par le phosphomolybdate d'ammonium.

D'après les résultats obtenus pour l'extrait de fromage enrichi, l'augmentation de la concentration est proportionnelle à l'augmentation de l'absorbance. Donc nous remarquons que le pouvoir réducteur au phosphomolybdate d'ammonium de l'extrait de fromage enrichi augmente.

Une comparaison ne peut pas être faite entre le pouvoir réducteur de l'extrait de poudre de feuilles de vigne et l'acide gallique avec l'extrait de fromage enrichi avec les feuilles de vigne parce que ces derniers ne se présentent pas dans la même gamme de concentration.

Bakhta et al. (2016) ont signalé que la composition chimique et les activités biologiques des fruits et des graines du raisin ont fait l'objet d'une enquête approfondie. Tandis que les études qui s'intéressent à l'analyse quantitative des composés trouvés dans les feuilles de *V. vinifera* et ses effets biologiques sont très peu étudiées.

II.4. Analyses microbiologiques

II.4.1. Nombre des micro-organismes

L'objectif des analyses microbiologiques est de garantir une certaine sécurité hygiénique et un niveau de qualité organoleptique, pour cela lorsqu'un produit est destiné à la consommation, le niveau de contamination de celui-ci doit être réduit le plus possible par un choix judicieux de la matière première et une surveillance constante de toutes les étapes de la fabrication.

Un contrôle de qualité microbiologique a été effectué aux échantillons (lait et fromage A, B, C, D, E, F) étudiés pour déterminer leur qualité hygiénique et les résultats obtenus sont résumés dans le tableau VII.

Tableau VII: Résultats des analyses microbiologiques des différents échantillons.

Germes	Résultats de la lecture	Normes
FTAM	Fromages : absence	/
	Lait : 2×10^3 UFC/mL	10^5 UFC/mL(JORA, 1998)
Coliformes totaux	Fromages : absence	10^2 UFC/g (AFNOR, 1985)
	Lait : absence	10 UFC/mL(JORA, 1998)
Clostridium sulfite réducteur	Fromages : absence	Absence(JORA, 1998)
	Lait : absence	Absence (JORA, 1998)
Levures et moisissures	Fromages : absence	/
	Lait : absence	/

L'analyse microbiologique du lait cru montre un nombre de germes totaux de 2×10^3 UFC/mL.

Tous les résultats des analyses microbiologiques effectuées sur les différents échantillons sont conformes aux normes du **JORA (1998)** et de l'**AFNOR (1985)**.

L'absence totale des coliformes totaux, Clostridium sulfite réducteur, levures et moisissures dans les échantillons s'explique par le bon déroulement de la collecte et du transport du lait dans des conditions hygiéniques. Concernant le fromage, cet absence s'explique par l'efficacité du traitement thermique qui a permis la destruction de la totalité de ces micro-organismes aérobies mésophiles dénombrés au préalable dans le lait cru, en plus du respect des mesures hygiéniques durant les étapes d'élaboration du fromage.

II.4.2. Test d'antibiotique

La recherche d'antibiotiques dans le lait cru de vache a été effectuée avec la méthode **Beta star** décrite selon l'**AFNOR**. Le résultat obtenu est présenté dans la figure 12.



Figure 12: Résultat du test de la recherche d'antibiotiques dans le lait cru.

La figure 12 montre l'apparition de bandes rose sur la tigette correspondant à l'absence des beta-lactames et de tétracycline dans le lait de vache cru. Ceci nous renseigne sur l'état sanitaire des vaches et l'absence d'antibiotique.

II.5. Analyse sensorielle

En vue de faire l'analyse sensorielle des six échantillons formulés, ces derniers sont présentés dans des flacons propres et hygiéniques, transparents et codés comme suit :

A : fromage frais témoin ;

B : fromage frais enrichi en feuilles de vigne séchée ;

C : fromage frais enrichi en feuilles de vigne séchée et huile d'olive ;

D : fromage frais enrichi en feuilles de vigne séchée et ail ;

E : fromage frais enrichi en feuilles de vigne séchée et persil ;

F : fromage frais enrichi en feuilles de vigne séchée, persil, ail, et huile d'olive.

La quantité de fromage frais présentée de chaque échantillon pour les dégustateurs était en quantité suffisante pour effectuer toute les analyses et répondre aux caractéristiques mentionnées dans le questionnaire d'évaluation (annexe I.1).

Les données rassemblées à partir des questionnaires distribués aux juges, ont été traitées en utilisant le logiciel XL STAT version 2014, qui est un outil complet d'analyse de données et de statistiques, impliqués dans les études de marketing et l'analyse du comportement des consommateurs. Ce logiciel utilise Microsoft Excel comme une interface de récupération des données et d'affichage des résultats. Cependant, tous les calculs mathématiques sont réalisés en dehors d'Excel. L'accès aux différents modules est possible grâce à des menus et à des barres d'outils (Addinsoft, 2013).

Les principales fonctionnalités de ce logiciel utilisées pour interpréter les résultats de l'analyse sensorielle effectuée sont:

Plan d'expérience, Caractérisation de produits, Analyse en composante principale (ACP), Classification ascendante hiérarchique (CAH) et Préférence MAPPING (PREFMAP).

II.5.1. Test du plan d'expériences

La planification expérimentale est une étape fondamentale pour quiconque veut s'assurer que les données collectées seront exploitables dans les meilleures conditions statistiques possibles.

Il est conçu pour créer un plan d'expériences optimal, ou quasi-optimal, dans le cadre d'expériences visant à modéliser les préférences d'un ensemble de consommateurs ou d'experts pour différents produits (HUSSON *et al*, 2009).

La procédure de génération d'un plan d'expérience est lancée (tableau VIII).

Tableau VIII: Evaluation du plan d'expériences.

A-Efficacité	1,000
D-Efficacité	1,000

Après la génération du plan d'expérience pour l'analyse sensorielle, les valeurs des deux critères A- Efficacité et D- Efficacité sont affichées, ce qui implique que le plan d'expérience optimal a été trouvé, ce qui valide les autres tests d'XLSTAT-MX.

II.5.2. Caractérisation du produit

Il s'agit d'identifier les descripteurs qui discriminent le mieux les produits et de déterminer leurs caractéristiques en fonction des préférences du jury. Quand ça apparaît en bleu, c'est que le coefficient du descripteur est positif (apprécié) ; en rouge, le coefficient est significativement négatif (non apprécié). Alors qu'en blanc, ça signifie que les caractéristiques détectées sont non significatif (moyennes) (HUSSON *et al*, 2009).

II.5.2.1. Pouvoir discriminant par descripteur

Ce test affiche les descripteurs qui sont ordonnés de celui qui a le plus fort pouvoir discriminant sur les produits à celui qui en a le plus faible (de gauche à droite).

Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 13.

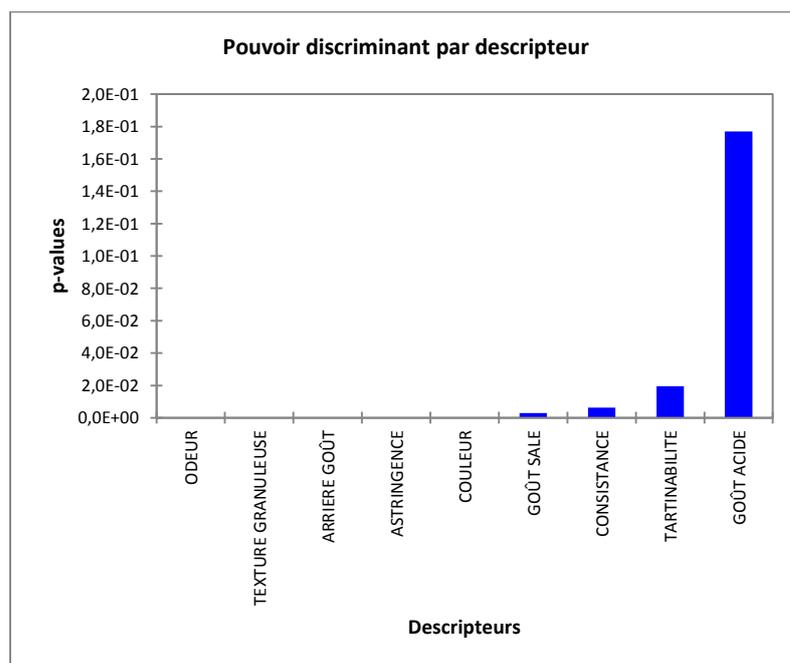


Figure 13: Pouvoir discriminant par descripteur.

Selon les résultats présentés dans la figure 13, nous remarquons que l'odeur, la texture granuleuse, l'arrière-goût, l'astringence et la couleur sont les descripteurs qui ont le plus fort pouvoir discriminant sur les six produits. Cela signifie que les sujets experts ont constatés des différences entre les caractéristiques précédentes. Le pouvoir discriminant du goût salé, la consistance et la tartinabilité sont moyens, cependant le descripteur goût acide est celui qui a le pouvoir discriminant le plus faible.

D'une manière générale, nous concluons que les six échantillons de fromage ont des descripteurs différents qui les distinguent les uns des autres à l'exception de la saveur acide.

II.5.2.2. Coefficients des modèles

Ce test montre pour chaque descripteur et pour chaque produit, les coefficients du modèle sélectionné (annexe II).

Six histogrammes sont obtenus, chaque histogramme correspond à un produit donné.

La figure 14 présente les histogrammes correspondants aux fromages B et F.

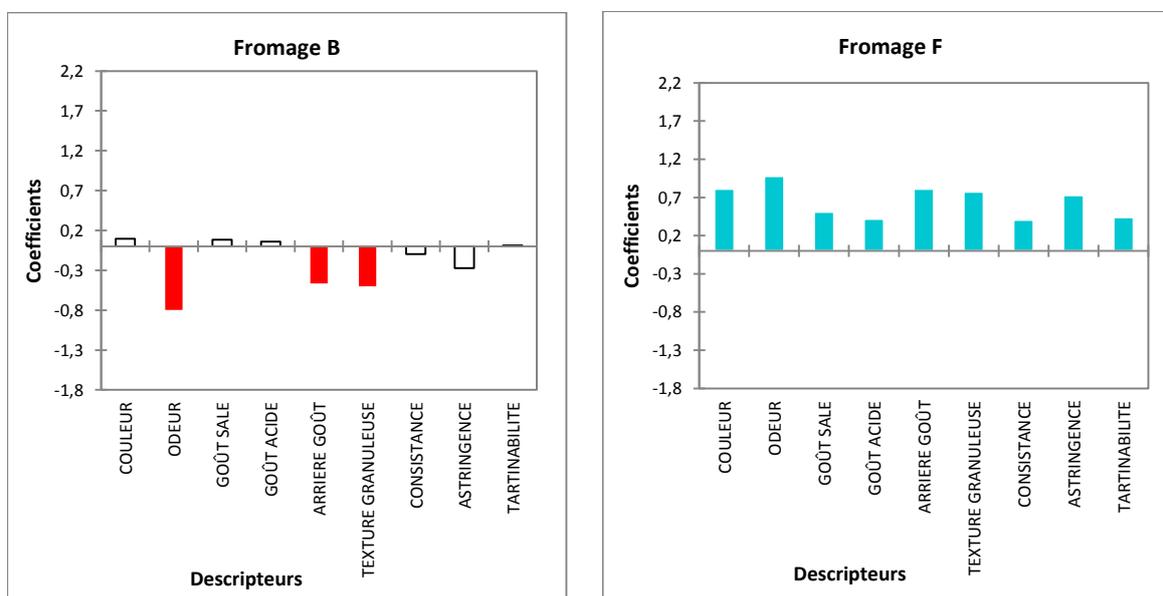


Figure 14 : Histogrammes montrant les coefficients des modèles d'échantillons des fromages **B** et **F**.

L'ensemble des résultats obtenus sont :

- Fromage B (fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne séchées) : la figure illustre que ce fromage a une odeur, un arrière-goût et une texture granuleuse faible

(en rouge). En blanc, sont affichées les caractéristiques qui ne sont pas significatives.

- Fromage **F** (fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne séchées, persil, ail, et huile d'olive): En bleu, sont présentées toutes les caractéristiques, dont le coefficient est significativement positif. Donc le fromage F est caractérisé par sa forte odeur et sa couleur intense. Il est ferme, facile à tartiner et astringent avec une texture granuleuse.
- Fromage **E** (fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne séchées et persil) : Le graphique de cet échantillon présente les mêmes caractéristiques dont le coefficient est significativement positif que le fromage F excepté la couleur, l'odeur et le goût acide qui ne sont pas significatifs (annexe II).
- Fromage **C** et **D** (fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne séchées et huile d'olive, fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne séchées et ail, respectivement) : Ils présentent presque les mêmes caractéristiques concernant le goût acide, l'arrière-goût, la texture granuleuse, la consistance et la tartinabilité dont le coefficient est non significative. Le goût salé est faible pour le fromage **C** qui peut être masqué par l'huile d'olive ajouté, contrairement au fromage **D** qui présente un caractère dont le coefficient est significativement positif qui est l'odeur probablement dû à l'ail incorporé (annexe II).
- Fromage **A** (fromage frais témoin) : Les caractéristiques dont le coefficient est significativement négatif (en rouge). A l'exception du goût salé et acide qui sont non significatifs, donc il est caractérisé par une couleur blanchâtre, ne présente pas d'arrière goût, odeur et d'astringence (annexe II).

II.5.2.3. Moyennes ajustées par produit

L'objectif de ce test est de définir les moyennes ajustées calculées à partir du modèle pour chaque combinaison descripteur-produit

Les résultats des moyennes ajustées par produit sont présentés dans le tableau IX.

Tableau IX : Moyennes ajustées par produit.

	Cn	Tr	T.Gr	G.Ac	Asg	Ar.G	Clr	G.slé	Odr
F	3,929	3,071	3,357	2,500	3,143	3,286	3,357	2,929	3,714
E	4,000	3,143	3,429	2,286	3,071	3,071	2,929	2,857	2,500
D	3,500	2,500	2,786	2,000	2,000	2,857	2,071	2,357	4,071
B	3,429	2,643	2,071	2,143	2,143	2,000	2,643	2,500	1,929
C	3,214	2,286	2,429	1,786	2,357	2,357	2,571	1,786	2,643
A	3,071	2,143	1,429	1,786	1,786	1,286	1,714	2,071	1,571

Cn : Consistance, **Tr** :Tartinabilité, **T. Gr** : Texture Granuleuse, **G. Ac** : Goût acide, **Asg** : Astringence, **Ar. G** : Arrière-goût, **Clr** : Couleur, **G.slé** : Goût salé, **Odr** : Odeur.

Le tableau des moyennes ajustées par produit permet de ressortir les moyennes lorsque les différents produits et les caractéristiques sont croisés. Les cellules en bleu sont les moyennes qui sont significativement plus grandes que la moyenne globale, et en rouge celles qui sont significativement plus petites que la moyenne globale. Les résultats sont comme suit :

- Pour les fromages **F** et **E** : Ils ont des moyennes qui sont significativement élevées par rapport à la moyenne globale donnée, c'est-à-dire les plus préférés par le jury.
- Pour les fromages **D** et **B** : Ils présentent des moyennes qui ne sont pas significatives par rapport à la moyenne globale, en rouge ce sont les moyennes qui sont significativement petites à celle globale. Le fromage **D** présente une odeur très forte, probablement dû à l'ail.
- Le fromage **C** : Il présente des moyennes non significatives par rapport à la moyenne globale de préférence du jury, la moyenne du goût salé est significativement petite à celle globale, il est probablement dû à l'ajout d'huile d'olive qui a masqué sa perception.
- Pour le fromage **A** : Les différents descripteurs ont une moyenne significativement petite à la moyenne globale de la préférence du jury. C'est un fromage frais témoin à qui rien n'a été rajouté excepté le sel.

II.5.2.4. Cartographie des préférences (Préférence MAPING)

La cartographie externe des préférences (en anglais External Preference Mapping - PREFMAP) permet de visualiser sur une même représentation graphique d'une part des objets (produits), et d'autre part des indications montrant le niveau de préférence du jury expert en certains points de l'espace de représentation.

N.B : Les données utilisées sont celles du jury expert pour l'Analyse en composantes principales(ACP) et pour la Classification ascendante hiérarchique (CAH).

❖ Analyse en composantes principales

L'ACP peut être considérée comme une méthode de projection qui permet de projeter les observations, depuis l'espace à p dimensions des p variables vers un espace à k dimensions, ($k < p$) tel qu'un maximum d'informations soit conservée (l'information est ici mesurée à travers la variance totale du nuage de points) sur les premières dimensions. Si l'information associée aux 2 ou 3 premiers axes représente un pourcentage suffisant de la variabilité totale du nuage de points, nous pourrons représenter les observations sur un graphique à 2 ou 3 dimensions, facilitant ainsi grandement l'interprétation (**Jolliffe, 2002**).

La carte présentée dans la figure 15 permet de présenter les corrélations entre les variables et les facteurs par l'ACP.

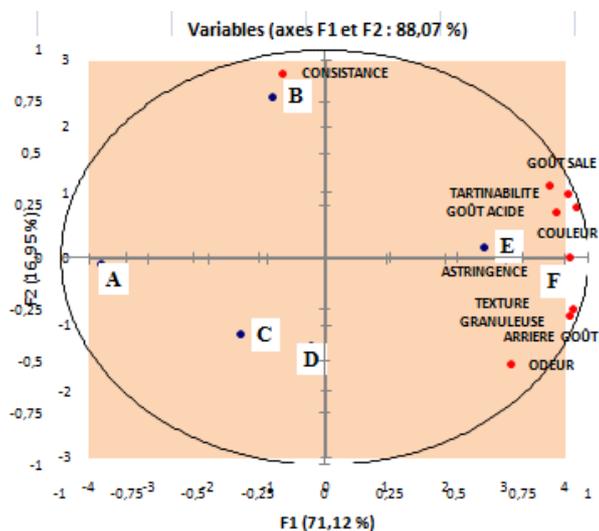


Figure 15:Corrélations entre variables/facteurs et Coordonnées des observations.

La figure 15 est le résultat de la superposition de deux cartes obtenues (corrélations entre variables/facteurs et coordonnées des observations), dont la qualité est assez bonne puisqu'elles permettent de représenter 88.07% de la variabilité et de l'observation, permettent de constater que les produits ont été perçus par les experts comme assez différents. Etant donné que cette figure montre que tous les descripteurs sont présentés dans le cercle.

Les descripteurs sont significativement positivement corrélés puisque elles sont proches les unes par rapport aux autres excepté la consistance.

Les descripteurs et les produits sont présentés sur la carte, cette dernière permet ainsi l'identification des tendances sur la base des variables des descripteurs. Il est constaté que les fromages E et F semblent partager des caractéristiques en regardant les données et il est perçu qu'ils sont légèrement salés, fermes, astringents, avec une odeur légèrement forte ; le fromage B a une consistance moyenne, les fromages A, C et D sont significativement négativement corrélés, c'est-à-dire que les descripteurs sont d'une intensité moyenne.

❖ Classification ascendante hiérarchique (CAH)

Des regroupements successifs produisent un arbre binaire de classification (dendrogramme), dont la racine correspond à la classe regroupant l'ensemble des individus. Ce dendrogramme représente une hiérarchie de partitions. Ce qui permet de choisir une

partition en tronquant l'arbre à un niveau donné, le niveau dépendant soit des contraintes de l'utilisateur (l'utilisateur sait combien de classes il veut obtenir), soit de critères plus objectifs (Everitt et al., 2001).

Le graphe de la figure 16 permet de représenter le profil des différentes classes créées.

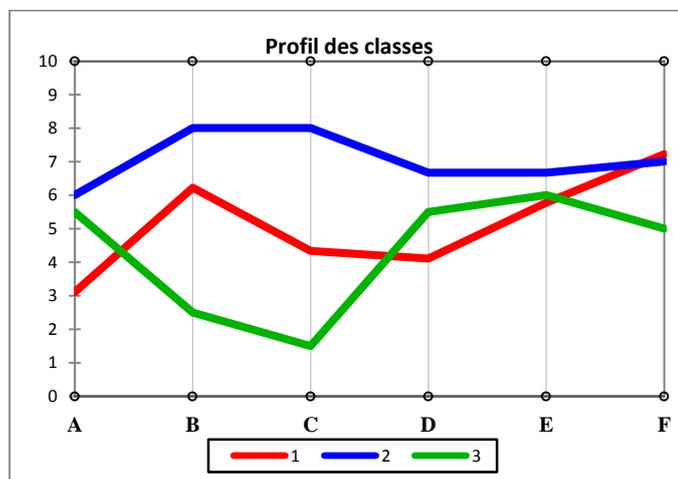


Figure 16: Profil des classes créées.

L'application de l'analyse des données CAH génère plusieurs tableaux et graphes. Le graphe du profil des classes (réalisé à partir des données de préférences) permet de comparer visuellement les moyennes des différentes classes créées (annexe II).

- La classe 1 : Préfère en première position le fromage F suivi par le fromage E ;
- La classe 2 : Préfère le fromage B et C de la même manière suivi par le fromage F ;
- La classe 3 : Préfère en première position le fromage E suivi par le fromage D.

❖ Synthèse de mapping d'appréciation

Les résultats de cette analyse sont présentés dans les tableaux X et XI, et la figure 17

Tableau X : Objets classés par ordre croissant de préférence.

CLASSE1	CLASSE2	CLASSE3
A	A	C
C	D	B
D	E	F
B	F	A
E	C	D
F	B	E

Tableau XI : Pourcentage de juges satisfaits pour chaque objet.

OBJET	%
A	0%
B	67%
C	33%
D	33%
E	100%
F	100%

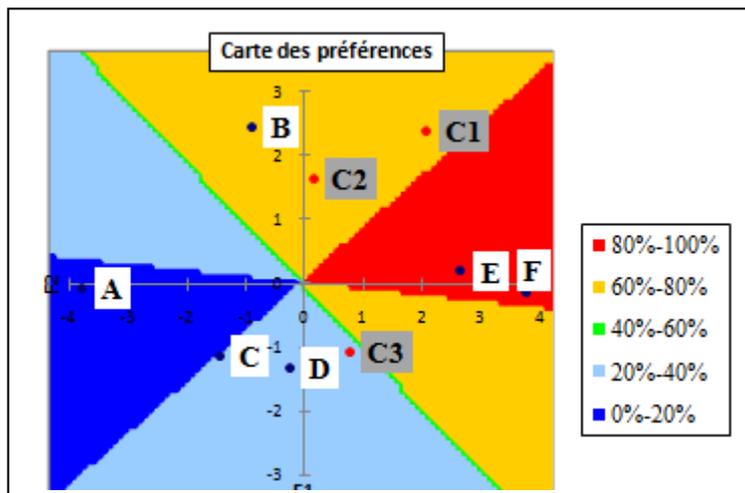


Figure 17: Courbe de niveau et carte des préférences.

- ✓ Le tableau X : correspond à la classification des objets (fromage) par ordre croissant des préférences. Le fromage **F** est le plus préféré pour la classe 1 et 3, et pour la classe 2 le fromage le plus préféré est le **B**.
- ✓ Le tableau XI : correspond aux pourcentages de satisfaction des juges pour chaque produit. Les deux fromages **E** et **F** ont un pourcentage de satisfaction de 100%, suivi du fromage **B** avec un pourcentage de 67%, les fromages **C** et **D** ont un pourcentage faible qui est égal à 33%, le dernier fromage qui n'a pas été préféré est le **A**. Cela veut dire que les fromages **A**, **C** et **D** sont les moins appréciés.
- ✓ D'après la courbe de niveau (figure 17) et la carte des préférences, les classes 1 et 2 aiment le fromage **B** qui est caractérisé par sa texture lisse en bouche, l'absence d'odeur et la faible perception d'un arrière-goût, la classe 3 aime les fromages **C** et **D** qui sont caractérisés par un goût salé faible pour le fromage **C** et une odeur d'ail qui a été appréciée pour le fromage **D**.

A la lumière des résultats de l'analyse sensorielle, nous concluons que les juges apprécient les fromages **F** et **E** enrichis en feuilles de vigne, l'ail, persil, huile d'olive (**F**) et le fromage enrichi de feuilles de vignes et de persil (**E**) vue leur couleurs intenses, odeurs, facile à tartiner et texture. Suivi du fromage enrichie de feuilles de vignes seulement (**B**) moyennement apprécier (67%), ensuite les fromages **C** et **D** qui sont enrichis par l'ail et l'huile d'olive respectivement moins appréciés (33%).

Le fromage (**A**) qui correspond au fromage témoin (aucun enrichissement) n'est pas apprécié 0%.

Conclusion et perspectives

Conclusion et perspectives

La présente étude a permis d'élaborer et d'évaluer les paramètres physico-chimiques, microbiologiques et sensoriels de six fromages frais différents selon l'ingrédient ajouté.

L'ingrédient commun étant les feuilles de vigne. Une étude phytochimique (dosage des polyphénols totaux et des tanins, ainsi que l'évaluation de l'activité antioxydante) a été également réalisée pour les extraits aqueux de feuilles de vigne et de fromage frais enrichi.

Les résultats des analyses physico-chimiques et microbiologiques ont montré que les six fromages frais sont propres à la consommation et possède une qualité satisfaisante et conforme aux normes en vigueur.

L'analyse sensorielle réalisée montre que parmi les six fromages élaborés, c'est le fromage F enrichi en feuilles de vigne, ail, persil et huile d'olive qui est le plus apprécié par tous les jury expert.

Les résultats des dosages phytochimiques montre que l'extrait des feuilles de vigne contient une teneur de 51,6 mg EAG/g MS en polyphénols totaux et 17,41 mg EAT/g MS en tanins, alors que l'extrait du fromage frais présente 27,7 mg EAG/g MS de polyphénols totaux et 1,54 mg EAT/g MS de tanins.

L'évaluation des propriétés antioxydantes par le pouvoir réducteur au phosphomolybdate d'ammonium et le test antiradicalaire du DPPH' révèle que l'extrait de fromage enrichi avec des feuilles de vigne manifeste une forte activité antioxydante par rapport à l'extrait de feuilles de vigne.

Les résultats de la présente étude restent préliminaires. Il serait donc intéressant d'approfondir cette étude en faisant :

- Etude de la formulation du fromage frais par le plan d'expériences pour trouver la meilleure formule possible ;
- Utilisation de la présure pour faire cailler le lait ;
- Etude des propriétés rhéologiques et structurales du fromage ;
- Dosage des chlorures ;
- Caractérisation de l'extrait de vigne.

Références bibliographique

Bibliographie



- **ADDINSOFT, (2013).** XLSTAT, Analyse de données et statistique avec Mx Excel. Addinsoft, NY, USA.
- **ABDEL-HAMEED E.S, (2009).** Total phenolic contents and free radical scavenging activity of certain Egyptian Ficus species leaf samples. *Food Chemistry*, 114: 1271-1277.
- **AFNOR, (1980).** de la qualité des produits laitiers-analyses physico-chimique.
- **AFNOR, (1985).** Contrôle de la qualité des produits laitiers-analyses physico-chimique, 3^{ème} édition.
- **AFNOR, (1999).** Lait et produit laitier. Méthode d'analyses recueil des normes françaises.
- **AFNOR, (2005).**Dossier de reconduction du test beta-star.
- **ALAIS C, (1984).** Science du lait. Principes des techniques laitières. Ed sepaic , 814p.
- **ANDRADE D, GIL C, BRIETENFELD L, DOMINGUES F ET DUARTE A.P, (2009).** Bioactive extracts from citrus Iadamifer and Arbutus unedo L. Industrial corp and products journal, (30): 165-167
- **ANONYME, (2003).** Règlement (CE) n° 2065/2003 du parlement européen et du conseil du 10 novembre 2003 relatif aux arômes de fumée utilisés ou destinés à être utilisés dans ou sur les denrées alimentaires.
- **ANONYME, (2005).** Ministère Du Commerce. Guide des déterminations analytiques des laits et produits laitiers Elaboré par la Direction Générale du contrôle Economique et de la Répression des Fraudes juin 2005.
- **ANONYME, (2009).** Petit Larousse Des Plantes Médicinales
- **AOUF M.B., (1972).** La reconversion-reconstitution du vignoble algérien. In. La vigne et le vin : CIEHAM (Options Méditerranéennes), 65-67 p.

Bibliographie

-B-

- ✚ **BAKHTA AOUEY, AMIRA MAHJOUBI SAMET, HAMADI FETOUI, MONIQUE S.J. SIMMONDS, MOHAMED BOUAZIZ, (2016).** Anti-oxidant, anti-inflammatory, analgesic and antipyretic activities of grapevine leaf extract (*Vitis vinifera*) in mice and identification of its active constituents by LC–MS/MS analyses. *Biomedicine & Pharmacotherapy* 84 (2016) 1088–1098
- ✚ **BARS – BAILY SL, BAILY JD et BRUGERE, (1979).** Hygiène et industrie des aliments. Ecole nationale vétérinaire de Toulouse. 23 chemin des Capelle, F – 31075 Toulouse CODEX 3.P.p.12.
- ✚ **BAUER W.J, BADOUD R, LOLIGER J, ETAURNAUD A, (2010).** Science et ère Technologie des Aliments, chap. 3 Lipides, chap. 11 Analyse Sensorielle, 1 éd. Presses polytechniques et universitaires, Italie, ISBN : 978-2-288074-754-1, p. 636-643, p. 167-168.
- ✚ **BLOIS M.S, (1958).** Antioxidant determinations by the use of a stable free radical. *Nature* 26, 1199–1200.
- ✚ **BOIZOT N et CHARPENTIER J.P, (2006).** Méthodes rapides d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Cahier des techniques de l'INRA*. pp : 79-82.
- ✚ **BOTTON B, BRETTON A, FEVR M, GAUTHIERPH, LARPENT J.P, RAYMAND P, SANGHIER J.J, NAYSSIERY et VEAUP, (1990).** Les moisissures utiles et nuisibles. Importance industrielle. Edition Masson (2eme édition).
- ✚ **BOUGATEF A, HAJJI M, BALTI R, LASSOUED I, TRIKI-ELLOUZ Y, NASRI M, (2009).** Antioxidant and free radical-scavenging activities of smooth hound (*Mustelus mustelus*) muscle protein hydrolysates obtained by gastrointestinal proteases. *Food Chem* 114, 1198-1205.

Bibliographie

- ✚ **BOUQUET A, BOURSIQUOT JM, (1996).** La conservation des ressources génétiques de la vigne. *Journal International des Sciences de la Vigne et du Vin.* 41-45p
- ✚ **BOURGEOIS C, MESCLE J.F et ZUCAM, (1990).** Microbiologie Alimentation ; Aspects microbiologiques de la sécurité et de la qualité alimentaire. Techniques et Documentation, Lavoisier, Paris, 422p.
- ✚ **BOURGOU S, KSOURI R, BELLILA A, SKANDRANI I, FELLEH H et MARZOUK B, (2008).** Phenolic composition and biological activities of Tunisian *Nigella stavia L.* shoots and roots. *Compte rendus biologiques*, 331:48-55
- ✚ **BUCIC-KOJIC A, PLANINIE M, TOMAS S, BILLIE C ET VELLIE D, (2007).** Study of solid-liquid extraction kinetics of total polyphenols from grape seeds. *Journal of Food Engineering*, 81,236-242.
- C-
- ✚ **CAROLE L. VIGNOLA, (2002).** science et technologie du lait : transformation du lait. *Presses internationales polytechnique.* Canada. 54-55p.
- ✚ **CHAABI MEHDI, (2008).** Etude phytochimique et biologique d'espèces végétales africaines : *euphorbia stenoclada* baill. (euphorbiaceae), *anogeissus leiocarpus* guill. & perr. (combretaceae), *limoniastrum feei* (girard) batt. (plumbaginaceae). Thèse de doctorat.
- ✚ **CHAN E. W. C, LIM Y. Y, WONG S. K, LIM K. K, TAN S. P, LIANTO F. S, ET YONG M. Y, (2009).** Effects of different drying methods on the antioxidant properties of leaves and tea of ginger species. *Food Chemistry*, 113(1), 166-172.
- ✚ **CHANG H.C, HUANG G.J, AGRAWAL D.C, WU C.R, et TSAY H.S, (2007).** Antioxydant activities and polyphénol contents of six folk medicinal ferns used as "Gusuibu". *Botanical Studies.* 48: 397-406.

Bibliographie

- 🇫🇷 **CHAUVET.M et REYNIER. A, (1979).** Manuel de viticulture Coll. D'enseignement agricole. *Ed. Paris Baillière*, 351p.
- 🇫🇷 **CONFORTI F. STATTI G. UZUNOV D. ET MENICHINI F, (2006).** comparative chemical composition and antioxidant activities of wild and cultivated *Laurus nobilis* L. leaves and *Foeniculum vulgare* subsp. *Pipertum* (Ucria) coutinho seeds. *Biological and Pharmaceutical Bulletin*. 29 (10): 2056-2064.

-D-

- 🇫🇷 **DEFLEURES M, (1980).** Accident et défaut des fromages à pâte molle remèdes à apporter. Publication de la société Lacto – France.
- 🇫🇷 **DIATTA O, (2005).** Etude de la qualité des laits caillés artisanaux fabriqués par le G.I.E. des éleveurs de Nguekokh. Mémoire DEA/production animale: Dakar ; N° 03. EISMV. 31p.
- 🇫🇷 **DOUIK R, ETTRIQUI A et ZRELLI S, (2003).** Relation entre le test à l'alcool et la qualité du lait à la réception. *Microb. Hyg. Alim.*, **15(42)**:19-26
- 🇫🇷 **DUBRAY M, (2010).** Guide des contre-indications des plantes médicinales. *Ed Lucien souny*. 293p
- 🇫🇷 **DULOR JP, (2002).** La France aux 400 fromages. Ecole National Agronomique de Montpellier. France.

-E-

- 🇫🇷 **ECK ANDRE, (1987).** Le fromage, Lavoisier, 2eme édition, Paris. P. 529.
- 🇫🇷 **ECK et GILLIS JC, (2006).** Le fromage, Lavoisier, 3eme édition, Paris. P.874.
- 🇫🇷 **EL GALIOU OUIAM, ZANTAR SAID, BAKKALI MOHAMME, (2015).** Chemical and microbiological characteristics of traditional home made fresh goat cheeses from Northern Morocco. *Small Ruminant Research*, vol. 129, p. 108-113.

Bibliographie

- ✚ **EVERITT B.S, LANDAU S, LEESE M, (2001).** Cluster analysis, 4ème Ed. Arnold, London, p. 35- 42.

-F-

- ✚ **FAO, (1995).** Le lait et les profits laitiers dans la nutrition humaine, Rome. 262p.
- ✚ **FAO, (2012).** Food and Agriculture Organization (<http://www.faostat.fromage.org>) (Consulté en Mai 2017).

-G-

- ✚ **GALET P, (2000).** Dictionnaire encyclopédique des cépages: Hachette.
- ✚ **GHAFOOR K, PARK J et CHOI Y.H, (2010).** Optimization of supercritical fluid extraction of bioactive compounds from grape (*Vitis labrusca B.*) peel by using response surface methodology. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11: 485–490.
- ✚ **GROSPIRON P, (1988).** Les industries agricoles et alimentaires. *Tech et Doc, Lavoisier*, Paris. 354p
- ✚ **GUIRAUD J.P, (2003).** Microbiologie alimentaire. *Tec & Doc, Dunod*. Paris. P 90-92.

-H-

- ✚ **HAGERMAN A.E, BUTLER L.G, (1989).** Choosing appropriate methods and standards for assaying tannin. *Journal of chemical ecology* 15:1795-1810.
- ✚ **HAGERMAN A.E, BUTLER L.G, (1978).** Protein precipitation method for the quantitative determination of tannins. *Journal of Agriculture Food and chemistry* 26 (4), 809-812.
- ✚ **HAYALOGLU A. A et FARKYE N. Y, (2011).** Cheese with Added Herbs, Spices and Condiments.

Bibliographie

- ✚ **HAYDER N, ABDELWAHED A, KILANI S, BENAMMAR R, MAHMOUD A, GHEDIR K ET CHEKIR GHEDIRA K, (2004).** Antigenotoxic and free radical scavenging activities of extracts from (Tunisian) *Myrtus communis*. *Mutation Research*. **564**:89-95.
- ✚ **HUSS H.H, (1996).** Assurance de la qualité des produits de la mer.Ed. Food and Agriculture org. 186p.
- ✚ **HUSSON F LÊ S et PAGÈS J, (2009).** SensoMineR dans Evaluation sensorielle – Manuel méthodologique, 3^{ème} éd. Lavoisier, vol. 23, p. 16.

-I-

- ✚ **I.T.A.F, (2000).** Guide variétal de la vigne. Boufarik- blida. Algerie.

-J-

- ✚ **J.O.R.A, (1998).** Journal officiel de la république algérienne n° 35 (arrêté interministériel du 24 janvier 1998 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires).
- ✚ **JACQUES M, (1998).** Initiation à la physico-chimie du lait. Technique et documentation. P. 338.
- ✚ **JEANTET R ; CROGUENNET T ; SCHUCK P ; BRULE G, (2006).** Science des aliments : Technologie des produits alimentaires. *Tech et Doc, Lavoisier, Paris*.40-55p.
- ✚ **JEANTET R, CROGUENNEC T, MAHAUT M, SCHUCK P, BRULE G, (2008).** Les produits laitiers. 2eme Ed *tec et doc, Lavoisier*. p 185

Bibliographie

- ✚ **JIMENEZ-MAROTO L. A, LOPEZ-HERNANDEZ A, BORNEMAN D. L ET RANKIN S. A, (2016).** Department of Food Science, University of Wisconsin-Madison, 1605 Linden Drive, Madison 53706-1565.
- ✚ **JOLLIFFE I.T, (2002).** Principal Component Analysis, 2 Ed. Springer, New York, p. 13-18.

-K-

- ✚ **KATALINIC VIŠNJA, SONJA SMOLE MOZINA , IVANA GENERALIC , DANIJELA SKROZA , IVICA LJUBENKOV & ANJA KLANCNIK, (2013).** Phenolic Profile, Antioxidant Capacity, and Antimicrobial Activity of Leaf Extracts from Six *Vitis vinifera* L. Varieties, *International Journal of Food Properties*, 16:1, 45-60.
- ✚ **KJELDAHL J, (1883).** A new method for the determination of nitrogen in organic matter. *Z. Anal. Chem*, 22(1), 366-382.
- ✚ **KÜÇÜK M, KOLAYLI S, KARAOGLU , ULUSOY E, BALTACI C, ET CANDAN F, (2007).** Biological activities and chemical composition of three honeys of different types from Anatolia. *Food Chemistry*, 100(2): 526-534.

-L-

- ✚ **LAKO J, TRENERRY C, WAHLQVIST M, WATTANAPENPAIBOON N, SOTHEESWARAN S et PREMIER R, (2007).** Phytochemical flavonols, carotenoids and the antioxidant properties of a wide selection of Fijian fruit, vegetables and other readily available foods. *Food Chemistry*, N° 101, p. 1727-1741.
- ✚ **LARPENT J.P, (1997).** Microbiologie alimentaire. Ed. Paris : Lavoisier. 1073p.

Bibliographie

- 🚩 **LECOQ R, (1965).** Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles. Ed. Doin, Deren et Cie, pp 241-251
- 🚩 **LEVADOUX L, BENABDERRABOU A et DOUAOURI B, (1971).** Ampélographie algérienne : cépages de table et de cuve cultivés en Algérie. Société nationale d'édition et de diffusion, 118 p.
- 🚩 **LI H, WANG X, LI Y, LI P et WANG H, (2009).** Polyphenolic compounds and antioxidant properties of selected China wines. *Food Chemistry*, 112:554-460
- 🚩 **LUQUET F, (1990).** Laits et produits laitiers vache brebis chèvre : les produits laitiers transformation et technologies. Ed 2 tec & doc-Lavoisier.100p.

-M-

- 🚩 **MAATAOUI BS, HMYENE A ET HILALI S, (2006).** Activités anti-radicalaires d'extraits de jus de fruits du figuier de barbarie (*Opuntia ficus-indica*). *Lebanese Science Journal*, 1, 7.
- 🚩 **MAGNIER L, (1991).** Utilisation des sous-produits de la vigne dans l'alimentation animale. *Laboratoire de recherches de la chaire de zootechnie. E.n.s.s.a.a. - i.n.r.a. dijon, France.* 89- 99p
- 🚩 **MAHAUT M, JEANTET R, BRULE G, SCHUCK P, (2000).** Les produits industriels laitiers. Pp .180.
- 🚩 **MAHAUT M, JEANTET R, BRULE G, (2007).** Initiation à la technologie fromagère. *Tech et Doc, Lavoisier, France.* 154p.
- 🚩 **MARISA M, FILIPA M, MONICA S, ANA PATRICIA M, ANTONIO E.N. F , ANA PONCES F, CARLOS C, ANDREIA F, MARTA SOUSA S, (2016).** Metabolite extraction for high-throughput FTICR-MS-based metabolomics of grapevine leaves. Volume 12. 4-9p.

Bibliographie

- ✚ **Marouf, A., Reynaud, J, 2007.** La botanique de A à Z. Edition Dunod, Paris. pp 114-296.
- ✚ **METCH M, GIRARDIEN M, (1980).** Les polymères végétaux : les polymères pariétaux et alimentaires non azotés. Edition Gauthier, Paris, pp 258-281.
- ✚ **MIETTON B, (1995).** La typologie des fromages, Symposium organisé par la fondation des Gouverneurs et le centre de recherche et de développement sur les aliments d'agricultures et Agroalimentaire Canada, octobre, 245p.
- ✚ **MOLLIMARD P, (1994) :** L'amertume et fracto-azote de fromage à pâte molle. Type camembert. Revue le lait n°4.
- ✚ **MOLYNEUX P, (2004).** The use of the stable radical diphenylepicryl-hydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Journal of Science Technology.* **26:** 211-219.

-N-

- ✚ **NIDAL AMIN JARADAT, ABDEL NASER ZAID, FATIMA HUSSEN, IYAD ALI, (2017).** The Effects of Preservation Methods of Grapevine Leaves on Total Phenols, Total Flavonoids and Antioxidant Activity. *Marmara Pharmaceutical Journal* 21/2: 291-297.

-O-

- ✚ **O.I.V, (2013).** Organisation International de la Vigne et du Vin. 36ème Congrès mondial de la vigne et du vin, 03 Juin 2013 Bucarest, Roumanie.
- ✚ **OLMO HP, (1978).** Development of cultivated varieties for producing wine in California. *Ann Technol Agric* 27. 15-26p
- ✚ **OUIAM EL GALIOU, SAID ZANTAR, MOHAMMED BAKKALI, AMIN LAGLAOUI, JUAN A. CENTENO, JAVIER CARBALLO, (2015).** Chemical and microbiological

Bibliographie

characteristics of traditional homemadefresh goat cheeses from Northern Morocco. Small Ruminant Research. xxx (2015) xxx–xxx.

- 📌 **OLIVEIRA I, SOUSA A, FERREIRA I. C, BENTO A, ESTEVINHO L, & PEREIRA J. A, (2008).** Total phenols, antioxidant potential and antimicrobial activity of walnut (*Juglans regia* L.) green husks. *Food and chemical toxicology*, 46(7), 2326-2331.

-P-

- 📌 **PANTELIC MILICA M, ZAGORAC DRAGANA C DABIC, CIRIC IVANKA Z, PERGAL MARIJA V, RELIC DUBRAVKA J, TODIC SLAVICA R, & NATIC MAJA M, (2017).** Phenolic profiles, antioxidant activity and minerals in leaves of different grapevine varieties grown in Serbia. *Journal of Food Composition and Analysis*.
- 📌 **PARIS R et MOYSE H, (1965)** Matière médicinale, tome I. *Paris*, vol. 200, p. R2.

-R-

- 📌 **REBOLE A, ALVIRA P & GONZALEZ G, (1988).** Digestibility in vivo of ensiled grapevines (branches and leaves): influence of the system of analysis in the detergent fibre scheme on the prediction of digestibility. *Anita. Feed Sci. Technol.*, 22: 173-177.
- 📌 **REMEUF F, CASSIN V, DERVIN C, LENOIR J, TOMASSONE R, (1991).** Relation entre les caractères physico-chimique des laits et leur aptitude fromagère. *Laboratoire de la chaire de technologie (INRA). Paris –Grignon*
- 📌 **RENNER E, (1987).** Nutritional aspects of cheese. *Milk the vital force*, 179-186.
- 📌 **REYNIER A, (1986).** Manuel de viticulture. 4^{ème} édition. Paris : éd *Tech et Doc Lavoisier*.365p

Bibliographie

- ✚ **REYNIER A, (1991).** Manuel de viticulteur. 4^{ème} édition J.L Bailliere, Paris
- ✚ **REYNIER A, (2007).** Manuel de la viticulture : guide pratique de la viticulture raisonnée. *Ed : Lavoisier*, Paris, 532p.
- ✚ **RIBERAU-GAYON P, (1968).** Notion générales sur les composés phénoliques. In « les composés phénoliques des végétaux ». *Ed Dunod* :1-27.
- ✚ **ROGER VEISSEYRE, (1975).** Technologie du lait : *Constitution, Récolte, Traitement et Transformation du Lait. Ed N° 3 : la Maison Rustique.*505p
- ✚ **ROGER V, (1979).** Technologie du lait : constitution, récolte, traitement et transformation du lait. La maison rustique, 3^e édition. Paris. 428p
- ✚ **RYSZARD AMAROWICZ, OLGA NAROLEWSKA, MAGDALENA KARAMA , AGNIESZKA KOSI SKA , STANISŁAW WEIDNER, (2008).** Grapevine leaves as a source of natural antioxidants. *Pol. J. Food Nutr. Sci.* 2008, Vol. 58, No. 1, pp. 73-78

-S-

- ✚ **SAHREEN, SUMAIRA, KHAN, MUHAMMAD RASHID et KHAN RAHMAT ALI, (2010).** Evaluation of antyoxidant activities of various solvent extracts of Carissa opaca fruit. *Food chimistry*, vol. 122, no 4, p. 1205-1211
- ✚ **SHORI A et A. S. BABA, (2013).** "Antioxidant activity and inhibition of key enzymes linked to type-2 diabetes and hypertension by Azadirachta indica-yogurt." *Journal of Saudi Chemical Society* 17(3): 295-301.
- ✚ **SILICI, SIBEL, SAGDIC, OSMAN, ET EKICI, LUTFIYE, (2010).** Total phenolic content, antiradical, antioxidant and antimicrobial activities of Rhododendron honeys. *Food Chemistry*, vol. 121, no 1, p. 238-243.
- ✚ **SINA L, (1992).** Contrôle de la qualité du lait et produits laitiers fabriqués par la SOCA. Thèse : Méd. Vét. : Dakar; N°33, 73p.

Bibliographie

- ✚ **SINGLETON V.L, ROSSI J.A, (1965)**. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic–phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture* 16 (3), 144–158.
- ✚ **SOARES, A.A., MARQUES DE SOUZA, C.G., DANIEL, F.M., FERRARI, G.P., GOMES DA COSTA, S. M., PERALTA, R.M, (2009)**. Antioxidant activity and total phenolic content of *Agaricus brasiliensis* (*Agaricus blazei* Murril) in two stages of maturity. *Food Chemistry* 112 (4), 775–781.
- ✚ **ST-GELAIS D, ET TIRARD-COLLET P, (2002)**. Fromage. In : « *science et technologie du lait* ».Ed. Québec :*Presses internationales polytechniques* .349-355-379 p.
- ✚ **SUN-WATERHOUSE D, ZHO J, et WADHWA S. S, (2013)**. Drinking yoghurts with berry polyphenols added before and after fermentation. *Food Control*, 32(2), 450-460.

-T-

- ✚ **TREMOLIERES J, SERVILLE Y, JAQUOT R et DUPIN H, (1984)**. Le lait. In « *manuel d'alimentation humain :Les aliments* ». Ed. E.S.F. 192p.

-V-

- ✚ **VEISSEYRE R, (1975)**. Technologie du lait. Constitution, récolte, traitement et transformation du lait. La maison Rustique. Paris. P.692.
- ✚ **VIVAS N et AUGUSTIN M, (1997)**. Une histoire du genre *Vitis* (Rhamnales, Vitaceae) : I- Etude de *Vitis fissile*. *Bull. Soc. Linn. Bordeaux*, 25 (1), 35-44 p.

Bibliographie

-W-

- WILLEY, JONH P HARELEY, DONALD A KLEIN, LASING M PRESCOTT, LINDA M SHERWOOD, JOANNE M, CHRISTOPHER J et WOOLVERTON, (2010). La microbiologie. 3 éd. De Boeck supérieur. 1216p

-Z-

- ZAINOLDIN K.H, BABA A.S, (2009). The effect of *Hylocereus polyrhizus* and *Hylocereus undarus* on physicochemical, Proteolysis, and Antioxidant Activity in Yogurt. International Journal of Biological, biomolecular, Agricultural, Food and Biotechnological Engineering Vol: 3, No: 12.

Annexes

Annexes

Annexe I:

Courbes d'étalonnage de dosage des différents composés phénoliques

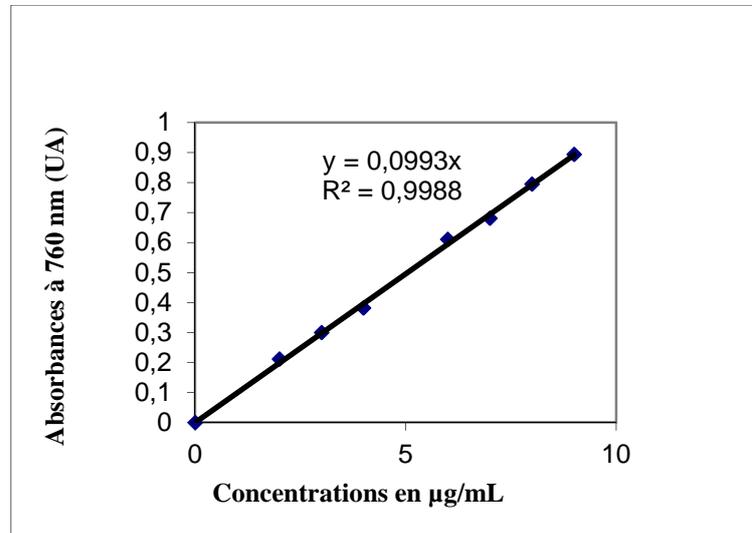


Figure 1: Courbe d'étalonnage du dosage des polyphénols totaux.

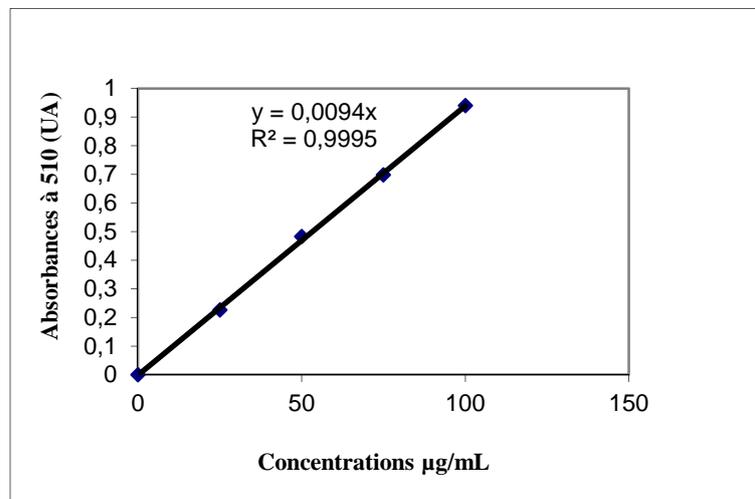


Figure 2: Courbe d'étalonnage du dosage des tanins.

Annexes

Annexe II :

Données de l'analyse sensorielle

Annexe 1 :

-Questionnaire d'évaluation sensorielle de six types de fromage frais enrichis

Nom et prénom :

Date : .../...../.....

Six échantillons de fromage frais préparés à base de lait de vache et enrichis , codés A, B, C, D, E, F vous sont présentés. Il vous est demandé de cocher les cases correspondantes à l'impression ressentie, selon l'intensité des descripteurs suivants :

NB : veuillez rincer votre bouche à chaque dégustation d'un échantillon.

I. Couleur :

	Blanc	Beige	Jaune	Vert clair	Verte
A	<input type="checkbox"/>				
B	<input type="checkbox"/>				
C	<input type="checkbox"/>				
D	<input type="checkbox"/>				
E	<input type="checkbox"/>				
F	<input type="checkbox"/>				

II. Odeur :

	Absent	Faible	Moyenne	Forte	Très forte
A	<input type="checkbox"/>				
B	<input type="checkbox"/>				
C	<input type="checkbox"/>				
D	<input type="checkbox"/>				
E	<input type="checkbox"/>				
F	<input type="checkbox"/>				

Annexes

III. Goût :

1) Goût salé :

	Absent	Faible	Moyen	Fort	Très fort
A	<input type="text"/>				
B	<input type="text"/>				
C	<input type="text"/>				
D	<input type="text"/>				
E	<input type="text"/>				
F	<input type="text"/>				

2) Goût acide :

	Absent	Faible	Moyen	Fort	Très fort
A	<input type="text"/>				
B	<input type="text"/>				
C	<input type="text"/>				
D	<input type="text"/>				
E	<input type="text"/>				
F	<input type="text"/>				

3) Arôme identifié :

	Absent	Persil	Huile d'olive	Feuille de vigne	Ail
A	<input type="text"/>				
B	<input type="text"/>				
C	<input type="text"/>				
D	<input type="text"/>				
E	<input type="text"/>				
F	<input type="text"/>				

Annexes

4) Arrière goût :

	Absent	Faible	Moyen	Fort	Très fort
A	<input type="text"/>				
B	<input type="text"/>				
C	<input type="text"/>				
D	<input type="text"/>				
E	<input type="text"/>				
F	<input type="text"/>				

IV. Texture en bouche :

1) Texture granuleuse :

	Absent	Faible	Moyenne	Forte	Très forte
A	<input type="text"/>				
B	<input type="text"/>				
C	<input type="text"/>				
D	<input type="text"/>				
E	<input type="text"/>				
F	<input type="text"/>				

2) Consistance :

	Trés	Molle	Moyenne	Ferme	Très ferme
A	<input type="text"/>				
B	<input type="text"/>				
C	<input type="text"/>				
D	<input type="text"/>				
E	<input type="text"/>				
F	<input type="text"/>				

Annexes

3) Astringence :

	Absent	Faible	Moyenne	Forte	Très forte
A	<input type="text"/>				
B	<input type="text"/>				
C	<input type="text"/>				
D	<input type="text"/>				
E	<input type="text"/>				
F	<input type="text"/>				

V.

1) Tartinabilité : (tartiner le morceau de pain)

	Très facile	Facile	Moyenne	Difficile	Très difficile
A	<input type="text"/>				
B	<input type="text"/>				
C	<input type="text"/>				
D	<input type="text"/>				
E	<input type="text"/>				
F	<input type="text"/>				

VI. Préférence :

- Classez les 06 échantillons en attribuant une note entre 1 et 9, sachant que 1 correspond à l'échantillon le moins préféré et la note 9 à l'échantillon le plus préféré.

Echantillon	A	<input type="text"/>
Echantillon	B	<input type="text"/>
Echantillon	C	<input type="text"/>
Echantillon	D	<input type="text"/>
Echantillon	E	<input type="text"/>
Echantillon	F	<input type="text"/>

Merci pour votre coopération

Annexes

Annexe 2: Résultats du 1^{er} test de l'analyse sensorielle.

Tableau I: Pouvoir discriminant par descripteur.

Descripteurs	Valeurs test	p-values
ODEUR	7,273	0,000
TEXTURE GRANULEUSE	6,326	0,000
ARRIERE GOÛT	5,259	0,000
ASTRINGENCE	3,745	0,000
COULEUR	3,588	0,000
GOÛT SALE	2,748	0,003
CONSISTANCE	2,496	0,006
TARTINABILITE	2,063	0,020
GOÛT ACIDE	0,927	0,177

Annexe 3:

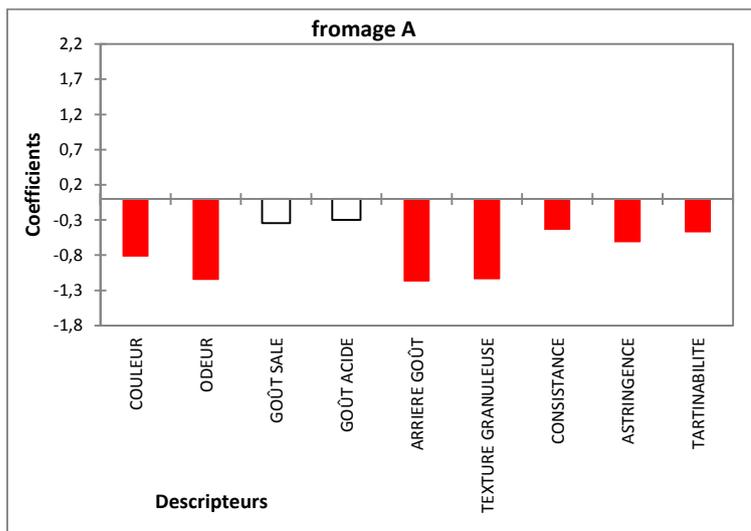


Figure 1: Coefficient des modèles du fromage A.

Annexes

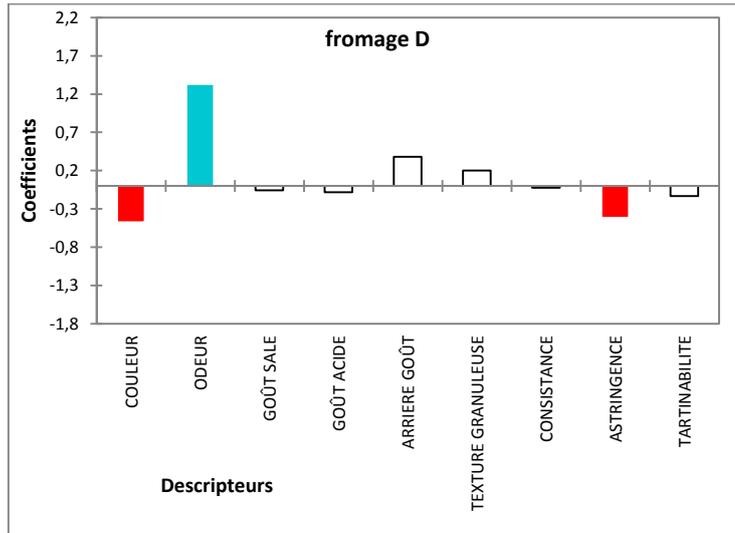


Figure 2: Coefficient des modèles du fromage D.

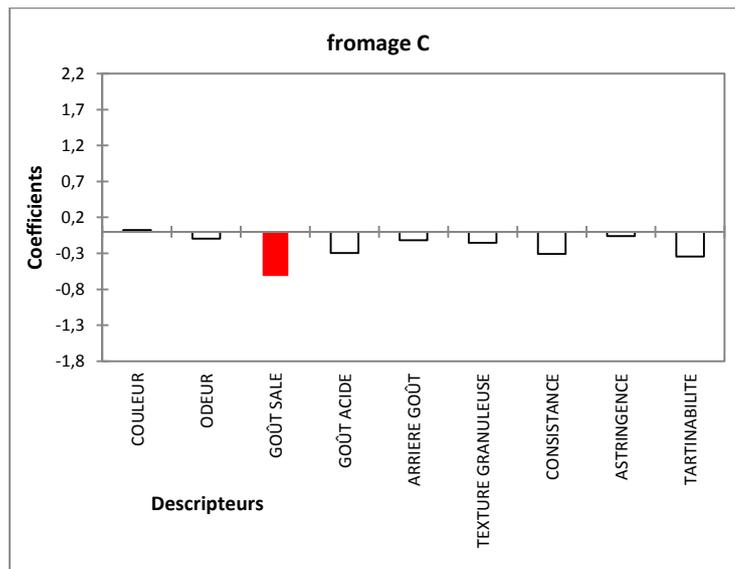


Figure 3: Coefficient des modèles du fromage C.

Annexes

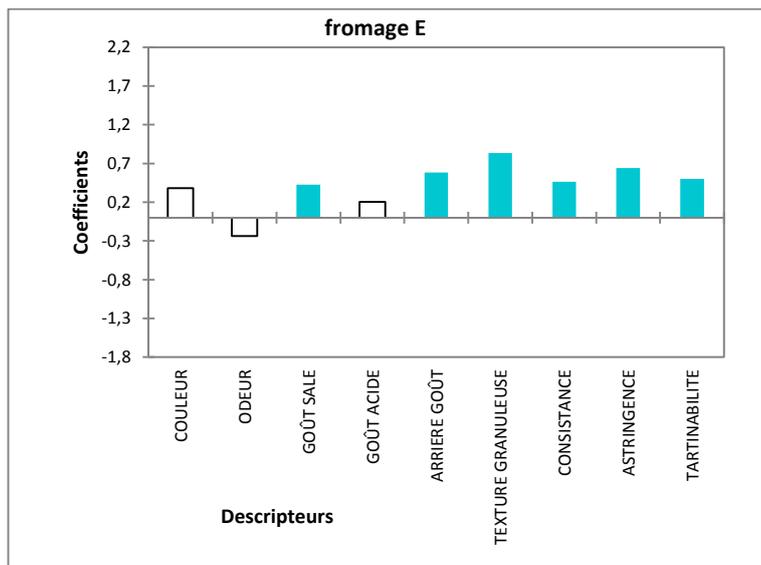


Figure 4 : Coefficient des modèles du fromage E.

Annexe 4: Résultats du 3^{ème} test de l'analyse sensorielle.

Tableau II: Barycentres des classes.

Classe	F1	F2	F3	F4	F5	F6
1	3,111	6,222	4,333	4,111	5,778	7,222
2	6,000	8,000	8,000	6,667	6,667	7,000
3	5,500	2,500	1,500	5,500	6,000	5,000

Résumé

Le présent travail a été entrepris dans le but d'élaborer un fromage frais enrichi avec les feuilles de vigne séchées tout en évaluant les caractéristiques de la matrice végétale et du produit fini vis-à-vis la teneur en composés phénoliques et de l'activité antioxydante, ainsi que d'autres analyses physico-chimiques, microbiologiques et sensorielles du fromage élaboré. Les teneurs en polyphénols totaux pour l'extrait de poudre de feuilles de vigne et de l'extrait du fromage enrichi sont respectivement de $51,6 \pm 2$ et $27,703 \pm 0,65$ mg EAG/g MS, pour les tanins totaux est $17,41 \pm 0,52$ et $1,54 \pm 0,27$ mg EAT/g MS. Les tests antioxydants ont montré que c'est l'extrait aqueux de fromage frais enrichi qui présente le pouvoir antioxydant le plus élevé par rapport à l'extrait de feuilles de vigne. D'après les analyses physico-chimiques, le pH des fromages varie de 5,06 à 5,3 et l'acidité Dornic était de 63 à 76,5 °D, l'humidité était déterminée dans une fourchette de 78,8 à 83,6%, la teneur en matière grasse était de 20%, la teneur en protéines brutes était de $17,1 \pm 1,1\%$ et pour la teneur en cendre elle a variée de 1,8 à 2,4 % pour les fromages et de 5,3 % pour les feuilles de vigne. Les analyses microbiologiques montrent que le fromage élaboré présente une qualité hygiénique très satisfaisante. L'analyse sensorielle a révélé que c'est le fromage F, enrichi en feuilles de vigne, ail, persil et huile d'olive, qui est le plus apprécié par le jury expert.

Mots clés : Fromage frais, feuilles de vigne, activité antioxydante, composés phénoliques, qualité microbiologiques, qualité physico-chimiques, qualité sensorielle.

Abstract

This work was undertaken with an aim of working out a fresh cheese enriched with the grapevine leaves dried while evaluating the characteristics by the vegetable matrix and the end product opposite the content of phenolic compounds and by the antioxydant activity, as well as other physicochemical analyzes, microbiological and sensory of elaborate cheese. The contents total phenolic for the powder extract of and extract grapevine leaves of enriched cheese are respectively of $51,6 \pm 2$ and $27,703 \pm 0,65$ Mg EAG/g DM, for total tannins is $17,41 \pm 0,52$ and $1,54 \pm 0,27$ Mg EAT/g DM. The antioxydant tests showed that it is the aqueous enriched fresh cheese extract which presents the antioxydant capacity highest compared to the extract of grapevine leaves. According to the physicochemical analyzes, the pH of cheeses various from 5,06 to 5,3 and Dornic acidity was from 63 to 76,5 °D, moisture was given in a fork from 78,8 to 83,6%, the content of fat contents was of 20%, the content of rough proteins was of $17,1 \pm 1,1\%$ and for the ash content it varied from 1,8 to 2,4% for cheeses and from 5,3% for the grapevine leaves. The microbiological analyzes show that the elaborate cheese has a very satisfactory hygienic quality. The sensory analysis revealed that it is the cheese F, enriched in grapevine leaves, garlic, parsley and olive oil, which are appreciated the most by the expert jury.

Key words: Fresh cheese, grapevine leaves, antioxydant activity, phenolic compounds, microbiological quality, physicochemical quality, sensory quality.