



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE



**UNIVERSITE FRERES MENTOURI CONSTANTINE 1**

**INSTITUT DE LA NUTRITION, DE L'ALIMENTATION  
ET DES TECHNOLOGIES AGRO-ALIMENTAIRES  
I.N.A.T.A.A.**

N° d'ordre :112/DS/2021

N° de série :121/IN/2021

**Thèse de Doctorat en Sciences**  
**Spécialité : Sciences Alimentaires**

Présentée par :

**Lamia ZOUBIRI**

---

**Enquête sur les procédés traditionnels (séchage et  
préparation de confiture) et étude de leurs effets  
sur la teneur, le profil et l'activité antioxydante des  
composés phénoliques de raisins**

---

Soutenue le : 16 / 12 / 2021

Devant le Jury composé de :

Présidente	<b>Pr. Farida BEKHOUCHE</b>	Université Frères Mentouri Constantine 1
Rapporteur	<b>Pr. Malika BARKAT</b>	Université Frères Mentouri Constantine 1
Co-rapporteur	<b>Dr. Celia CARRILLO PEREZ</b>	Université de Burgos – Espagne
Examineurs	<b>Dr. Imen LAIB</b>	Université 20 août 1955 – Skikda
	<b>Dr. Souhaila DALICHAOUCHE</b>	Université Salah Boubnider Constantine 3
	<b>Dr. Yassine BENCHIKH</b>	Université Frères Mentouri Constantine 1

Année universitaire 2021-2022

*اولا وقبل كل شى الحمد و الشكر لله الذي بنعمته و بفضلته تتم الصالحات*

J'adresse mes sincères remerciements à ma directrice de thèse, Professeur **BARKAT MALIKA**, pour la confiance qu'elle m'a témoignée et pour le temps et les efforts qu'elle a consacrés pour diriger cette thèse. Ce travail n'a pu être mené à bonne fin que grâce à sa collaboration de tout instant. Son esprit de synthèse, sa rigueur, son exigence et son soutien permanent m'ont été la source d'aide à l'achèvement de ce travail.

My sincere thanks go to **Prof. Esra CAPANOGLU** (Istanbul Technic University, Turkey) and **Prof. Celia CARRILLO** (Burgos University, Spain) for welcoming me to their research laboratories and for participating in the supervision of my work. Thank you for teaching me the enthusiasm of scientific research. Thank you for giving me the opportunity to be part of your research team. Thank you because I felt encouragement and great confidence in every look of both of you. Thank you for your sincerity and your broad minds, for the time you have devoted to me throughout this period abroad. Thank you for the family atmosphere you created abroad. Thank you for all this positive energy you have transferred to me in times of uncertainty and before every fight in front of the bench. Please be assured of my deep respect and gratitude for providing me with the benefit of your scientific and professional experiences and rigors.

J'exprime mon grand respect et mes chaleureux remerciement à **Pr. Farida BEKHOUCHE** (INATAA, Université des Frères Mentouri Constantine 1), de nous avoir honorés en acceptant de présider le jury de cette thèse.

Je tiens à remercier vivement Mesdames: **Imen LAIB** (M.C.A, Université 20 août 1955, Skikda) et **Souhaila DALICHAOUCHE** (M.C.A, Université Salah Boubnider, Constantine 3) qui ont accepté de juger ce travail. Qu'elles trouvent ici l'expression de ma grande considération.

Mes vifs remerciements s'adressent également à Monsieur **Yassine BENCHIKH** (M.C.A), Université Frères Mentouri Constantine 1). Qu'il trouve ici l'expression de ma fierté de le considérer un membre très bienvenu pour examiner ce travail.

Je n'oublie pas de remercier profondément toute l'équipe du département des Sciences Alimentaires de l'université technique d'Istanbul, Turquie ainsi que celle de département de Nutrition et Bromatologie de l'université de Burgos, Espagne pour leur soutien. Je les remercie tous, de ceux qui ont pris la peine de m'aider et de m'encourager sans cesse (**Burcu GÜLDIKEN, Gülay ÖZKAN, Nalan DEMIR, Sara Raquel ALONSO DE LA TORRE, Sena BAKIR, Virginia PRIETO SANTIAGO**, GRAND respect et merci à vous) à ceux qui m'ont réconfortée même par un mot gentil. L'équipe de laboratoire de Biotechnologie et Qualité des Aliments (BIOQUAL), tous les enseignants et collègues de L'INATAA, du personnel technique au personnel administratif, les membres de la DSA (DBK) qui m'ont orientée durant l'enquête trouvent également l'expression de mes remerciements pour leur participation de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail.

Enfin et non des moindres, ma profonde reconnaissance est exprimée à ma source de bonheur **MAMA** et **PAPA, CELINE** et **ILINE** qui m'ont accompagnée tout au long de ce parcours. Qu'ils trouvent ici l'expression de mon remerciement très spécial. Permettez-moi de m'incliner devant vous pour vous exprimer mes profonds AMOUR et gratitude. Sans oublier ceux qui m'ont aidée de tout leur bon cœur en me donnant en permanence le coup de pouce, mes chers sœurs et frères **MINA, NAWEL, RATIBA, MOUHAMED** et **HMIMED**, ma chère grand-mère **OUARDIA**, mon oncle **FERHAT** et ma tante **OUIZA**.

## Table des matières

<b>Liste des productions scientifiques</b>	<b>I</b>
<b>Liste des abréviations</b>	<b>II</b>
<b>Liste des figures</b>	<b>III</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>IV</b>
<b>Introduction générale</b> .....	<b>01</b>
<i>Volet 1. Revue bibliographique</i>	
1. Généralités sur le raisin.....	04
1.1. Description et taxonomie .....	04
1.2. Notion de cépage, cultivar et variété .....	04
1.3. Développement de la baie de raisins.....	05
1.4. Notion de maturité de raisins.....	07
1.5. Viticulture.....	08
1.5.1. Dans le monde.....	09
1.5.2. En Algérie .....	10
2. Composés phénoliques du raisin. ....	10
2.1. Biosynthèse des polyphénols.....	10
2.2. Classification des composés phénoliques.....	11
2.2.1. Composés non-flavonoïdes.....	12
2.2.1.1. Acides phénoliques .....	12
2.2.1.2. Stibènes.....	12
2.2.2. Composés flavonoïdes.....	13
2.2.2.1. Flavonols.....	14
2.2.2.2. Flavan-3-ols et proanthocyanidines.....	15
2.2.2.3. Anthocyanes.....	15
2.3. Localisation des composés phénoliques dans la baie de raisins.....	16
2.4. Bioactivité des composés phénoliques des raisins.....	18
3. Effet de transformation sur les polyphénols des raisins.....	20
3.1. Effet du séchage sur les polyphénols de raisins.....	20
3.2. Effet du procédé confiture.....	21
4. Biodisponibilité des polyphénols : un domaine de recherche complexe.....	23
4.1. Notion de biodisponibilité.....	23
4.2. Facteurs affectant la biodisponibilité des polyphénols.....	24
4.3. Méthodes d'évaluation de la biodisponibilité des polyphénols.....	25
<i>Volet 2. Enquête sur les procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture de raisins)</i>	
Introduction.....	28
<b>1. Méthodologie</b> .....	<b>28</b>
1.1. But de l'enquête.....	28

1.2. Zone de réalisation de l'enquête.....	28
1.3. Population ciblée.....	29
1.4. Formulation et description du questionnaire.....	29
1.5. Contraintes rencontrées.....	29
1.6. Traitement des données .....	30
<b>2. Résultats et discussions.....</b>	<b>31</b>
2.1. Identification personnelle et renseignements sur les exploitations viticoles.....	31
2.1.1. Données sociodémographiques des personnes enquêtées.....	31
2.1.2. Activité des enquêtés.....	32
2.1.3. Profil variétal.....	32
2.1.4. Âge de la vigne.....	34
2.1.5. Appréciation de la maturation de raisin.....	34
2.1.6. Usage des raisins récoltés.....	35
2.2. Renseignements sur le séchage traditionnel de raisins.....	35
2.2.1. Séchage traditionnel de raisins.....	35
2.2.2. But de séchage.....	36
2.2.3. Variétés de raisins utilisées.....	36
2.2.4. Prétraitements appliqués aux raisins destinés au séchage.....	37
2.2.5. Supports utilisés lors du séchage.....	38
2.2.6. Température et durée de séchage.....	39
2.2.7. Critères d'arrêt du séchage.....	40
2.2.8. Stockage et conditions de conservation des raisins séchés.....	41
2.2.9. Diagramme du séchage traditionnel.....	41
2.3. Renseignements sur la préparation traditionnelle de raisins.....	43
2.3.1. Préparation de la confiture traditionnelle.....	43
2.3.2. Variétés utilisées et raisons de préparation de la confiture traditionnelle.....	44
2.3.3. Prétraitements utilisés.....	44
2.3.4. Ingrédients incorporés.....	44
2.3.4. Température et durée de cuisson .....	45
2.3.5. Cirières d'arrêt de la cuisson.....	46
2.3.6. Stockage et conditions de conservation.....	47
2.3.7. Diagramme de préparation traditionnelle de confiture de raisins.....	47
Conclusion.....	48

***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

Introduction.....	49
<b>1. Matériel et méthodes.....</b>	<b>49</b>
1.1. Matériel végétal.....	49
1.2. Méthodes.....	52
1.2.1. Séchage traditionnel de raisin et prélèvements.....	52
1.2.2. Préparation de la confiture traditionnelle de raisin et prélèvements.....	53
1.2.3. Détermination des principales caractéristiques physicochimiques et phytochimiques des raisins frais, séchés et des confitures traditionnelles.....	54

1.2.3.1. Détermination de la teneur en humidité.....	54
1.2.3.2. Détermination du degré Brix.....	55
1.2.3.3. Détermination du pH.....	55
1.2.4. Analyses spectrophotométriques.....	55
1.2.4.1. Extraction des composés phénoliques.....	55
1.2.4.2. Détermination de la teneur en polyphénols totaux.....	56
1.2.4.3. Détermination de la teneur en flavonoïdes totaux.....	56
1.2.4.4. Détermination de la teneur en anthocyanes monomères totales.....	57
1.2.5. Etude du profil phénolique : Analyses chromatographiques.....	57
1.2.6. Etude de l'effet du séchage traditionnel sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins .....	59
1.2.6.1. Effet sur la teneur en composés phénoliques.....	59
1.2.6.2. Effet sur le profil phénolique.....	59
1.2.7. Etude de l'effet de la préparation traditionnelle de confiture de raisins sur les teneurs et le profil en composés phénoliques.....	60
1.2.7.1. Effet sur la teneur en composés phénoliques.....	60
1.2.7.2. Effet sur le profil phénolique.....	60
1.2.8. Analyses statistiques.....	61
<b>2. Résultats et discussions.....</b>	<b>62</b>
2.1. Détermination des principales caractéristiques physicochimiques et phytochimiques des raisins frais, raisins séchés et des confitures traditionnelles de raisins.....	62
2.1.1. Teneur en humidité, pH et Brix.....	62
2.1.1.1 Teneur en humidité.....	62
2.1.1.2. pH.....	64
2.1.1.3. Degré Brix.....	64
2.1.2. Teneurs moyennes en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales.....	66
2.1.2.1. Teneurs en polyphénols totaux.....	66
2.1.2.2. Teneurs en flavonoïdes totaux.....	69
2.1.2.3. Teneur en anthocyanes monomères totales.....	71
2.2. Profil phénolique évalué par analyses chromatographiques.....	73
2.2.1. Profil phénolique des raisins frais.....	77
2.2.1.1. Acides phénoliques.....	77
2.2.1.2. Flavan-3-ols et dérivés.....	78
2.2.1.3. Flavonols.....	80
2.2.1.4. Anthocyanes.....	82
2.2.2. Profil phénolique des raisins séchés.....	83
2.2.2.1. Aides phénoliques.....	83
2.2.2.2. Flavan-3-ols et dérivés.....	84
2.2.2.3. Flavonols.....	85
2.2.2.4. Anthocyanes.....	87
2.2.3. Profil phénolique de confitures traditionnelles .....	87

2.2.3.1. Acides phénoliques.....	87
2.2.3.2. Flavan-3-ols et dérivés.....	88
2.2.3.3. Flavonols.....	89
2.2.3.4. Anthocyanes.....	90
2.4. Etude de l'effet du séchage traditionnel sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins.....	90
2.4.1. Effet sur les teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales.....	90
2.4.2. Effet sur le profil en composés phénoliques.....	94
2.4.2.1. Effet sur le profil en acides phénoliques.....	94
2.4.2.2. Effet sur le profil en flavonoïdes.....	96
2.5. Etude de l'effet de la préparation traditionnelle de confiture sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins.....	97
2.5.1. Effet sur les teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales.....	97
2.5.2. Effet sur le profil en composés phénoliques.....	100
2.5.2.1. Effet sur le profil en aides phénoliques.....	101
2.5.2.2. Effet sur le profil en flavonoides.....	102
Conclusion.....	103

***Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante***

Introduction.....	105
<b>1. Matériel et Méthodes.....</b>	<b>106</b>
1.1. Echantillonnage et prélèvements.....	106
1.2. Méthodes.....	106
1.2.1. Evaluation de la capacité antioxydante totale.....	106
1.2.1.1. Test ABTS.....	106
1.2.1.2. Test DPPH.....	107
1.2.1.3. Test CUPRAC.....	108
1.2.1.4. Test FRAP.....	109
1.2.2. Effet du séchage traditionnel sur la capacité antioxydante totale des composés phénoliques de raisins.....	110
1.2.3. Effet de la préparation traditionnelle de confiture sur la capacité antioxydante totale des composés phénoliques de raisins.....	110
1.2.4. Digestion gastro-intestinale <i>in vitro</i> .....	111
1.2.5. Analyse statistique.....	114
<b>2. Résultats et Discussions.....</b>	<b>115</b>
2.1. Capacité antioxydante totale des extraits de raisins et leurs dérivés (raisins séchés et confitures).....	115
2.1.1. Raisins frais.....	115
2.1.2. Raisins séchés.....	118
2.1.3. Confiture traditionnelle de raisins.....	119

2.2. Effet du séchage traditionnel sur la capacité antioxydante totale des composés phénoliques de raisins.....	121
2.3. Effet de la préparation traditionnelle de confiture sur la capacité antioxydante totale des composés phénoliques de raisins.....	122
2.4. Digestion gastro-intestinale <i>in vitro</i> des raisins frais et leurs produits dérivés.....	124
Conclusion.....	129
<b>Conclusion générale et perspectives.....</b>	<b>131</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>133</b>
<b>Annexes</b>	
<b>Résumés</b>	

## Liste des productions scientifiques

### 1. Publications (Article et proceeding joints en annexes)

**Zoubiri L., Bakir S., Barkat M. Carrillo C. & Çapanoglu E. (2019).** Changes in the phenolic profile, antioxidant capacity and *in vitro* bioaccessibility of two Algerian grape varieties, *Cardinal* and *Dabouki (Sabel)*, during the production of traditional sun-dried raisins and homemade jam. *Journal of Berry Research*, 9 (4), 709-724.

Zoubiri L. & Barkat M. (2015). Investigation of the grapes' traditional drying in the region of tademaït, tizi ousou, algeria. *Obuda University e-Bulletin*, 5(1), 197.

### 2. Communications

**Zoubiri L., Çapanoglu E. et Barkat M.** Caractérisation physicochimique et évaluation *in vitro* des propriétés antioxydantes des raisins séchés traditionnels de la variété tardive «Debouki» (*Vitis Vinifera*) cultivée dans la région de Tademaït -Tizi Ouzou. Troisièmes journées scientifiques LOST, du 23 au 24 janvier 2018, Université de Constantine, Algérie.

**Zoubiri L. et Barkat M.** Étude de l'impact du séchage traditionnel sur les composés phénoliques et de l'activité antioxydante du raisin rouge. 3ème Congrès International de la Société Algérienne de Nutrition (SAN), Université Frères Mentouri Constantine 1, du 28 au 30 novembre 2017.

**Zoubiri Lamia et Barkat Malika,** Enquête sur l'activité du séchage traditionnel dans la région de Tademaït-Tizi-Ouzou. 5ème Séminaire Magrébins sur les Sciences et les Technologies du Séchage (SMSTS), Ouargla, Algérie, de 22 au 24 Novembre 2015.

**Zoubiri Lamia et Barkat Malika,** Enquête sur le séchage artisanal des raisins dans la région de Tizi Ouzou. Séminaire international sur les sciences alimentaires, 14-16 Octobre 2014, INATAA, Université Constantine 1, Constantine.

**Zoubiri Lamia et Barkat Malika,** Enquête sur la fabrication artisanale de confiture de raisins dans la région de Tizi Ouzou. Séminaire international sur les sciences alimentaires, 14-16 Octobre 2014, INATAA, Université Constantine 1, Constantine.

## Liste des abréviations

**ABTS** : 2,2-Azinobis-3-ethyl BenzoThiazoline-6-Sulphonic aciddiammonium

**AG** : Acide Gallique

**AMT** : Anthocyanes Monomères Totales

**ANOVA** : Analysis of Variance

**AP** : Acides phénoliques

**ATC** : Anthocyanes

**BAcc** : Bioaccessibilité

**BAct** : Bioactivité

**BDis** : Biodisponibilité

**C3G** : Cyanidine-3-Glucoside

**CAT** : Catéchine

**Cr** : Cultivar

**CRB** : Confiture de Raisins Blancs

**CRR** : Confiture de raisins Rouges

**CUPRAC** : Cupric Reducing Antioxidant Capacity

**DPPH** : 1,1-Diphenyl-2-Picryl-Hydrazyl

**ECT** : Epicatéchine

**ECTG** : Epicatéchine gallate

**EGCT** : Epigallocatechine

**EGCTG** : Epigallocatechine Gallate

**Eq** : Equivalent

**FAO** : Food and Agriculture Organization

**FRAP** : Ferric Reducing Antioxidant Poweret

**FT** : Flavonoïdes Totaux

**FVAL-D** : Flavan-3-ols et Dérivés

**FVOL** : Flavonols

**GCT** : Gallocatechine

**HPLC-DAD** : High-Performance Liquid Chromatography with Diode-Array Detection

**INFOGEST** : International Network of excellence on the fate of Food in the Gastrointestinal Tract.

**M3G** : Malvidine3-Glucoside

**MCB** : Marc de Confiture de raisins Blancs  
**MCR** : Marc de Confiture de raisins Rouges  
**MS-QTOF** : Mass Spectrometry-Quadrupole Time-Of-Flight  
**OIV** : Organisation Internationale de la Vigne et du Vin  
**OMS** : Organisation Mondiale de la Santé  
**POD**: Peroxydase  
**PPO**: Polyphénol Oxydase  
**PS** : Poids sec  
**PT**: Polyphénol Totaux  
**QE** : Quercétine  
**RB** : Raisins Blancs  
**RBF** : Raisins Blancs Frais  
**RBS** : Raisins Blancs Séchés  
**RR** : Raisins Rouges  
**RRF** : Raisins Rouges Frais  
**RRS** : Raisins Rouges Séchés  
**SD** : Standard  
*V*: *Vitis*  
**Var** : Variété

## Liste des figures

<b>Figure 1.</b> Constituants de la baie de raisins.....	05
<b>Figure 2.</b> Taille et couleur des baies à des intervalles de 10 jours après la floraison...	07
<b>Figure 3.</b> Evolution des paramètres de la maturation classique ou technologique ( <b>a</b> ), et ceux de la maturation phénolique des raisins ( <b>b</b> ).....	08
<b>Figure 4.</b> Présentation schématique de la vitiviniculture mondiale.....	09
<b>Figure 5.</b> Voie générale des phénylpropanoïdes.....	11
<b>Figure 6.</b> Principaux composés phénoliques de la baie de raisins.....	11
<b>Figure 7.</b> Squelette de base des flavonoïdes.....	14
<b>Figure 8.</b> Localisation de Tadmait dans la wilaya de Tizi Ouzou.....	29
<b>Figure 9.</b> Activité des enquêtes .....	32
<b>Figure 10.</b> Variétés de raisins cultivées dans la région de Tadmait.....	33
<b>Figure 11.</b> Photographiés de raisins de table en pergola ( <i>Var. Cardinal</i> ).....	33
<b>Figure 12.</b> Répartition des tranches d'âge des plantations viticoles à Tadmait.....	34
<b>Figure 13.</b> Critères d'appréciation de la maturité des raisins.....	35
<b>Figure 14.</b> Variétés se prêtant mieux au séchage traditionnel.....	37
<b>Figure 15.</b> Prétraitements appliqués aux raisins avant séchage traditionnel.....	38
<b>Figure 16.</b> Supports utilisés dans le séchage au soleil des raisins.....	39
<b>Figure 17.</b> Exemples de tapis de roseau.....	39
<b>Figure 18.</b> Critères d'arrêt de l'opération du séchage.....	41
<b>Figure 19.</b> Conditions de conservation des raisins séchés au soleil.....	41
<b>Figure 20.</b> Diagramme général du séchage traditionnel des raisins.....	42
<b>Figure 21.</b> Ingrédients de la confiture traditionnelle de raisins.....	45
<b>Figure 22.</b> Durée de cuisson de la confiture traditionnelle de raisins.....	46
<b>Figure 23.</b> Critères d'arrêt de cuisson de la confiture traditionnelle de raisins.....	46
<b>Figure 24.</b> Diagramme général de préparation traditionnelle de confiture de raisins...	47
<b>Figure 25.</b> Photographiés des variétés de raisins utilisées.....	50
<b>Figure 26.</b> Photographiés des raisins séchés traditionnels.....	53
<b>Figure 27.</b> Photographiés de confiture de raisins <i>Var. Sabel</i> .....	54
<b>Figure 28.</b> de confiture de raisins <i>Var. Cardinal</i> .....	54
<b>Figure 29.</b> Chromatogrammes HPLC-DAD de raisins rouges ( <i>Var. Cardinal</i> ) et ses produits dérivés.....	75
<b>Figure 30.</b> Chromatogrammes HPLC-DAD de raisins blancs ( <i>Var. Sabel</i> ) et ses	

produits dérivés.....	76
<b>Figure 31.</b> Pourcentage de variation des teneurs en PT, FT et AMT après séchage des deux variétés de raisins ( <i>Cardinal</i> et <i>Sabel</i> ).....	91
<b>Figure 32.</b> Pourcentage de variation en profil des acides phénoliques (AP), flavan-3-ols et dérivés (FVAL-D), flavonols (FVOL) et anthocyanes (ATC) après séchage des raisins.....	94
<b>Figure 33.</b> Pourcentage de variation des teneurs en composés phénoliques (PT, FT et AMT) pendant la préparation traditionnelle des confitures des raisins.....	97
<b>Figure 34.</b> Pourcentage de variation en profil des acides phénoliques (AP), flavan-3-ols et dérivés (FVAL-D), flavonols (FVOL) et anthocyanes (ATC) des confitures traditionnelles de raisins.....	101
<b>Figure 35.</b> Réaction du test ABTS.....	107
<b>Figure 36.</b> Mécanisme d'action du DPPH.....	108
<b>Figure 37.</b> Principe de la méthode CUPRAC.....	109
<b>Figure 38.</b> Réaction d'un antioxydant avec le sel ferrique-TPTZ : 2,4,6 tripyridyls-triazine.....	110
<b>Figure 39.</b> Schéma récapitulatif des étapes clé du protocole de la digestion gastro-intestinale <i>in vitro</i> .....	113
<b>Figure 40.</b> Pourcentage de variations de la CAT des raisins ( <i>Var. Cardinal</i> ou <i>RR</i> et <i>Var. Sabel</i> ou <i>RB</i> ) sous l'effet du séchage traditionnel.....	121
<b>Figure 41.</b> Pourcentage de variation de la CAT des raisins sous l'effet du procédé "Confiture traditionnelle".....	123

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1.</b> Structure des acides phénoliques (hydroxybenzoïques et hydroycinnamique) et leurs dérivés.....	12
<b>Tableau 2.</b> Principaux stilbènes du raisin .....	13
<b>Tableau 3.</b> Principaux flavonols rencontrés dans le raisin et le vin.....	14
<b>Tableau 4.</b> Anthocyanidines de base chez <i>Vitis</i> (substitution du cycle B).....	16
<b>Tableau 5.</b> Localisation de quelques composés phénoliques dans les différentes parties de la baie de raisin.....	18
<b>Tableau 6.</b> Bioactivité de quelques composés phénoliques des raisins.....	19
<b>Tableau 7.</b> Teneur en polyphénols totaux, anthocyanes totaux et activité antioxydante de raisin et sa confiture .....	23
<b>Tableau 8.</b> Données sociodémographiques des personnes enquêtées.....	31
<b>Tableau 9.</b> Renseignements sur le séchage traditionnel des raisins.....	36
<b>Tableau 10.</b> Renseignements sur la préparation traditionnelle de confiture des raisins...	43
<b>Tableau 11.</b> Détails des échantillons de raisins et produits dérivés utilisés.....	51
<b>Tableau 12.</b> Teneur en humidité, pH, et degré Brix des différents échantillons de raisins et leurs produits dérivés.....	62
<b>Tableau 13.</b> Teneurs moyennes en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales.....	66
<b>Tableau 14.</b> Liste des composés phénoliques identifiés et quantifiés dans différents échantillons des variétés <i>Cardinal</i> et <i>Sabel</i> .....	74
<b>Tableau 15.</b> Capacité antioxydante totale des extraits de raisins frais, raisins séchés et confitures de raisins.....	115
<b>Tableau 16.</b> Coefficients de bioaccessibilité (CB) des PT, FT et de la CAT des raisins frais et de leurs produits dérivés.....	125

---

# *Introduction générale*

---

Les fruits et légumes ont reçu beaucoup d'attention car ils constituent une bonne source de polyphénols qui sont considérés comme composés bioactifs (Aguilera *et al.*, 2016). Ces derniers ont une capacité antioxydante élevée et sont importants pour prévenir le stress oxydatif et certaines maladies dégénératives (Giampieri *et al.*, 2014). Les recommandations nutritionnelles primordiales sont de manger au moins cinq portions quotidiennes de fruits et légumes différents (à raison d'au moins 400g/jour) (OMS, 2019).

Parmi les fruits les plus consommés dans le monde, figure le raisin issu de la vigne cultivée (*Vitis vinifera*) (Ghafoor *et al.*, 2010). C'est un type de fruit non climactérique, se produisant généralement en grappes. Etant un fruit connu par ses composés bioactifs dont les flavonols, les procyanidines, les anthocyanes, les stilbènes et les acides phénoliques, la consommation des raisins blancs, rouges ou noirs devrait avoir des effets positifs sur la santé (Andrade *et al.*, 2001; Chedea *et al.*, 2010).

La production mondiale annuelle de raisins est d'environ 75 millions de tonnes, avec près de 50% des raisins destinés à la fabrication du vin, un tiers est consommé frais et le reste est séché, consommé sous forme de jus de raisins, de gelée ou de confiture (FAO-OIV, 2016).

En Algérie, la production de raisins a occupé en 2016 une superficie d'environ 75591ha et a fourni une production estimée à 571 351tonnes de raisins frais dont 467 936 tonnes sont des raisins de table (OIV, 2016). Cette production est largement localisée dans la partie nord du pays et représentée principalement par des variétés non indigènes (INRAA, 2006).

Toutefois, tous les fruits frais tels que les raisins, dont la teneur en eau est supérieure à 80%, sont classés comme des produits hautement périssables (Sagar et Kumar, 2010). En effet, dans les salons de l'agriculture organisés par la direction du secteur agricole en Algérie, les agriculteurs locaux regrettent les tonnes de raisins frais détériorés et rejetés chaque année à cause de l'absence d'une industrie de transformation et de conservation.

Durant ces rencontres, des questions importantes autour de la valorisation du surplus de la production et/ou des raisins de faible valeur marchande (raisins ramollis) ont été soulevées. Il s'avère que le séchage et la transformation en produits dérivés semblent constituer une alternative pour la gestion de ce surplus. En parallèle, des questions liées à ces procédés de transformations et/ou techniques de conservation et leurs effets sur les composés d'intérêt, notamment les composés phénoliques des raisins méritent d'être abordées l'une à l'autre.

Quant à la valorisation du surplus des raisins ou des raisins de faible valeur marchande, la première question devrait être, d'une part, au tour des pratiques ou solutions traditionnelles apportées par les agriculteurs et/ou les organisations familiales de la filière viticole pour éviter cet énorme gaspillage, ainsi que sur le savoir-faire attribué à ses pratiques.

D'autre part, la deuxième question devrait être liée à la variabilité et la préservation en termes de teneurs et profils en composés phénoliques des raisins vis-à-vis des procédés appliqués. Ceci permet de mettre l'accent sur l'effet de ces procédés sur les composés phénoliques des raisins et leur activité biologique ainsi que sur leur devenir après digestion.

C'est dans cette optique que cette étude a été menée. Elle est axée sur deux exemples d'activités traditionnelles: séchage au soleil et préparation de confitures des raisins dans la région Kabyle du centre de l'Algérie (Tizi-Ouzou).

L'étude a comme principaux objectifs de:

- Collecter des données sur les activités traditionnelles (séchage au soleil et préparation de confiture de raisins) et identifier leurs diagrammes par le biais d'une enquête réalisée;
- Etudier l'effet du séchage traditionnel ainsi que l'effet du procédé "confiture traditionnelle" sur les composés phénoliques de raisins, leur capacité antioxydante et leur devenir après digestion *in vitro*.

En effet, la littérature a cité des effets très variables, voir même contradictoires sur le potentiel phénolique de fruits traités ou transformés. La quantité et la qualité des composés phénoliques initiales peuvent être significativement réduites ou améliorées (Mehinagic *et al.*, 2011, Chang *et al.*, 2016; Khan *et al.*, 2018). A titre d'exemple, Fabani *et al.* (2017) ont rapporté que le séchage au soleil a entraîné une thermo-dégradation de certains composés phénoliques tels que les flavan-3-ols et les anthocyanes des raisins, tandis qu'il a exercé un effet positif sur certains acides phénoliques, qui ont été néoformés ou concentrés. De leur part, Amakura *et al.* (2000) ont signalé un effet positif de la transformation des fruits rouges en confiture, en enregistrant une légère augmentation de la teneur en polyphénols. À l'inverse, Rababah *et al.* (2011) et Rababah et Brewer (2015) ont enregistré des pertes en composés phénoliques ainsi qu'en leur activité antioxydante, dues au traitement thermique appliqué sur divers fruits transformés en confitures dont les raisins.

D'après Cilla *et al.* (2017), la transformation des produits alimentaires est l'un des principaux déterminants de la bioaccessibilité des nutriments et des composés bioactifs. Toutefois,

l'étude de la bioaccessibilité des composés phénoliques des fruits et leurs dérivés nécessitent des études cliniques *in vivo*, complexes, techniquement difficiles, coûteuses, et peuvent même soulever des considérations éthiques (Celep *et al.*, 2015). Pour cela des modèles *in vitro*, qui simulent la digestion gastro-intestinale (GI), ont été développés comme une bonne alternative pour étudier la bioaccessibilité, la stabilité et la biodisponibilité potentielle des composés phénoliques dans les aliments (Hur *et al.*, 2011).

A nos connaissances, notre contribution est la première menée en Algérie sur l'effet du séchage au soleil et de la préparation de confiture traditionnelle de raisins sur la teneur et le profil en composés phénoliques des deux variétés de raisins locales: *Cardinal* (variété rouge précoce) et *Sabel* (variété blanche tardive) et leur bioaccessibilité.

Pour traiter tous les aspects relatifs à notre thématique, nous avons jugé utile de structurer la présente thèse en quatre volets :

Le premier volet est une revue bibliographique sur les raisins, leurs potentiels phénolique et antioxydant et leur comportement vis-à-vis du séchage et de la cuisson ("procédé "confiture traditionnelle");

Le second volet consiste en une enquête sur les activités traditionnelles appliquées aux raisins: séchage au soleil et préparation de confiture ;

Le troisième volet concerne l'étude de l'effet du séchage traditionnel et du procédé "confiture traditionnelle" sur la teneur et le profil en composés phénoliques des raisins;

Le quatrième volet traite l'effet du séchage traditionnel et du procédé "confiture traditionnelle" de raisins sur la capacité antioxydante. Dans ce dernier volet, a été ajouté une étude de la digestion *in vitro* des composés phénoliques de raisins frais et leurs produits dérivés tout en évaluant leur capacité antioxydante après digestion.

Enfin, une conclusion générale regroupe les conclusions de chaque volet et met en avant les points importants apportés par le présent travail, ainsi que les perspectives à envisager.

---

# *Volet 1.*

*Revue bibliographique*

---

## **1. Généralités sur le raisin**

### **1.1. Description et taxonomie**

Le raisin est un fruit, botaniquement une baie, des vignes ligneuses à feuilles caduques du genre de plante à fleurs. Les raisins peuvent être consommés frais comme raisins de table ou être utilisés pour faire du vin, de la confiture, du jus de raisins, de la gelée, de l'extrait de pépins de raisins, des raisins secs, du vinaigre et de l'huile de pépins de raisins.

Le raisin est un type de fruit non climactérique, se produisant généralement en grappes. Sur ces grappes sont rattachées les baies de raisins qui appartiennent à la famille des fruits simples aux péricarpes entièrement charnus (Coombe, 1992).

Le développement du raisin est divisé en trois phases principales, selon des critères phénologiques, biochimiques et physiologiques. Il s'agit du développement herbacé ou végétatif après la nouaison (la formation de la baie); la véraison, correspond aux changements de texture et de couleur; et enfin la maturation (Giuliano, 2005).

En termes de taxonomie, la vigne appartient au genre *Vitis*, de la famille des *Vitacées*. Le genre *Vitis* a été divisé en deux sous-genres, *Vitis* et *Muscadinia* dont le génome nucléaire est porté par  $2n=38$  et  $2n=40$  chromosomes, respectivement (Jackson, 2008). C'est essentiellement le genre *Vitis* qui est utilisé pour la production de vins (This *et al.*, 2006).

### **1.2. Notions de cépage, cultivar et variété**

Les vignes cultivées diffèrent les unes des autres par l'aspect de leur feuillage et de leurs grappes (Galet, 2001).

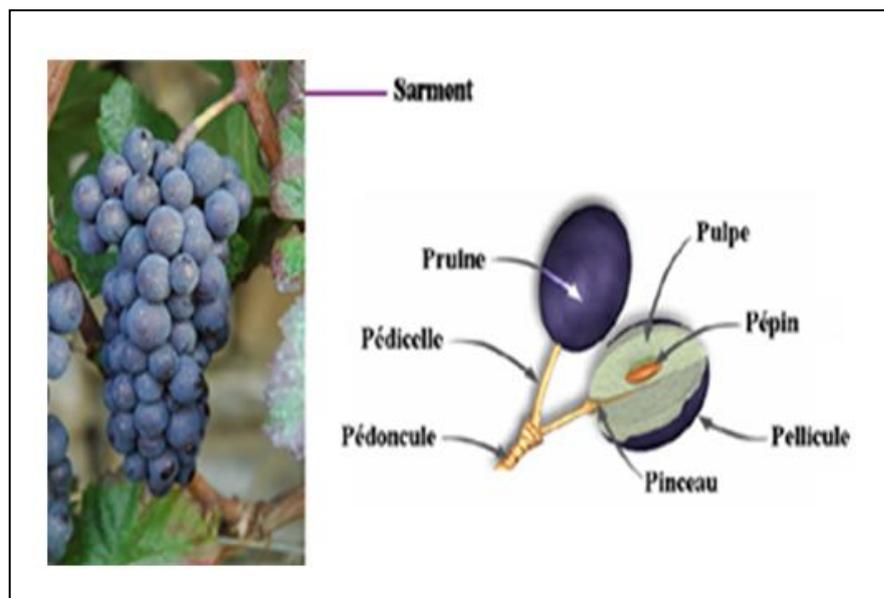
Le cépage est défini comme un ensemble de clones suffisamment homogènes pour être confondus sous un même nom (Levadoux, 1956). C'est un vocable vigneron particulier à l'espèce *Vitis vinifera* qui s'intègre assez mal dans la taxonomie botanique (Bouquet, 1982).

Les variétés cultivées ou cultivars doivent être considérés comme des sous-ensembles des cépages, et peuvent donc être définis comme les descendants par voie végétative d'une souche mère (Boursiquot et This 1999).

Les dénominations cépage, cultivar, et variété cultivée sont souvent assimilées. C'est pourquoi, dans le présent manuscrit, nous utiliserons les trois termes comme des synonymes.

### 1.3. Développement de la baie de raisins

La baie de raisins possède trois principaux types de tissus (Figure 1): pellicule, pulpe et pépins. Ces tissus diffèrent considérablement dans la composition, et par conséquent contribuent différemment à la composition de l'ensemble des produits de transformation (jus et vin, etc.). La baie de raisins possède parfaitement quatre pépins (Bioletti, 1938), mais le nombre réel est généralement plus petit car les conditions environnementale et nutritionnelle à la floraison limitent la réussite de la fécondation et donc le nombre de graines par baie (Coombe, 1987).



**Figure 1.** Constituants de la baie de raisins (Coombe, 1987)

En effet, le développement de la baie de raisins consiste en deux périodes de croissance sigmoïdes successives séparées par une phase de latence (Figure 2): la formation des baies et la maturation des baies (Coombe et McCarthy, 2000).

Au cours de la première période, qui dure environ 60 jours après la floraison, la baie se forme et les embryons de graines sont produits. La division cellulaire est rapide au cours des premières semaines et à la fin de cette période, le nombre total de cellules dans la baie est établi (Harris *et al.*, 1968). L'étendue de la division cellulaire a une certaine incidence sur la taille éventuelle de la baie.

Le début de la deuxième phase de croissance sigmoïde est caractérisé par un ramollissement et un changement de couleur de la baie (véraison). Dans l'ensemble, la taille de la baie de raisin est doublée au cours de cette période.

Les besoins de la baie de raisin sont comblés par sa tige ou pédicelle *via* un système vasculaire composé d'éléments du xylème et du phloème. Les vaisseaux du xylème transportent l'eau, les minéraux, les régulateurs de croissance et les nutriments du système racinaire au reste de la vigne (Greenspan *et al.*, 1994).

A mesure que la baie se développe en volume, plusieurs solutés s'accumulent et atteignent tous un maximum autour de la véraison. Parmi ces composés, l'acide tartrique qui s'accumule dans la pellicule au début du développement, et l'acide malique, qui s'accumule dans la pulpe juste avant la véraison. Ces acides sont liés à l'acidité des raisins et leurs produits de transformation (Possner et Kliewer, 1985).

Les acides hydroxycinnamiques s'accumulent également pendant la première période de croissance (Romeyer *et al.*, 1983), tout comme les flavan-3-ols monomères et autres tanins (Kennedy *et al.*, 2000).

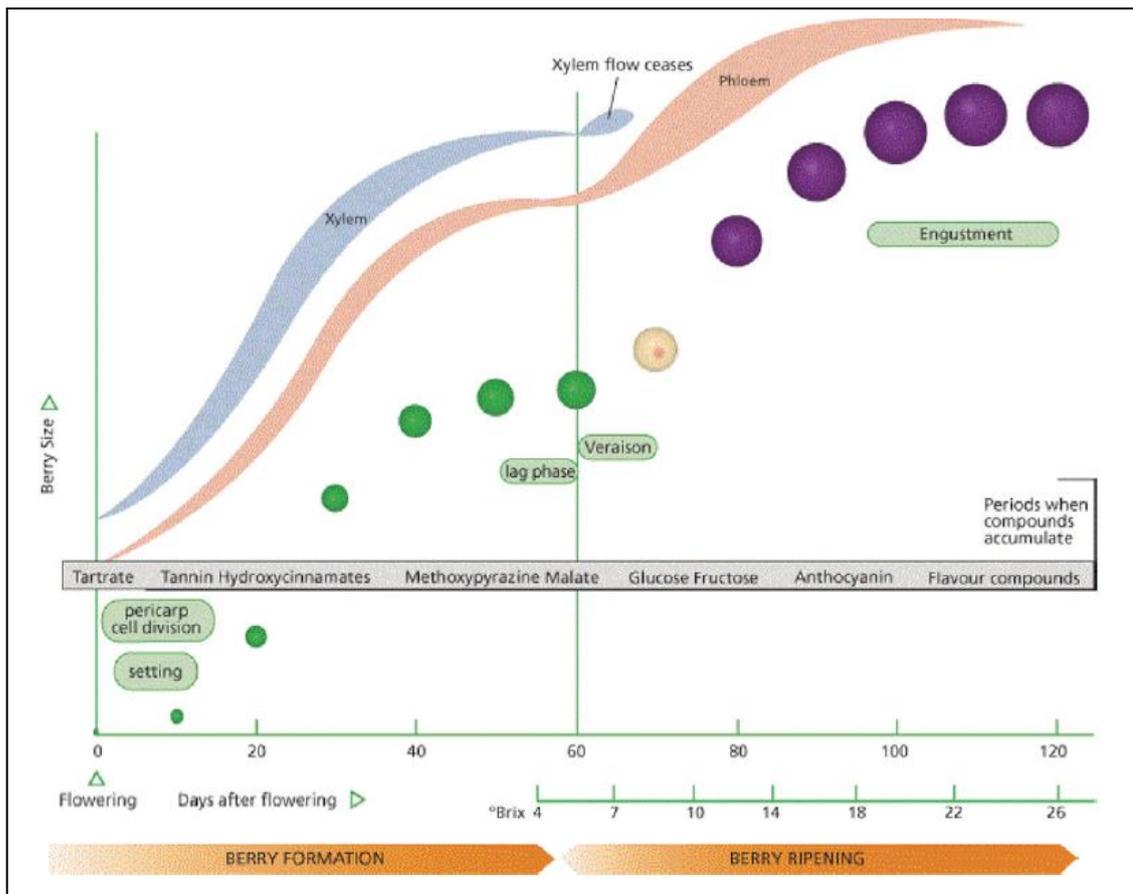
À la véraison, la baie commence à accumuler des sucres, en absorbant le saccharose photosynthétique et en l'hydrolysant en glucose et fructose (Robinson et Davies, 2000). La glycolyse est régulée et le malate stocké devient la principale source de carbone pour la respiration (Coombe, 1992). La concentration finale en sucre dépend de la charge de culture, de la taille de la canopée, de la santé de la plante, de l'hydratation et de la durée pendant laquelle le raisin reste attaché à la vigne.

En revanche, les anthocyanes, déterminantes des cépages rouges et également produites en seconde période de croissance, sont généralement limitées au tissu cutané (González-Barreiro *et al.*, 2015).

Il est à signaler que les concentrations de la plupart des composés produits pendant la première phase de croissance chutent pendant la seconde en raison de la dilution et dans certains cas également la perte réelle de quantité par baie (Hashizume et Samuta, 1999). Les tanins diminuent considérablement dans la baie au cours de la deuxième phase de croissance. Dans le cas des tanins des pépins, la diminution semble être due à l'oxydation au fur et à mesure que ces composés se fixent aux téguments (Kennedy *et al.*, 2000), un changement qui, en particulier, réduit les niveaux des tanins les plus amers. Les tanins de la peau peuvent également décliner et subir des modifications qui augmentent leur taille, notamment une

association avec des pectines et des anthocyanes, une modification ayant des implications sur la texture du vin et la stabilité de la couleur (Kennedy *et al.*, 2001).

La figure 2 montre un diagramme illustrant la taille et la couleur relatives des baies à des intervalles de 10 jours après la floraison. Les périodes où divers types de composés s'accumulent, le degré Brix, et une indication de l'afflux de sève dans la baie *via* le xylème et le phloème sont indiqués.



**Figure 2.** Taille et couleur des baies à des intervalles de 10 jours après la floraison (Coombe et McCarthy, 2000)

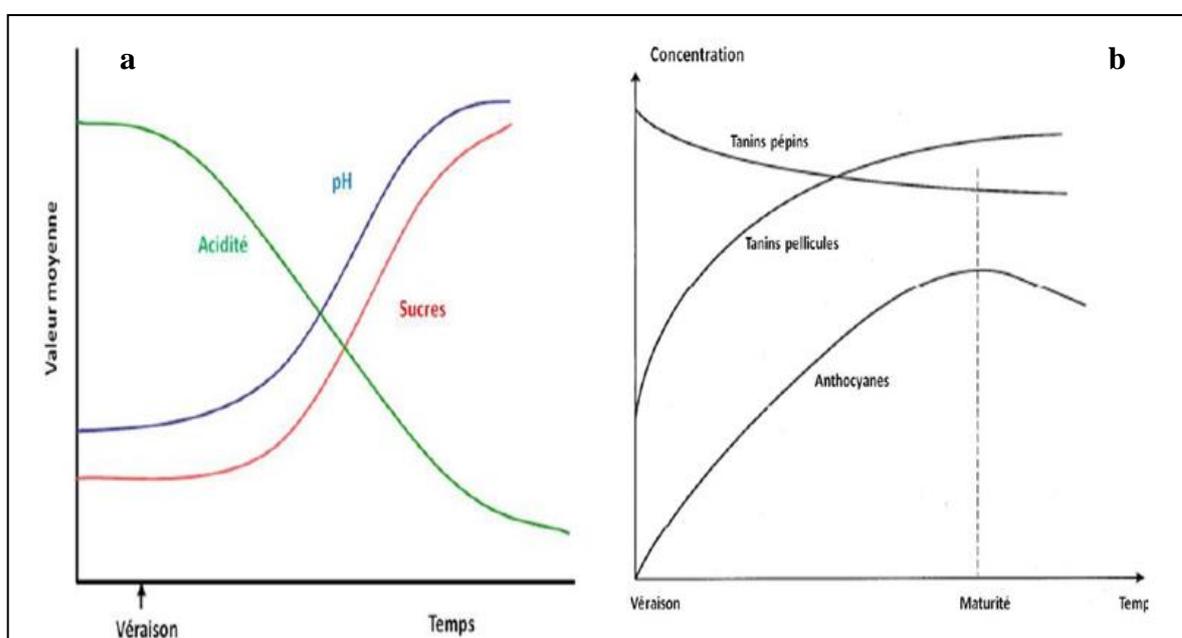
#### 1.4. Notion de maturité de raisins

La maturation des fruits charnus s'accompagne de nombreux changements physiologiques aussi bien au niveau de la texture de la pellicule que de la composition des parois cellulaires. Ces changements se traduisent par le ramollissement du fruit, lié à la dégradation des parois cellulaires (Brummell *et al.*, 2004) et entraînent une augmentation de la sensibilité aux agents pathogènes.

La maturation est une période physiologique importante qui chez les raisins commence à la véraison et dure environ 40 jours, selon la variété, l'environnement et les pratiques agricoles.

Bien qu'il est établi que dans les fruits climatériques, l'hormone gazeuse éthylène est un activateur clé de la maturation, le déclenchement de la maturation des fruits non climatériques tels que le raisin est méconnu (Gonzalez-barreiro *et al.*, 2015).

Ainsi, deux formes de maturité doivent être considérées dans le cas des raisins: la maturité technologique ou technique, qui repose sur les paramètres classiques (pourcentage de solides solubles, sucre, acidité titrable, pH) et la maturité phénolique, qui repose sur des analyses de composés phénoliques (anthocyanes et tanins) (Coelho *et al.*, 2007; Rösti et Belcher, 2010). La figure 3 regroupe l'ensemble des paramètres de maturations technologique et phénolique des raisins.



**Figure 3.** Evolution des paramètres de la maturation classique ou technologique (a), et ceux de la maturation phénolique des raisins (b) (Gervais *et al.*, 2005)

### 1.5. Viticulture

Les raisins cultivés peuvent généralement être classés comme raisins de table ou de cuve, en fonction de leur mode de consommation prévu: consommés crus (raisins de table) ou utilisés pour faire du vin (raisins de cuve). Alors que presque tous appartiennent à la même espèce, *Vitis vinifera*, proprement dite, il n'existe pas une viticulture de table qui serait absolument différente de la viticulture de cuve. Toutefois, la viticulture de table peut être définie comme étant l'ensemble de techniques mises en œuvre pour l'obtention des grappes mûres et agréables à consommer à des époques bien précises de la saison viticole (Bertoni, 1982).

En termes de techniques, Levadoux *et al.* (1971) ont signalé que la viticulture de table peut exiger des pratiques culturales qui ne seraient pas recommandées pour la viticulture de cuve.

### 1.5.1. Dans le monde

Selon les statistiques de l'organisation pour l'alimentation et l'agriculture (FAO-STAT, 2016), 75 866 kilomètres carrés du monde sont consacrés aux raisins. L'Italie et la France, les deux plus grands producteurs de raisins au monde, cultivent le fruit depuis des siècles. Il existe plus de 10 000 cépages différents dans le monde, qui sont consommés sous diverses formes mises à part la forme fraîche. La production mondiale de raisins s'est élevée en 2016 à plus de 75 millions de tonnes métriques par an (FAO-OIV, 2016). En 2016-2017, les principaux producteurs sont la Chine, l'Italie, les États-Unis, la France, l'Espagne, la Turquie, l'Inde, l'Afrique du Sud, le Chili et l'Argentine (Khan *et al.*, 2020).

Par ailleurs, vu leur périssabilité rapide, les raisins entiers frais peuvent également être séchés pour faire des raisins secs, conservés sous forme des confitures et de gelées, ou pressés pour faire du jus (FAO-OIV, 2016). La figure 4 illustre la présentation schématique de la vitiviniculture mondiale.

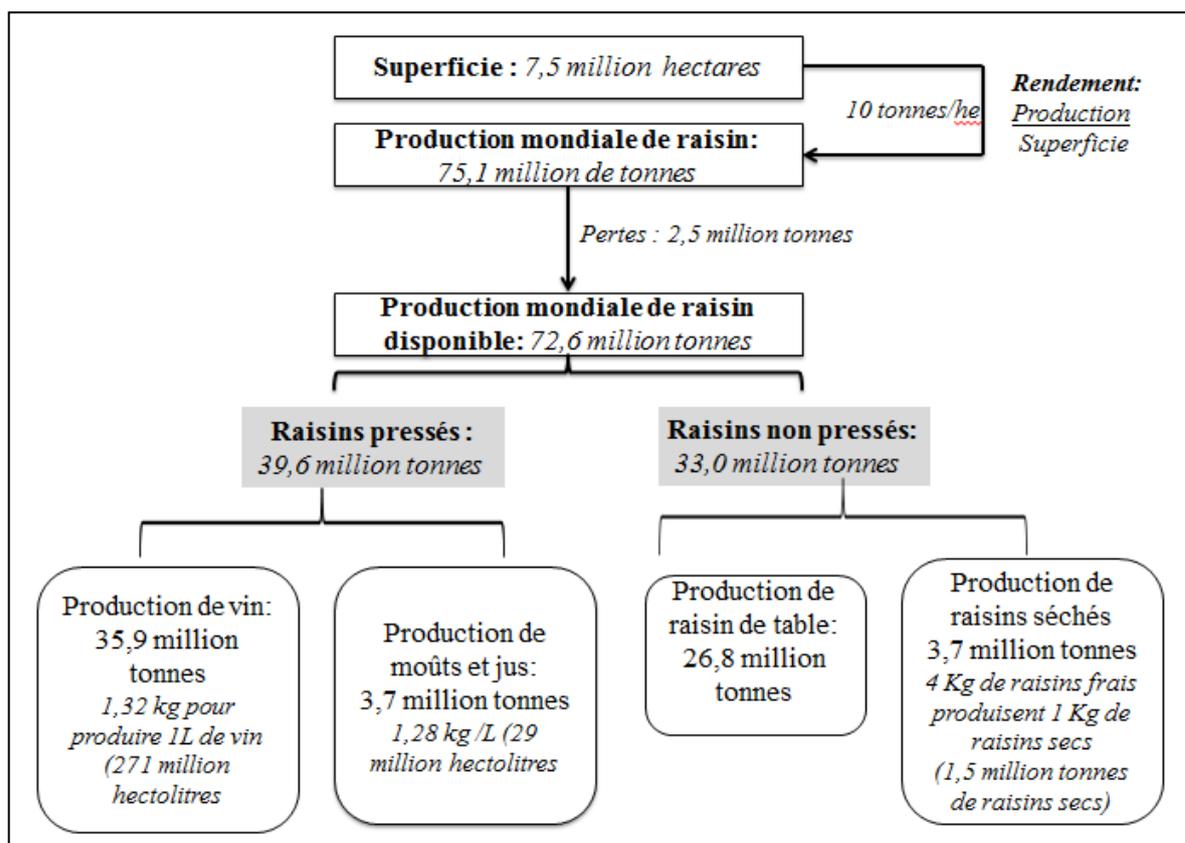


Figure 4. Présentation schématique de la vitiviniculture mondiale (FAO-OIV, 2016)

### **1.5.2. En Algérie**

La production de raisins est d'une grande importance dans le secteur agricole algérien, et les raisins de table et de cuve sont produits à partir des vignobles du pays. A l'époque de la colonisation française (de 1830 à 1962), l'Algérie était l'un des principaux producteurs de vins au monde (Toumi, 2006). Cependant, comme la consommation et les exportations de vins ont diminué au cours des décennies suivantes, la production de raisins de cuve a diminué en conséquence.

Selon les statistiques de la FAO, en 2019, la production totale de raisins en Algérie a dépassé 549 mille tonnes métriques, en baisse de plus de 46 mille tonnes métriques par rapport à l'année précédente. La production de raisins a enregistré la valeur la plus faible (environ 403 000 tonnes métriques) en 2011, alors qu'elle a culminé à environ 571 000 tonnes métriques en 2016.

Selon les statistiques de ministère de l'agriculture et du développement rural (MADR, 2018), 88% de la production représente les raisins de table, et permet en moyenne une consommation de 11,3Kg par habitant et par an de raisins frais, et seulement 12% pour les raisins de transformation. La plus importante production est réalisée dans la région Centre (75%), environ 25% à l'Ouest et elle est très faible à l'Est du pays (Toumi, 2006).

En 2017, il a été publié dans la presse nationale (Quotidien d'Oran, 2017) que la wilaya de Boumerdès assure un taux de 45% de la production nationale de raisins (toutes variétés confondues), consacrant son leadership en la matière depuis une dizaine d'années.

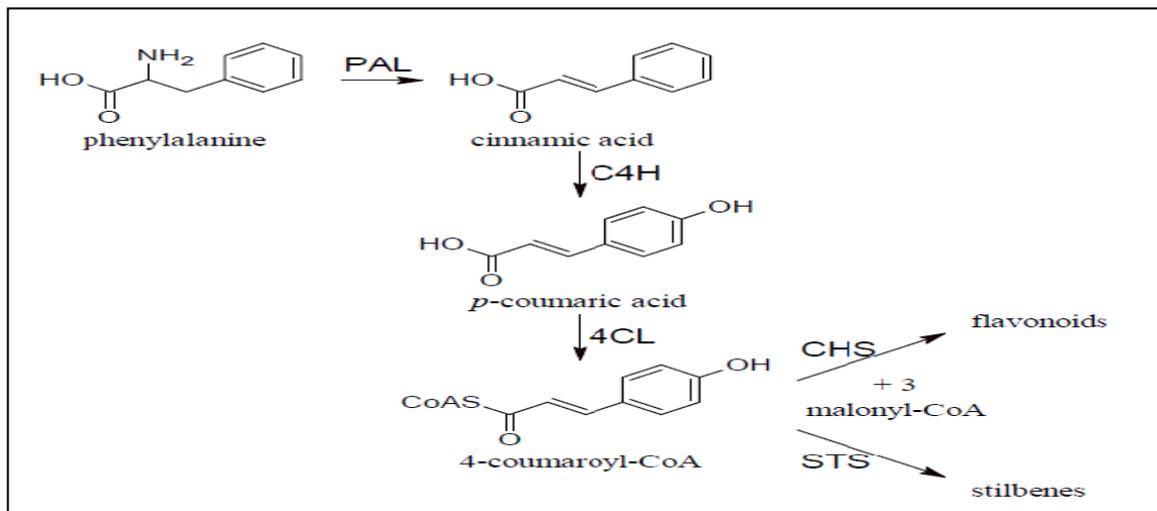
## **2. Composés phénoliques du raisin**

A côté des métabolites primaires tels que les sucres, les acides aminés et les acides organiques qui sont synthétisés sous contrôle génique et enzymatique complexe au cours des phases du développement de la baie de raisins, des métabolites secondaires dont les composés phénoliques (flavonoïdes et non flavonoïdes) sont aussi synthétisés. Ces derniers s'impliquent dans des fonctions écologiques dont la défense contre les prédateurs, les parasites et les maladies (Conde *et al.*, 2007; Ali *et al.*, 2010).

### **2.1. Biosynthèse des polyphénols**

Les composés phénoliques sont synthétisés à partir de l'acide aminé phénylalanine par la voie des phénylpropanoïdes. La phénylalanine est à son tour un produit de la voie du shikimate,

qui relie le métabolisme des glucides à la biosynthèse des acides aminés aromatiques et des métabolites secondaires. La voie générale des phénylpropanoïdes est illustrée dans la figure 5.

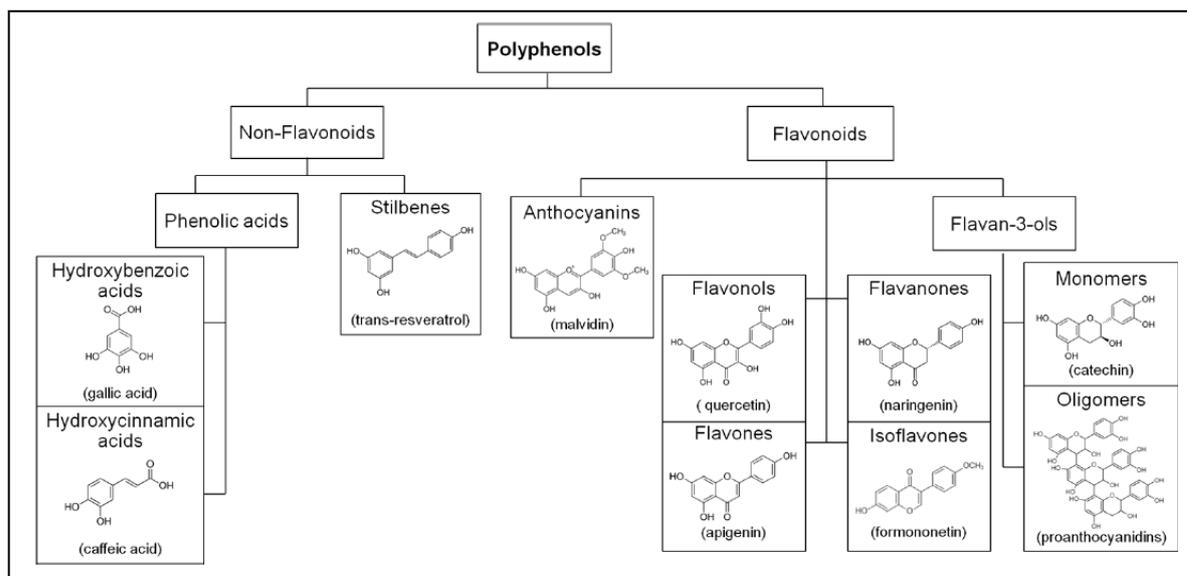


**Figure 5.** Voie générale des phénylpropanoïdes (Flamini *et al.*, 2013)

PAL : AhénylalanineAmmonia lyase; C4H : Cinnamate-4-Hydroxylase; 4CL: 4-Coumaroyl-CoA-Ligase; CHS:Chalcone synthase; STS: Stilbène Synthase

## 2.2. Classification des composés phénoliques

Les composés phénoliques ont une diversité de structures et peuvent être divisés en deux groupes principaux, à savoir les flavonoïdes et les non-flavonoïdes (Crozier *et al.*, 2006; Chira *et al.*, 2008). La figure 6 récapitule les principaux composés phénoliques du raisin.



**Figure 6.** Principaux composés phénoliques de la baie de raisins (Rasines-Perea et Teissedre, 2017)

### 2.2.1. Composés non-flavonoïdes

Les principaux composés non flavonoïdes présents dans le raisin appartiennent à deux classes: les acides phénoliques et les stilbènes.

#### 2.2.1.1. Acides phénoliques

Les acides phénoliques sont principalement présents dans la pulpe de raisin et peuvent être divisés en dérivés d'acide cinnamique, qui possèdent une structure C6-C1, et en dérivés d'acide benzoïque, avec une structure C6-C3 (Tableau 1). Ces composés existent principalement sous forme d'acides hydroxybenzoïques et hydroxycinnamiques et peuvent être trouvés sous formes libre ou conjuguée. Dans les raisins et les vins, les acides hydroxycinnamiques sont principalement présents estérifiés avec de l'acide tartrique, tandis que les acides hydroxybenzoïques sont principalement présents sous forme de conjugués hétérosides. L'acide gallique est décrit comme étant l'acide phénolique le plus simple et important, car il est le précurseur de tous les tanins hydrolysables et est englobé dans les tanins condensés (Ribéreau-Gayon *et al.*, 2006; Kallithraka *et al.*, 2009).

**Tableau 1.** Structure des acides phénoliques (hydroxybenzoïques et hydroxycinnamiques) et leurs dérivés (Garrido et Borges, 2013)

Aides phénoliques	Nomenclature	R1	R2
<p><b>Acides Hydroxybenzoïques</b></p>	<i>p</i> -hydroxybenzoïque	H	H
	Protocatéchique	OH	H
	Vanillique	OCH <sub>3</sub>	H
	Gallique	OH	OH
	Syringique	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>
<p><b>Aides hydroxycinnamiques</b></p>	<i>p</i> -coumarique	H	H
	Caffeique	OH	H
	Férulique	OCH <sub>3</sub>	H
	Sinapique	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>

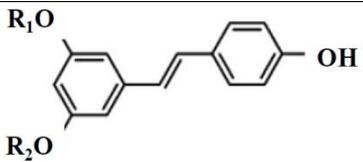
#### 2.2.1.2. Stilbènes

Les stilbènes sont des composés phénoliques comprenant deux cycles aromatiques liés par un pont éthène. Le principal stilbène trouvé dans le raisin, le jus de raisin et le vin est le

resvératrol ainsi que sa forme hétéroside, la picéide. Le resvératrol est un monomère, sous deux formes *cis* et *trans*, avec une prédominance de cette dernière (Bavaresco *et al.*, 2002; Di Lecce *et al.*, 2014; Pugajeva *et al.*, 2018; Gomes *et al.*, 2019). Sa concentration diminue de manière significative lors de la maturation du raisin. Le resvératrol est considéré par certains auteurs comme une phytoalexine; une toxine produite dans le raisin suite à une infection fongique ou un produit issu d'un stress abiotique. Sa biosynthèse est conduite par la stilbène-synthase, qui associe une molécule d'hydroxycinnamoyl-CoA et trois molécules de malonyl-CoA (Lima *et al.*, 1999 ; Moreno-Labanda *et al.*, 2004).

En effet, la présence de stilbènes dans le vin est récemment devenue un sujet de recherche, visant à la corrélation de leurs profils avec les procédés de vinification et avec les différents cépages. Garrido et Borges (2013) ont rapporté qu'un pourcentage élevé de *cis*-resvératrol est présent dans le vin, bien que cet isomère ne se trouve qu'en traces dans les raisins. Le tableau 2 illustre les principaux stilbènes du raisin.

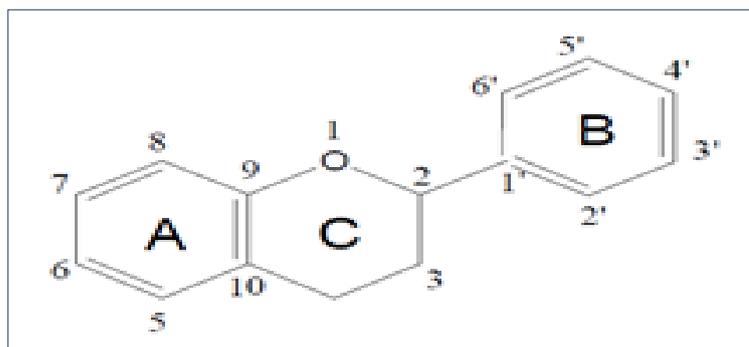
**Tableau 2.** Principaux stilbènes du raisin (Castellarin *et al.*, 2012)

Structure	Nomenclature	R1	R2
	<i>trans</i> -resvératrol <i>trans</i> -picéide <i>trans</i> -pterostilbène	H H CH <sub>3</sub>	H Glu CH <sub>3</sub>
	<i>cis</i> -reveratrol <i>cis</i> -picéide	H H	H Glu

### 2.2.2. Composés flavonoïdes

Les flavonoïdes sont les principaux groupes de composés phénoliques du raisin ainsi que les principaux contributeurs des activités biologiques dans ce dernier et ses produits dérivés (Conde *et al.*, 2007).

Tous les flavonoïdes partagent un squelette C6-C3-C6 constitué de deux cycles phénol (nommés A et B), reliés entre eux par un cycle pyrane hétérocyclique (cycle C) (Figure 7). Parmi eux, trois principales sous-familles sont distinguées : les flavonols, les flavan-3-ols (donnant lieu aux proanthocyanidines) et les anthocyanes (Heim *et al.*, 2002).



**Figure 7.** Squelette de base des flavonoïdes (Heim *et al.*, 2002)

### 2.2.2.1 Flavonols

Les flavonols sont des composés qui s'accumulent majoritairement dans la pellicule du raisin. Ce sont des composés en C6-C3-C6 dans lesquels deux cycles benzéniques hydroxylés (A et B) sont reliés par une chaîne de trois atomes de carbone qui fait partie du cycle hétérocyclique C avec un squelette 3-hydroxyflavone et une double liaison. Ils diffèrent par le nombre et le type de substitution du cycle B. Tous ces composés se retrouvent dans la peau de raisin sous forme 3-*O*-glycosylée, où le sucre peut être représenté par un glucoside, galactoside, rhamnoside, rutinoside et glucuronide, où le premier est largement le plus abondant (Cheynier et Rigaud, 1986 ; Hsu *et al.*, 2009). Des molécules plus grosses, comme les diglucosides de flavonols se trouvent souvent dans le raisin. Le tableau 3 montre les principaux flavonols trouvés dans le raisin et le vin.

**Tableau 3.** Principaux flavonols rencontrés dans le raisin et le vin (Garrido et Borges, 2013)

Structure	Nomenclature	R1	R2
	Quercétine	OH	H
	Kaempférol	H	H
	Isorhamnétine	OCH <sub>3</sub>	H
	Myricétine	OH	OH
	Laricitrine	OCH <sub>3</sub>	OH
	Syringétine	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>

### **2.2.2.2 Flavan-3-ols et proanthocyanidines**

Le terme flavanol, définit généralement le monomère constituant les tanins condensés. Ces molécules suscitent un intérêt dans les domaines scientifiques pour leurs propriétés bioactives et sensorielles. Les flavan-3-ols sont synthétisés dans la pellicule, la pulpe et les pépins des baies de raisins, avec la prédominance des flavan-3-ols: (+)-catéchine (CT) et (-)-épicatéchine (ECT), tandis que les (+)-gallocatéchine (GCT) et (-)-épigallocatéchine (EGCT) sont présents dans des proportions plus faibles. Il est à signaler que des esters galloylés tels que: (-)-épicatéchine gallate (ECTG) et (-)-épigallocatéchine gallate (EGCTG) sont formés lorsque les ECT et EGCT sont acylés avec de l'acide gallique (Kennedy *et al.*, 2000; Pinasseau *et al.*, 2017). Les composés CT, ECT et ECTG sont dihydroxylés et appelés procyanidines car ils sont directement dérivés de la leucocyanidine et de la cyanidine, tandis que les composés GCT, EGCT et EGCTG sont des dérivés de la delphinidine et donc trihydroxylés. Les monomères libres de flavan-3-ols peuvent être rencontrés dans tous les tissus du raisin (pellicule, pulpe pépins et tissu vasculaire) ou polymérisés pour devenir des tanins, également connus sous le nom de proanthocyanidines (PA) dans la pellicule et les pépins (Jordão et Cosmé, 2017). Les proanthocyanidines diffèrent par leur composition et leur longueur (caractérisées par un degré de polymérisation moyen (DPm), par la nature et le nombre de sous-unités (Pinasseau *et al.*, 2017). Les proanthocyanidines sont localisées le plus dans la paroi cellulaire et la vacuole (dans une moindre mesure) de la pellicule des raisins (Gagné *et al.* 2006).

Dans les pépins, la présence des groupes galloylés est très fréquente. De plus, les proanthocyanidines des pellicules possèdent un degré moyen de polymérisation plus élevé par rapport aux proanthocyanidines des pépins (Souquet *et al.*, 1996).

### **2.2.2.3. Anthocyanes**

Dans la vigne (*V. vinifera* L.) la couleur des baies (cultivars rouges et roses) est déterminée par la quantité et la composition en anthocyanes (Azuma, 2018). Il s'agit du benzopyrylium et des sels de flavylum de couleur rouge, bleue ou violette qui sont présents sous forme de glycosides (Collin et Crouzet, 2011).

La composition des raisins en anthocyanes est affectée par plusieurs facteurs, tels que l'origine et le type de vigne, le degré de maturité et les conditions météorologiques, en particulier l'intensité lumineuse et la température (Ferrandino et Guidoni, 2010).

Les anthocyanes résultent de la condensation d'anthocyanidines et sucres. Structurellement, les anthocyanes de raisin sont des hétérosides d'une aglycone (anthocyanidine), et peuvent

être différenciées par le nombre de groupements hydroxylés et méthoxylés dans l'anthocyanidine, la nature et le nombre de sucres aux quels sont liées, les carboxylates aliphatiques ou aromatiques liés aux sucres dans la molécule et la position de cette liaison. Parmi six anthocyanidines (Tableau 4), cinq (cyanidine, péonidine, delphinidine, pétunidine et malvidine) sont principalement quantifiées dans les raisins, avec une multitude de leurs formes glycosylées en position 3 du cycle C et acyclées, tandis que les pélargonidines n'ont été détectées qu'avec des techniques analytiques sensibles et spécifiques (Pinasseau *et al.*, 2017). A côté de leurs formes monoglycosylées (60 à 70%), 30 à 40% des anthocyanes sont acylées avec des acides phénoliques tels que les acides *p*-coumarique et caféique (Koponen *et al.*, 2007).

**Tableau 4.** Anthocyanidines de base chez *Vitis* (substitution du cycle B) (Garrido et Borges, 2013)

Anthocyanidines	R1	R2
Pélargonidine	H	H
Cyanidine	OH	H
Péonidine	OCH <sub>3</sub>	H
Delphinidine	OH	OH
Pétunidine	OCH <sub>3</sub>	OH
Malvidine	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>

### 2.3. Localisation des composés phénoliques dans la baie de raisins

En plus du degré de maturité et la taille des baies, l'accumulation et le profil des composés phénoliques dans la baie de raisins (pellicule, pulpe et pépins) est régie par plusieurs facteurs : intrinsèques telle que la génétique du cépage et extrinsèques liés à la viticulture et à l'environnement (Rodriguez Montealegre *et al.*, 2006).

Certaines études ont signalé que les composés phénoliques sont distribués différemment dans chaque fraction de la baie (Ivanova *et al.*, 2011; Di Lecce *et al.*, 2014; Samoticha *et al.*, 2017 ; Gomes *et al.*, 2019).

Katalinić *et al.*, (2010) ont rapporté que les composés phénoliques de raisins sont majoritairement trouvés dans la pellicule et les pépins. De même Mattivi *et al.* (2006) Castillo-Muñoz *et al.* (2007) ont démontré que la composition phénolique et les profils en anthocyanes et en flavonols de la pellicule du raisin ont été utilisés pour établir l'authenticité variétale des cultivars.

Pastrana-Bonilla *et al.* (2003) ont rapporté que la concentration des polyphénols totaux a été différente selon les fractions de la baie de raisin dont l'ordre décroissant suivant: pépins > pellicule > pulpe. A leur tour, Guo *et al.* (2003) ont rapporté que la pellicule et les pépins des fruits pouvaient potentiellement contenir plus d'antioxydants quantitativement ou qualitativement que la pulpe.

Toutefois, Bruno et Sparapano (2006) ont rapporté que la concentration en polyphénols totaux au niveau de la pellicule de raisin variait selon le cultivar, la composition de sol, le climat, l'origine géographique et les pratiques culturales ou le degré d'exposition à des maladies infectieuses d'origine fongique.

Dans les travaux d'Ivanova *et al.* (2011), les pépins de raisin ont révélé une quantité plus élevée de polyphénols totaux, de flavan-3-ol et de flavonoïdes que la pellicule.

Le profil en composés phénoliques individuels, comprenant principalement le resvératrol, les proanthocyanidines, les anthocyanes, les flavonols, les flavanols et les acides phénoliques, diffère d'une fraction à l'autre de la baie de raisin (Dopico-Garcia *et al.*, 2008; Hernandez-Jimenez *et al.*, 2009; Di Lecce *et al.*, 2014; Samoticha *et al.*, 2017).

A l'exception de l'acide gallique qui a été trouvé dans la pellicule et les pépins du raisin, les acides caftarique, coutarique et fertarique ont été concentrés dans la pellicule des raisins rouges et blancs (Ivanova *et al.*, 2011)

Il a été rapporté par Di Lecce *et al.* (2014) que, à part quelques acides phénoliques et flavan-3-ols, aucun flavonol n'a été détecté dans la pellicule de la variété Espagnole de raisins blancs *Albariño*.

Il a été révélé dans les travaux de Pugajeva *et al.* (2018) qu'après les pédoncules de raisins, la pellicule était la deuxième source la plus riche en resvératrol.

Dans l'étude de Perez-Navarro *et al.* (2019) sur le profil phénolique de la pellicule et des pépins de raisins rouges (*Moribel* et *Tinto Fragoso*), la variété *Tinto Fragoso* a montré plus de 50 % de malvidine-3,5- diglucoside, tandis que le *trans*-piceide était le plus abondant stilbène dans les pellicules et pépins (70-80%) des deux variétés.

En addition, les pépins et les pellicules de raisins sont de bonnes sources d'acide gallique, de catéchine et d'épicatéchine (Yilmaz et Toledo, 2004).

Le tableau 5 montre la localisation de quelques composés phénoliques dans les différentes fractions de la baie de raisin.

**Tableau 5.** Localisation de quelques composés phénoliques dans les différentes parties de la baie de raisin

Fractions de la baie de raisin	Composés phénoliques	Références
Pellicule	Proanthocyanidines, Acide ellagique, Myricétine, Quercétine, Kaempférol, <i>Trans</i> -resvératrol, Tous les flavan-3-ols monomères	Pastrana-Bonilla <i>et al.</i> 2003; Hernandez-Jimenez <i>et al.</i> , 2009; Perez-Navarro <i>et al.</i> , 2019.
Pulpe	Acide <i>trans</i> -caftarique ; Acide coumarique- <i>O</i> -hexoside, (+)-Catéchine, (-)-Epicatéchine, Procyanidine B3	Di Lecce <i>et al.</i> , 2014.
Pépins	Acide gallique, (+)-Catéchine, Epicatéchine , Procyanidines dimères, Proanthocyanidines	Pastrana-Bonilla <i>et al.</i> , 2003; Hernandez-Jimenez <i>et al.</i> , 2009; Di Lecce <i>et al.</i> , 2014; Samoticha <i>et al.</i> , 2017.

#### 2.4. Bioactivité des composés phénoliques des raisins

Les raisins contiennent une large gamme de composés polyphénoliques. Consommés sous différentes formes (fruits, vin, jus ou de raisins secs), ils constituent une importante source de composés bioactifs ayant de nombreuses propriétés nutritionnelles et médicinales pour les consommateurs (Xia, *et al.*, 2010; Perestrelo *et al.*, 2014; Rodriguez-Casado, 2016). Les principales propriétés médicinales du raisin et de ses constituants sont antioxydantes, anticancéreuses, immunomodulatrices, antidiabétiques, anti-athérogènes, neuroprotectrices, anti-obésité, anti-vieillessement et anti-infectieuse. En particulier, plusieurs activités biologiques du resvératrol, un composé majeur extrait de la pellicule et des pépins de raisin, ont été signalées (yadav *et al.*, 2009). Le tableau 6 illustre les propriétés bioactives de certains polyphénols des raisins.

Tableau 6. Bioactivité de quelques composés phénoliques des raisins

Composés phénoliques	Propriétés bioactives	Références
<b>Non-flavonoïdes</b>		
Resvératrol	Piégeage des radicaux libres ; Antiproliférative; Régulation du métabolisme des lipides; Protection contre l'oxydation des membranes ; Cardioprotectrice ;	Halliwell <i>et al.</i> , 1996 ; Kuwajerwala <i>et al.</i> , 2002 ; Auger <i>et al.</i> , 2005 ; Qian <i>et al.</i> , 2009 ; Fernández-Mar <i>et al.</i> , 2012; Zhou et Raffoul, 2012.
Acides phénoliques (Acide gallique)	Anti-radicalaire et antioxydante ; Propriété anticancéreuse <i>in vitro</i> ; Induction de l'apoptose	Yilmaz et Toledo, 2004 ; You <i>et al.</i> , 2010; Forester <i>et al.</i> , 2014; Liu <i>et al.</i> , 2012; Su <i>et al.</i> , 2013.
<b>Flavonoïdes</b>		
Catéchine	Anticancéreuse; Piégeage des radicaux libres ; Antibactérienne ; Anti-inflammatoire ; Protection contre l'oxydation des membranes	Arnous <i>et al.</i> , 2002 ; Faria <i>et al.</i> , 2006 ; Falchi, <i>et al.</i> , 2006; Panico <i>et al.</i> , 2006; Anastasiadi <i>et al.</i> , 2009; Qian <i>et al.</i> , 2009.
Epicatéchine	Antioxydante et antiradicalaire	Yilmaz et Toledo, 2004.
Quercétine	Antibactérienne	Thtmothe <i>et al.</i> , 2007.
Rutine	Cardioprotectrice ; Analgésique et anticancéreuse	Iacopini <i>et al.</i> , 2008; You <i>et al.</i> , 2010; Lee <i>et al.</i> , 2013.
Procyanidines	Anticancéreuse ; Piégeage des radicaux libres ; Anti-inflammatoire ; Antioxydante ;	Romay <i>et al.</i> , 1998; Bagchi <i>et al.</i> , 2000; Terra <i>et al.</i> , 2009.
Anthocyanes (en général)	Piégeage de radicaux libres ; Antibactérienne ; Antioxydante ; Induction de l'apoptose ;	Lazze <i>et al.</i> , 2004; Dell Agli <i>et al.</i> , 2005; Tucker et Robards, 2008; Anastasiadi <i>et al.</i> , 2009
Malvidine	Antioxydante ; Anti-inflammatoire ; Propriétés chimiopréventives	Fritz <i>et al.</i> , 2006
Cyanidine-3-galactoside et pélargonidine	Augmentation de la sécrétion basale de l'insuline	Pinent <i>et al.</i> , 2008

### **3. Effet de transformation sur les polyphénols des raisins**

La transformation des aliments peut conduire généralement à des changements quantitatifs et qualitatifs des composés phénoliques (Volden *et al.*, 2009 ; Rawson *et al.*, 2010; Tiwari et Cummins, 2013 ; Tembo *et al.*, 2017). Pour le raisin, en raison de son extrême périssabilité, il fait partie des fruits soumis à divers traitements afin d'augmenter la stabilité au cours du stockage. Près de 50% des raisins sont utilisés pour faire du vin, un tiers est consommé sous forme de fruits frais et le reste est séché, consommé sous forme de jus de raisin, de confiture de raisin ou stocké sous forme de moûts de raisin (concentrés ou non) (Guiné *et al.*, 2015; OIV-FAO, 2016).

Plusieurs études ont mis l'accent sur l'effet de la transformation des raisins en vin (Netzel *et al.*, 2003; Peinado *et al.*, 2010; Puertolas *et al.*, 2010; Li et Sun, 2019). D'autres études sont concentrées sur les changements des profils phénolique et chimique, des propriétés sensorielles et des composés volatils lors de la production des raisins secs des différentes variétés de *Vitis vinifera* (Ruiz *et al.*, 2010; Guiné *et al.*, 2015; Fabani *et al.*, 2017).

Cependant l'effet des procédés de transformation de raisins en jus et en confiture sur leurs antioxydants reste moins étudié, hormis quelques études sur l'effet de la transformation des raisins: sur les concentrés de jus menées par Cabrera *et al.* (2009) et Çapanoglu *et al.* (2013) et en confiture abordées par Pop *et al.* (2015) et Rababah *et al.* (2015).

#### **3.1. Effet du séchage sur les polyphénols de raisins**

La conservation des denrées alimentaires par déshydratation est une pratique très ancienne. Les aliments ont été généralement déshydratés au soleil dans les régions où le rayonnement solaire est élevé (Mulet *et al.*, 1993). Les raisins sont les baies les plus couramment séchées. Les raisins secs obtenus sont de couleur foncée contenant des pépins, à l'exception des raisins secs de la variété *Sultanines* ou *Sultana* qui sont sans pépins et de couleur claire (Belitz *et al.*, 2009).

En revanche, diverses méthodes de séchage peuvent être utilisées pour l'obtention du produit final, mais le séchage au soleil reste la méthode de séchage la plus simple, la plus ancienne et la moins chère utilisée pour des aliments à grand volume (Fabani *et al.*, 2017).

Le séchage impliquant l'exposition des raisins à des conditions sévères pouvant entraîner des pertes de composés bioactifs responsables des bénéfices potentiels des fruits frais (Brekša *et al.*, 2010; Ivanova *et al.*, 2011).

Dans la littérature, il existe différentes opinions sur l'effet du séchage sur les composés phénoliques et leur bioactivité. Certains auteurs ont rapporté que le séchage peut améliorer quantitativement et qualitativement les composés bioactifs. D'autres ont cité le contraire en signalant des pertes importantes en quantité et qualité. Par ailleurs, Panceri *et al.* (2013) ont montré que pour le cépage *Cabernet Sauvignon*, il y avait une augmentation de la teneur en tous les acides hydroxybenzoïques, contre une diminution de ces composés pour la variété *Merlot*.

De plus, Bonghi *et al.* (2012) ont suggéré que les flavonols pouvaient être concentrés ou synthétisés par l'expression des gènes spécifiques au cours du processus de déshydratation. Les résultats de Panceri *et al.* (2013) ont confirmé cette hypothèse, en montrant une augmentation significative de la teneur en quercétine, kaempférol et myricétine pour les raisins *Cabernet Sauvignon* et *Merlot*, respectivement durant le processus de déshydratation.

Cependant, Chang *et al.* (2016) ont rapporté que les proanthocyanidines n'ont pas été détectées dans les raisins secs et cela s'expliquait par la dégradation de ces composés pendant le processus du séchage (Harnly *et al.*, 2006).

Après séchage solaire, certains polyphénols comme l'acide caféique, la quercétine et la catéchine sont généralement trouvés dans les raisins secs, indépendamment du cépage (Serratos *et al.*, 2008, Peinado *et al.*, 2013, Meng *et al.*, 2011).

Toutefois, Karadeniz *et al.* (2000) ont signalé que les procyanidines et les flavan-3-ol ont été au contraire complètement dégradés lorsque les raisins ont été transformés en raisins secs, avec une stabilité de certains flavonols et composés hydroxycinnamiques.

Quant à l'activité antioxydante après séchage des raisins, Peinado *et al.* (2013) ont rapporté que cette dernière a été supérieure à celle des raisins frais. De plus, le séchage naturel au soleil des raisins frais (deux à trois semaines) a entraîné une diminution des anthocyanes (Mencarelli *et al.*, 2010; Fabani *et al.*, 2017).

### **3.2. Effet du procédé confiture**

La confiture est une préparation tartinable à base de fruit frais ou de pulpe bouillie d'un seul type de fruit généralement. Les fruits frais ou produits intermédiaires, tels que les pulpes de fruits sont bouillies dans une bouilloire ouverte à pression atmosphérique (à température atteignant jusqu'à 105°C) ou dans une chaudière sous vide fermée à pression réduite (à température de 65-80°C) avec l'ajout de sucre (Belitz *et al.*, 2009). Dans ce genre de

préparation, un pH acide semble être optimal, il est ajusté si nécessaire en ajoutant de l'acide lactique, l'acide citrique ou l'acide tartrique.

Concernant l'effet du procédé confiture sur les composés phénoliques de raisins, les études sont très rares, et seulement les études de Rababah *et al.* (2012), Rababah et Brewer (2015) et Pop *et al.* (2015) sur les confitures de raisins, de raisins secs (*Vitis vinifera*) et de raisins *Var. Concord* (*Vitis labrusca*) ont été citées, respectivement. A cet effet, les données de cette section vont être sur l'effet de la transformation de certains fruits en confiture dépendamment de ce qu'il est disponible en littérature.

Concernant les fruits de type baies, Amakura *et al.* (2000) ont étudié expérimentalement l'influence de leur transformation en confiture sur les composés phénoliques et leur activité antioxydante. D'après leurs résultats, pour tous les types de baies, une légère augmentation de la teneur en polyphénols a été observée. Selon ces auteurs, cette augmentation a été expliquée par la libération de composés phénoliques initialement associés aux parois cellulaires, induite par le chauffage qui a provoqué la dégradation de ces parois.

En revanche, pour plusieurs autres fruits, Rababah *et al.* (2011) ont signalé que la préparation de confiture a entraîné une réduction des composés phénoliques totaux, des anthocyanes, et de l'activité antioxydante.

Quant aux raisins, Rababah et Brewer (2015) ont rapporté que les teneurs en composés phénoliques totaux, en anthocyanes ainsi que l'activité antioxydante ont été affectées au cours de la préparation de confitures de raisins et raisins secs. Les mêmes auteurs ont signalé que l'activité antioxydante, les teneurs en polyphénols totaux et en anthocyanes ont été réduites dans la confiture de raisins de l'ordre 22%, 27% et 37%, respectivement (Tableau 7).

Pop *et al.*, 2015, quant à eux, ont signalé une diminution d'environ 40% en la teneur en polyphénols totaux au cours de la préparation de confiture à partir de raisins *Var. Concord*.

D'autres études ont montré que les flavonoïdes ont été largement influencés ou endommagés par des processus thermiques en fonction de leur ampleur et de leur durée (Ioannou *et al.*, 2012 ; Tiwari et Cummins, 2013). Toutefois, certains travaux (Guldiken *et al.*, 2016 ; Wang *et al.*, 2020) ont montré que la teneur en flavonoïdes totaux a été augmentée (2 à 3 fois) lors de la préparation domestique de confiture de betteraves rouges.

Quant aux anthocyanes, leur stabilité au cours des procédés thermiques a été évaluée dans différentes conditions par Ozela *et al.* (2007). Ces derniers ont conclu que la dégradation des pigments anthocyanes s'est amplifiée avec l'augmentation de la température et en présence de lumière à 40°C et 60°C, respectivement, et s'est stabilisée à pH 5,0 à la fois en présence et en l'absence de lumière.

A leur tour, Kamiloglu *et al.* (2015) ont mentionnée une perte de 87,6 à 95,6% des anthocyanes au cours de la préparation des confitures et marmelades des carottes noires.

**Tableau 7.** Teneur en polyphénols totaux, anthocyanes totaux et activité antioxydante de raisin et sa confiture (Rababah et Brewer, 2015)

Produit	Polyphénols (mg Eq. AG/100g)	Pourcentage d'inhibition (%)	Anthocyanes (mg Eq.C3G/100 g)
Raisin	616,1 ± 16,5 <sup>a</sup>	36,2 ± 1,7 <sup>a</sup>	64,7 ± 2,8 <sup>a</sup>
Confiture de raisin	449,2 ± 14,9 <sup>b</sup>	28,1 ± 1,5 <sup>b</sup>	40,2 ± 2,1 <sup>b</sup>

#### **4. Biodisponibilité des polyphénols : un domaine de recherche complexe**

##### **4.1. Notion de biodisponibilité**

Le terme biodisponibilité (BDis) a plusieurs conditions de travail et il n'y a pas de définition universellement acceptée. D'un point de vue nutritionnel, il est défini comme la fraction de composant ingéré disponible pour une utilisation dans les fonctions physiologiques normales. En outre, la BDis comprend deux termes supplémentaires: bioaccessibilité (BAcc) et bioactivité (BAct) (Fernández-García *et al.*, 2008).

La bioaccessibilité a reçu deux définitions alternatives. La première est la fraction d'un composé qui est libérée de sa matrice alimentaire dans le tractus gastro-intestinal et devient ainsi disponible pour l'absorption intestinale. La seconde définition est plus stricte et beaucoup moins répandue. Elle décrit la bioaccessibilité comme étant la fraction d'un composé qui est libérée de sa matrice alimentaire dans le tractus gastro-intestinal et devient ainsi disponible pour l'absorption intestinale, y compris l'absorption/l'assimilation dans les cellules de l'épithélium intestinal et, enfin, le métabolisme intestinal et hépatique présystémique (Cardoso *et al.*, 2015).

Le concept de bioactivité comprend des événements liés à la façon dont le composé bioactif a atteint la circulation systémique et il est transporté et atteint l'interaction tissulaire cible avec

le métabolisme des biomolécules dans ces tissus, et toute la cascade d'effets physiologiques qu'il génère. Les méthodes *in vitro* peuvent évaluer la BAcc ou la BAct (Fernández-García *et al.*, 2008; Cardoso *et al.*, 2015).

Ainsi, la connaissance de la BAct en tant que première étape de la bioaccessibilité est d'un grand intérêt pour déterminer la qualité nutritionnelle d'un nutriment ou d'un composé bioactif, non seulement en termes de quantités requises pour atteindre les besoins nutritionnels, mais aussi pour affiner le développement d'aliments fonctionnels (Fernández - García *et al.*, 2008).

#### **4.2. Facteurs affectant la biodisponibilité des polyphénols**

Les polyphénols sont des composés très divers avec une biodisponibilité variable. Par exemple, les isoflavones de soja sont bien absorbées à travers la barrière intestinale par contre les proanthocyanidines du vin et du cacao sont à peine absorbées. De même, les hétérosides de quercétines des oignons sont absorbés plus efficacement que ceux présents dans le thé ou la pomme (Manach *et al.*, 2005). Il n'est donc pas possible de généraliser les résultats obtenus pour tous les composés phénoliques.

La biodisponibilité et la bioactivité des polyphénols sont également soumises à une variabilité interindividuelle, qui est principalement liée aux différences de composition de la flore microbienne intestinale: chaque individu génère un métabolome microbien spécifique, présentant des caractéristiques uniques en termes de composition de produits intermédiaires et finaux, et de variabilité dans cours du temps (Gross *et al.*, 2010).

Une distinction peut être faite entre les convertisseurs élevés, modérés et faibles. À titre d'exemple, la population humaine qui est capable de convertir les ellagitannins en urolithines et est appelée "producteurs d'urolithine" alors que d'autres sont des "non producteurs d'urolithine" (Garcia Villalba *et al.*, 2013). Le même phénomène a été observé pour la conversion de l'isoxanthohumol du houblon en phytoestrogène-8-prénylnaringénine (Possemiers *et al.*, 2006) et pour la production d'équol lors de la digestion des isoflavones de soja (Cerdeira *et al.*, 2005). De même, après consommation du jus d'orange, des excréteurs élevés (> 10 % des flavanones ingérées sont excrétés), moyens (5 à 10 %) et faibles (< 5 %) ont été identifiés (Tomas-Navarro *et al.*, 2014). Ces observations impliquent que la consommation d'un polyphénol spécifique peut être bénéfique pour un individu qui a la composition appropriée de la flore microbienne intestinale, alors que le même composé peut n'avoir aucun effet bénéfique pour un autre individu.

En outre, la transformation des aliments est l'un des principaux déterminants de la bioaccessibilité des nutriments et des composés bioactifs, car elle peut avoir un impact positif ou négatif en augmentant ou en diminuant la BAcc. En fait, les techniques de transformation deviennent de plus en plus sophistiquées et diversifiées en réponse à la demande croissante d'aliments de qualité, la transformation non thermique étant un outil utile pour prolonger la durée de conservation et la qualité des produits ainsi que pour préserver leurs caractéristiques nutritionnelles et fonctionnelles (Sánchez-Moreno *et al.*, 2009). Ainsi, les efforts déployés pendant la transformation pour réduire l'impact de la technologie appliquée sur les composants clés des aliments seraient plus précieux si la qualité nutritionnelle prend en compte à la fois la stabilité et la bioaccessibilité.

#### **4.3. Méthodes d'évaluation de la biodisponibilité des polyphénols**

Les données d'études d'intervention humaine (tests *in vivo*) constituent la norme de référence et offrent les preuves scientifiques les plus élevées concernant la biodisponibilité d'un nutriment ou d'un composé bioactif. Un certain nombre d'inconvénients, tels que les limitations de la conception expérimentale, les difficultés d'interprétation des données, le coût élevé de l'équipement et de la main-d'œuvre et des contraintes, limitent l'utilité des méthodes *in vivo* pour le criblage de la biodisponibilité des composés bioactifs pour un grand nombre d'aliments transformés différemment (Van Buggenhout *et al.*, 2010). Certaines études *in vivo* ont été menées chez l'homme en se concentrant sur l'effet que le traitement exerce sur les composés bioactifs biodisponibles, y compris par exemple ceux publiés par Sánchez-Moreno *et al.* (2004); Tydeman *et al.* (2010), Aschoff *et al.* (2015) et Martínez-Huélamo *et al.* (2015).

Par contre, les modèles *in vitro* sont des méthodes rentables, reproductibles et, en général, rapides qui peuvent être utilisées pour déterminer les effets de la matrice alimentaire, des méthodes de transformation et des composants alimentaires sur la bioaccessibilité des composés bioactifs dans les aliments et sont utilisés comme substituts à des fins prédictives.

Néanmoins, malgré leur potentiel et leur large applicabilité, ils n'imitent pas complètement les processus globaux se produisant *in vivo*, en particulier le contrôle hormonal et nerveux, les mécanismes de rétroaction, l'activité des cellules muqueuses, la complexité des mouvements péristaltiques et l'implication du système immunitaire local (Guerra *et al.*, 2012). De plus, il est urgent de standardiser les méthodes *in vitro* pour permettre des conceptions d'étude améliorées plus similaires à la situation *in vivo* et pour permettre des comparaisons de résultats entre les laboratoires (Hur *et al.*, 2011; Cilla *et al.*, 2013; Ting *et al.*, 2015). Dans la

même optique, un modèle de digestion statique *in vitro* harmonisé a été proposé par Minekus *et al.* (2014) avec un protocole de consensus, au sein du réseau COST FA1005 Action INFOGEST, basé sur des conditions gastro-intestinales humaines physiologiquement pertinentes.

Pour chaque nutriment ou composé bioactif, des modèles de digestion *in vitro* spécifiques doivent être adaptés, modifiés, testés et validés par rapport à des études *in vivo* avant de tirer une quelconque conclusion de leurs résultats. Il est donc impossible qu'un essai *in vitro* donnera des résultats applicables à la situation *in vivo*. Par conséquent, dans la mesure du possible, des études *in vivo* doivent être utilisées pour la validation des modèles *in vitro* (Cardoso *et al.*, 2015).

Des méthodes *in vitro* ont été développées pour simuler les conditions physiologiques et la séquence d'événements qui se produisent pendant la digestion dans le tractus gastro-intestinal humain. Dans un premier temps, la digestion gastro-intestinale simulée (stades gastrique et intestinal, et dans certains cas un stade salivaire) est appliquée aux aliments homogénéisés ou aux composés bioactifs isolés dans un système fermé, avec détermination de la fraction de composants solubles obtenue par centrifugation (méthode de solubilité) ou dialyse des composants solubles à travers une membrane semi-perméable (méthode de dialyse) pour obtenir la fraction bioaccessible.

La digestion gastro-intestinale simulée peut être réalisée avec des modèles statiques où les produits de la digestion restent en grande partie immobiles et n'imitent pas les processus physiques tels que le cisaillement, le mélange, l'hydratation (Alegría *et al.*, 2015).

Des modèles dynamiques peuvent également être utilisés, avec des modifications progressives du pH et des enzymes, et l'élimination des composants dialysés, simulant ainsi mieux la situation réelle *in vivo*. Les tests de biodisponibilité *in vitro* basés sur la digestion *in vitro* et sur les mesures des composés bioactifs solubles ou dialysables ont été améliorés en incorporant des cultures cellulaires. Le modèle cellulaire Caco-2 est le modèle intestinal le plus largement utilisé et validé (modèle de cellules épithéliales). Bien que d'origine colique, les cellules Caco-2 subissent une différenciation spontanée en culture cellulaire pour former une monocouche de cellules bien polarisées à confluence, montrant bon nombre des propriétés fonctionnelles et morphologiques des entérocytes humains matures (Pinto *et al.*, 1983).

Tous ces systèmes évaluent le terme bioaccessibilité susmentionné et peuvent être utilisés pour établir les tendances de la biodisponibilité relative (Guerra *et al.*, 2012 ; Cardoso *et al.*, 2015).

---

## ***Volet 2.***

***Enquête sur les procédés traditionnels  
(séchage au soleil et préparation de  
confiture de raisins)***

---

## **Introduction**

Selon une préenquête réalisée par Zoubiri et Barkat (2015) sur la gestion du surplus de production des raisins dans la région de Tadmait (Tizi Ouzou), les principaux résultats montrent que le séchage et la préparation traditionnelle de confiture sont les méthodes les plus pratiquées pour la conservation des raisins.

En effet, les raisins séchés et les confitures préparées traditionnellement sont qualifiés d'authentiques car leur préparation nécessite un savoir-faire local et des compétences régionales qui se transmettent de génération en génération, ils résultent donc d'une longue tradition. De même, ils sont considérés comme des produits du terroir qui répondent aux multiples besoins et attentes des consommateurs de la région.

Par le biais de ce volet, nous essayerons de mettre l'accent sur le savoir-faire local de la population pratiquant ces activités traditionnelles. D'autres données, en l'occurrence les diagrammes relatifs à ces procédés, vont être dévoilées pour contribuer à la valeur ajoutée de ces produits.

## **1. Méthodologie**

### **1.1. But de l'enquête**

L'enquête réalisée a pour but de :

- Collecter des données détaillées sur les variétés de raisins cultivées et utilisées dans les activités traditionnelles (séchage au soleil et préparation traditionnelle de confiture de raisins);
- Etablir le diagramme le plus adopté pour chaque activité traditionnelle.

### **1.2. Zone de réalisation de l'enquête**

Cette étude a été menée dans la commune de Tadmait, située à 18 km à l'ouest de la wilaya de Tizi Ouzou (Figure 8). Le choix de la région a été décidé après avoir réalisé une pré-enquête sur la production et le rendement viticoles auprès de la subdivision agricole de Draa Ben Khedda-Tizi Ouzou. Elle nous a permis de consulter les bilans de récolte des vignes de plusieurs compagnes. Ces derniers ont montré que la région de Tadmait est une zone viticole par excellence, vis-à-vis de la superficie viticole en rapport ainsi que les variétés de raisins cultivées comparativement aux régions voisines de la vallée de Sébaou : Draa Ben Khedda et Sidi Namane.



**Figure 08.** Localisation de Tadmaït dans la wilaya de Tizi-Ouzou

### **1.3. Population ciblée**

Par rapport à la population ciblée, l'enquête réalisée n'a pas été au hasard, elle a visé les familles résidant dans la région de Tadmaït.

L'étude a commencé par un contact direct avec les cadres de la subdivision agricole de la Daïra de Draa Ben Khedda (DBK), qui nous ont dirigés vers les familles des agriculteurs viticulteurs, résidant la plupart dans les villages de Tadmaït. Suite à cette orientation, un échantillonnage simple et aléatoire (66 familles) a été effectué au sein de ces villages.

### **1.4. Formulation et description du questionnaire**

Le questionnaire élaboré (Annexe II) a combiné deux formes de questions : des questions fermées et quelques autres questions ouvertes, réparties dans trois principales parties :

**Partie 1 :** Elle a concerné l'identification personnelle des enquêtés et les renseignements sur les exploitations viticoles de la région de Tadmaït ;

**Partie 2 :** Elle est focalisée sur le séchage au soleil de raisins comme activité traditionnelle de la région ;

**Partie 3 :** Elle a traité globalement la préparation traditionnelle de la confiture de raisins.

### **1.5. Contraintes rencontrées**

Au cours de l'enquête, certaines difficultés inhérentes à toute enquête de ce type ont été rencontrées; en particulier la partie concernant les renseignements sur les exploitations viticoles et le refus de certaines personnes de participer à l'enquête. De nombreuses raisons sont à l'origine de ce refus, comme par exemple, la perception de l'enquête comme une

intrusion dans la vie privée, la méfiance engendrée par le sentiment d'insécurité partagé par certains viticulteurs de donner des informations sur la superficie viticole réelle de leurs champs et aussi le nombre de pieds de vigne qu'ils disposent.

#### **1.6. Traitement des données**

Après triage des questionnaires remplis, nous avons procédé au codage des données collectées à partir des questionnaires récupérés. Le codage consiste à transformer en variables numériques des réponses souvent matérialisées par des croix dans des cases au moment de l'interrogatoire. Une fois codées et vérifiées, les données sont ensuite saisies sur le logiciel Excel 2010. Les données traitées ont été représentées graphiquement en utilisant des pourcentages ou diagrammes.

## **2. Résultats et discussions**

### **2.1. Identification personnelle et renseignements sur les exploitations viticoles**

#### **2.1.1. Données sociodémographiques des enquêtés**

Le tableau 8, regroupant les données d'identification personnelle des enquêtés, montre que la majorité des sujets interrogés (60%) sont des hommes dont presque le tiers (37%) sont âgés entre 41 et 50 ans. Ce constat s'explique probablement par le fait que les hommes sont responsables des familles enquêtées. Ils sont plus disponibles sur terrain et sensés savoir plus d'informations sur les exploitations viticoles et donc ayant une relation directe avec notre sujet. Ces hommes nous ont accordés et facilités l'accès à leurs familles, où nous avons rencontré les femmes qui nous ont aidés beaucoup plus dans le développement des diagrammes traditionnels du séchage et de la préparation traditionnelle de confitures.

Quant au niveau d'instruction, le plus grand pourcentage est représenté par des enquêtés ayant un niveau primaire (27%), suivis de ceux ayant un niveau moyen (25%), puis de l'école coranique ou *Zaouïa* (23%). Les enquêtés ayant des niveaux secondaire et universitaire ont été présents par 5% et 20%, respectivement.

**Tableau 8.** Données sociodémographiques des personnes enquêtées

<b>Variable</b>	<b>Classe</b>	<b>Pourcentage</b>
<b>Sexe</b>	Homme	60
	Femme	40
<b>Age</b>	[20-30]	9
	[31-40]	28
	[41-50]	37
	[51-60]	17
	> 60	9
<b>Niveau d'instruction</b>	Universitaire	20
	Secondaire	5
	Moyen	25
	Primaire	27
	Coranique ( <i>Zaouïa</i> )	23

### 2.1.2. Activité des enquêtés

La figure 9 indique que 94% des personnes interrogées sont des agriculteurs viticulteurs. Les autres sont des agriculteurs ne pratiquant pas vraiment la viticulture. Ceci peut être expliqué par la nature de la région qui est une plaine inondable de la vallée de Sébaou, d'une part, et par son climat qui est typiquement méditerranéen tempéré, d'autre part.

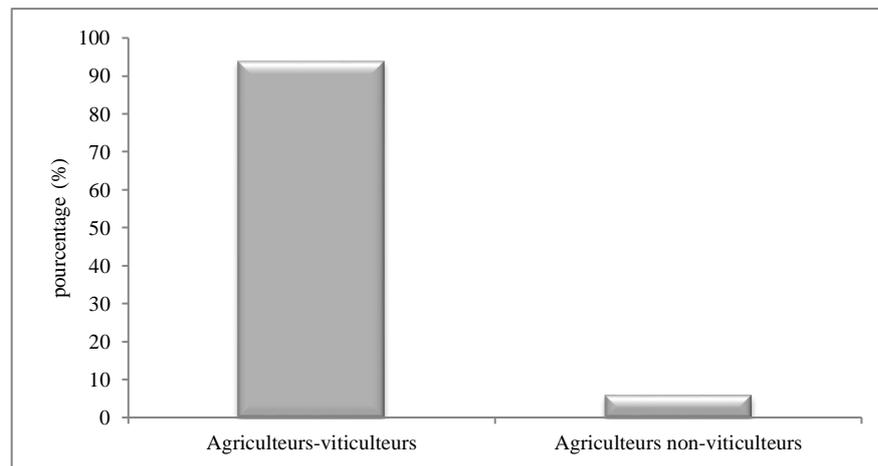


Figure 9. Activité des enquêtés

### 2.1.3. Profil variétal

A l'issue de la figure 10, il s'avère que plusieurs variétés de raisins de table sont cultivées dans la région de Tadmaït. Ces variétés sont : *Cardinal*, *Sabel*, *Dattier de Bayrouth*, *Muscat d'Alexandrie*, *Gros noir*, *Red globe* et *Italienne* avec une prédominance des deux variétés *Cardinal* (57%) et *Sabel* (46%). Les enquêtés ont justifié cette diversité variétale par l'existence dans cette région d'un état climatique qui s'approche de l'idéal pour la vigne, d'une part et la grande hétérogénéité dans les conditions naturelles de production (aussi bien en plaines que sur les montagnes) et dans la gamme de production recherchée (raisins précoces et tardifs) d'autre part.

En outre, cette diversification variétale a été justifiée, selon les enquêtés, par le fait que la vigne de table occupe de plus en plus une bonne place dans le programme de la direction et le ministère de l'agriculture.

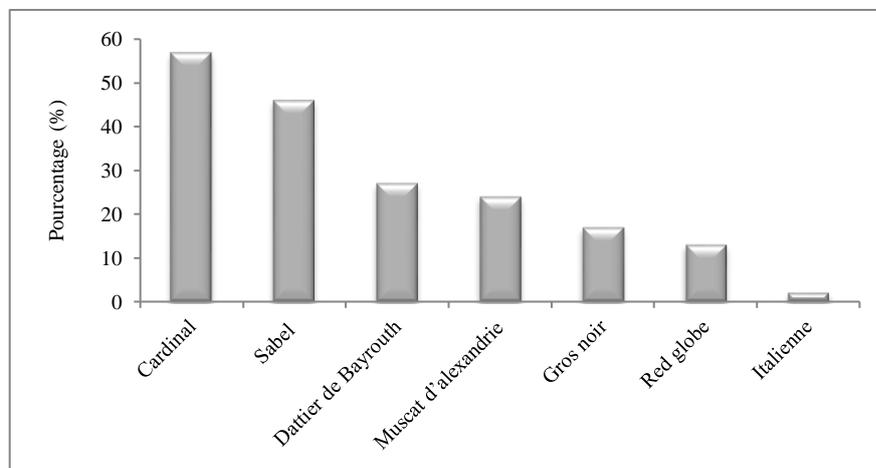
Quant à la prédominance de la variété *Cardinal*, les agriculteurs affirment que celle-ci est non seulement appréciée pour sa précocité, mais également parcequ'il s'agit d'une variété supportant bien le transport et attirant beaucoup le consommateur par ses qualités gustatives intéressantes. La variété *Sabel*, à son tour, tient une place importante de plus en plus dans le

**Volet 2. Enquête sur les procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture de raisins)**

---

secteur viticole, vu sa résistance aux maladies, son rendement élevé et sa récolte tardive pouvant aller jusqu'à la fin de l'automne.

D'après les enquêtés, c'est l'intégration de la technique pergola pour vigne qui a assuré une abondance de productivité et un meilleur rendement des variétés *Sabel* et *Cardinal*. D'après eux, il s'agit d'une nouvelle technique de production de raisins de table par des supports en béton ou en métal (Figure 11) qui rend la vigne peu exigeante et facile d'entretien, en s'accommodant de tous les climats et sols. Ils ont ajouté également que la production de raisins en pergola permet d'atteindre un rendement dépassant (4 à 5 fois supérieur) celui de la vigne traditionnelle.



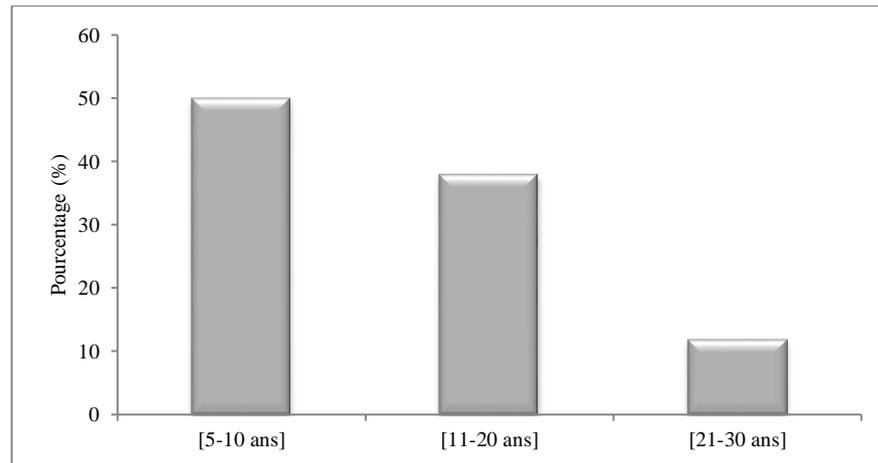
**Figure 10.** Variétés de raisins cultivées dans la région de Tadmaït



**Figure 11.** Photographiés de raisins de table en pergola (Var. *Cardinal*)

#### **2.1.4. Âge des vignes cultivées**

A la lecture de la figure 12, les deux catégories majoritaires (50% et 38%) de vignes cultivées dans la région d'étude sont âgées de 5 à 10 ans et de 11 à 20 ans, respectivement. Les enquêtés ont expliqué que l'âge de la vigne est très important, vu qu'il a une relation potentielle avec la qualité du raisin et son rendement. Selon les viticulteurs enquêtés, les plantations de la région d'étude, sont considérées relativement jeunes.

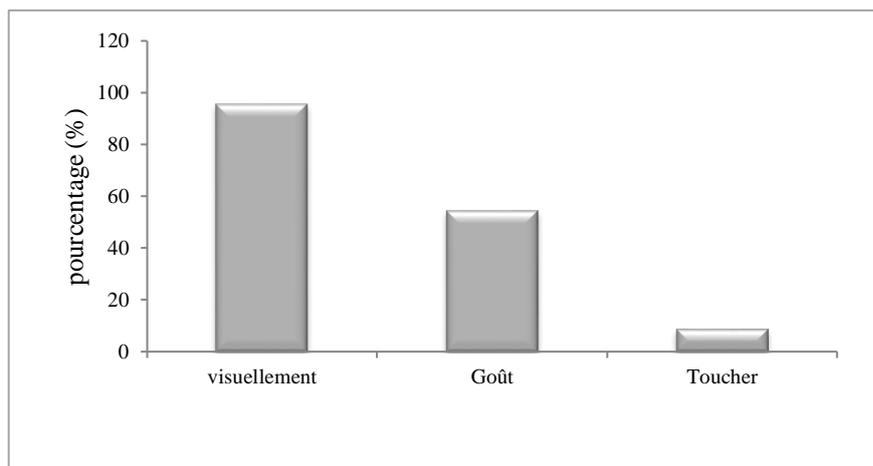


**Figure 12.** Répartition des tranches d'âge des plantations viticoles à Tadmaït

#### **2.1.5. Appréciation de la maturation de raisins**

D'après les enquêtés, l'appréciation de la maturation des raisins se base visuellement sur la couleur (95%), le goût sucré (55%) et le toucher des baies (9%) (Figure 13). Les viticulteurs de la région considèrent la couleur (pour les raisins colorés) et le goût sucré des baies de raisins comme principaux facteurs de maturation. Ils considèrent aussi, selon leur savoir-faire, les tournées d'abeilles sur les pergolas et/ou les parcelles en ligne des vignes, comme un signe très important d'accumulation des sucres dans les baies charnues, ce qui renseigne sur le terme de la récolte.

D'après les réponses et les explications détaillées des viticulteurs enquêtés, il semble que les critères sur lesquels se basent pour l'appréciation de la maturation des raisins englobent trois types de maturité : phénolique (couleur des baies), texturale (aptitude des baies à l'égrenage et à l'encrassement) et technologique (sucré et acidité de la pulpe). Pedneault *et al.* (2012) ont déjà décrit ces types de maturité qui entrent dans l'évaluation systématique de la maturation des raisins par analyse sensorielle.



**Figure 13.** Critères d’appréciation de la maturité des raisins

### **2.1.6. Usage des raisins récoltés**

Les agriculteurs-viticulteurs interrogés sur la destination de la production viticole de la région en question ont indiqué que 70% de la production de raisins de table est destinée à la vente dans le champ (sur pied) pour une commercialisation ultérieure. D’autres ont cité la vente libre sur les marchés de gros ou de détails (27%) et 3% des enquêtés, ayant des petites parcelles familiales, ont indiqué l’autoconsommation comme autre destination.

## **2.2. Renseignements sur le séchage traditionnel de raisins**

### **2.2.1. Séchage traditionnel de raisins**

A la lecture des résultats mentionnés dans le tableau 9, il s’avère que la majorité (62%) des agriculteurs-viticulteurs pratique le séchage traditionnel (séchage au soleil) des raisins parvenus à pleine maturité.

En fait, le séchage au soleil de raisins est une activité traditionnelle dans les régions à caractère viticole. Cette activité peut être faite par les hommes ou les femmes. Vu le climat et le bon ensoleillement de la région, les grappes de raisins peuvent être laissées sur leur arbre mère durant une période donnée pour assurer une maturation avancée et un début de séchage sans risque, puis récoltées pour être prétraitées et exposées au soleil dans des endroits appropriés.

Les résultats obtenus montrent qu’en cas de production suffisante de raisins (toutes variétés confondues) et même de production normale, le séchage traditionnel des raisins est pratiqué par 43% et 36% des agriculteurs-viticulteurs (ou leurs familles), respectivement. Certains

producteurs de raisins séchés au soleil (21%) utilisent uniquement les cépages tardifs à cette fin.

**Tableau 9.** Renseignements sur le séchage traditionnel des raisins

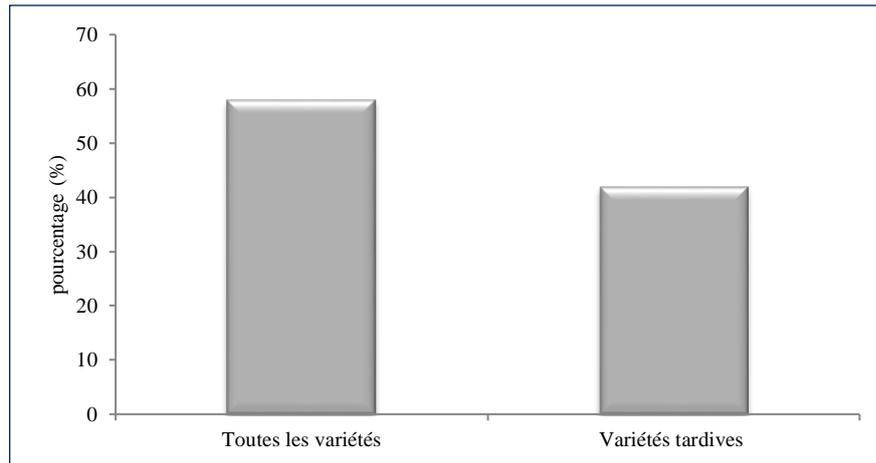
Type de question	Réponse	Pourcentage
<b>Pratique du séchage traditionnel de raisins</b>	Positive	62
	Négative	38
<b>Cas du séchage</b>	Production suffisante	43
	Production normale	36
	Variétés tardives	21
<b>But du séchage</b>	Valorisation des raisins de faible valeur marchande	58
	Conservation de l'excès de production	27
	Amélioration du gout	5
	Autres (occasions et dons divers)	10

### 2.2.2. But du séchage

Les résultats présentés dans le tableau 9 révèlent que pour plus de la moitié des enquêtés (58%), le but principal du séchage traditionnel de raisins est de valoriser les raisins de faible valeur marchande, qui sont d'après eux des grappes ramollies sur l'arbre mère à cause des conditions climatiques et/ou d'irrigation insuffisante. Pour d'autres (27%), les raisins sont séchés pour conserver l'excès de la production, pour améliorer le gout (5%), et à d'autres fins notamment leur utilisation dans les occasions familiales ou les regroupements villageois (fêtes religieuses, régionales, spéciales, dons aux voisins) (10%)

### 2.2.3. Variétés de raisins utilisées

A l'issue de la figure 14, il s'avère que 42% des enquêtés ont déclaré que toutes les variétés se prêtent au séchage au soleil sans aucune contrainte en cas de sa bonne conduite, tandis que 58% ont signalé que les variétés tardives, telle que la variété *Dabouki (Sabel)*, sont celles qui se prêtent mieux au séchage traditionnel, justifiant leur réponse par la période de récolte de ces variétés qui peut aller jusqu'à la fin d'automne, ce qui permet aux grappes un passage par les mois les plus ensoleillés et chauds de l'année.



**Figure 14.** Variétés se prêtant mieux au séchage traditionnel

#### **2.2.4. Prétraitements appliqués aux raisins destinés au séchage**

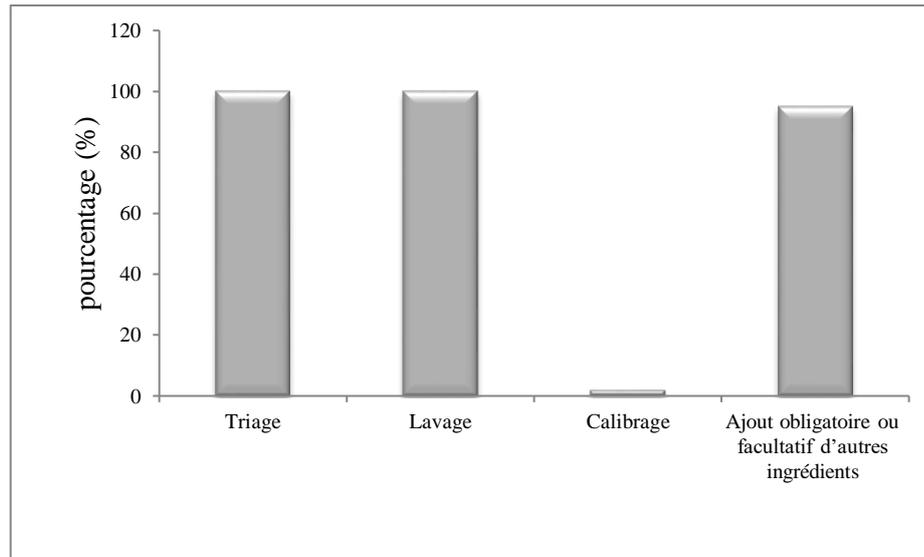
L'analyse des données collectées (Figure 15) montre que tous les enquêtés (100%), qui procèdent au séchage traditionnel des raisins, signalent que le lavage et le triage sont des prétraitements impératifs.

En outre, 96% des enquêtés ont signalé que l'ajout obligatoire ou facultatif de quelques produits sont aussi des prétraitements pour cette activité traditionnelle.

Parmi les produits ajoutés obligatoirement, le sel et l'eau bouillante. Les deux additifs ajoutés mélangés (eau salée) ou séparément, ayant pour but l'accélération de la perte d'eau lors de l'exposition au soleil.

Les enquêtés ont indiqué d'autres produits facultatifs, chacun selon le but d'ajout tels que :

- L'huile d'olive (quelques cuillères à soupe dans l'eau bouillante ou vers la fin du séchage sur les raisins séchés) pour donner un aspect brillant aux raisins séchés ;
- Les cendres de châinier et certaines plantes aromatiques (thym) sont utilisées dans le but de garantir un séchage sans problèmes d'attaques par les insectes.
- Les enquêtés ont déclaré par contre que le calibrage (2%) n'a aucune importance, en justifiant cette réponse par la destination des raisins séchés qui reste limitée à l'autoconsommation et/ou aux dons familiaux.



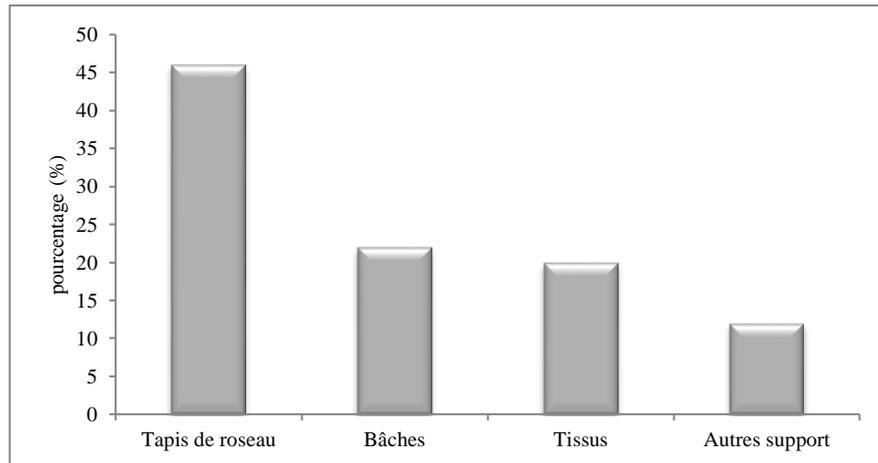
**Figure 15.** Prétraitements appliqués aux raisins avant séchage traditionnel

### **2.2.5. Supports utilisés lors du séchage**

La figure 16 montre que 46% des enquêtés producteurs des raisins séchés utilisent les tapis de roseau (Figure 17) pour l'exposition des raisins au soleil. Leur réponse a été justifiée par la bonne circulation d'air autour des baies et des grappes de raisins pendant toute la période de l'exposition au soleil, ce qui permet d'éviter le développement des moisissures et d'échapper au problème de collage des baies causés par l'humidité. Les bâches en plastique et les tapis en tissus sont également utilisés d'après 22% et 20% des enquêtés, respectivement, mais d'après eux, ces supports ne sont utilisés que pour les grappes pré-séchées sur l'arbre mère et qui n'ont pas besoin d'une longue période de séchage. D'autres supports, tels que le fil à linge et le papier sont utilisés pour les petites quantités de raisins pré-séchés sur l'arbre.

Par ailleurs, 57% des enquêtés ont indiqué que ces supports sur lesquels ont été étalées des grappes complètes de raisins et/ou des baies détachées de leurs grappes sont placés en pleine exposition au soleil, sur les terrasses et dans les cours de maisons (*Haouch*) pour accélérer l'opération de séchage.

Toutefois, 43% des enquêtés de la même région préfèrent sécher les raisins à l'ombre, dans des chambres ou *Haouchs* couverts pour éviter le durcissement de la peau externe des raisins séchés, ce qui peut gêner l'opération de séchage.



**Figure 16.** Supports utilisés dans le séchage au soleil des raisins



**Figure 17.** Exemples de tapis de roseau :  
(a) tapis vide ; (b) tapis avec des raisins à sécher

### **2.2.6. Température et durée du séchage**

Les enquêtés ont signalé que l'intervalle de température entre l'été et le premier mois d'automne, variant entre 45 et 30 °C, est considéré idéal pour un bon séchage des raisins.

Quant à la durée, ils ont déclaré que cette dernière dépend de plusieurs facteurs dont l'intensité d'ensoleillement, la température, l'humidité, le prétraitement appliqué, le pré-séchage sur arbre ou non des raisins, la période et l'aire du séchage, etc.

En outre, 41 % des enquêtés ont signalé une durée de séchage allant de trois semaines (cas des variétés précoces) à quatre semaines (cas des variétés tardives).

### **2.2.7. Critères d'arrêt du séchage (fin du séchage)**

Les enquêtés ont déclaré que la décision d'arrêt ou d'achèvement de l'opération du séchage traditionnel est proprement sensorielle (Figure 18). Elle est faite à la fois visuellement (observation de l'aspect des baies séchées) et au toucher pour 90% des enquêtés, au toucher et goût (65%) et par le goût seulement (25%).

Par ailleurs, ils ont signalé que l'aspect rétréci et ridé de la peau des baies des raisins, l'intensification de la couleur de la peau des baies (brunissement constaté à l'œil nu pour les variétés blanches) et le gout trop sucré sont considérés comme des critères majeurs pour décider de mettre fin à l'opération du séchage traditionnel.

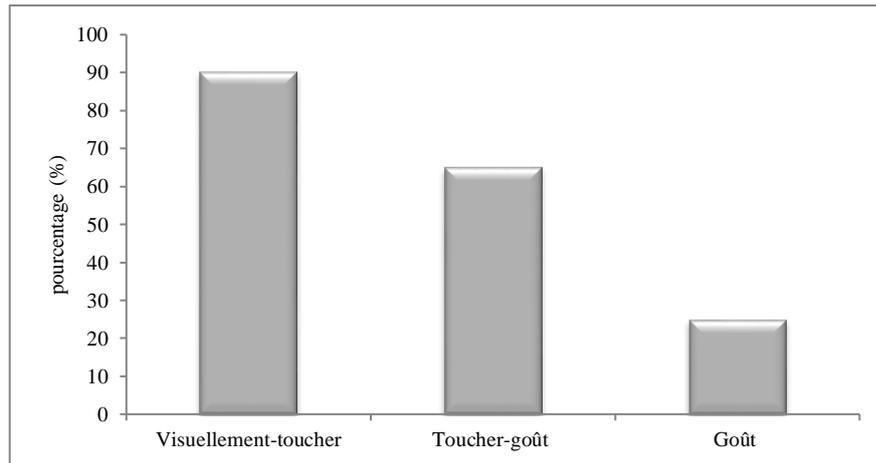
Concernant la réussite de l'opération de séchage, 69% des enquêtés l'ont liée à l'état initial des grappes et au respect des conditions du séchage. Ils ont signalé que le choix des grappes de raisins à baies non blessées, l'application d'un bon prétraitement et le suivi régulier de l'opération de séchage (agitation constante des grappes, espacement, etc.) restent les facteurs exigés pour un bon séchage.

En cas du respect des facteurs déterminant un bon séchage, les enquêtés ont déclaré une production annuelle de raisins séchés estimée entre 100 et 150Kg. D'après 51% des enquêtés, cette production peut se conserver sans problèmes de 1 à 2 ans.

D'une manière générale, concernant le séchage industriel des raisins à l'échelle nationale, tous les enquêtés de la région de Tadmaït, ont signalé qu'à part le séchage traditionnel de quelques variétés locales de raisins de table, avec ou sans pépins, pratiqué dans quelques régions du pays, la production de raisins secs par des industriels locaux n'est pas connue.

Cette absence d'industries de transformation des raisins a été fortement regrettée par tous les agriculteurs-viticulteurs enquêtés, vu que cette absence cause la détérioration des tonnes de raisins, et donc provoque leur rejet. Pour pallier à cette situation, ils ont soulevé la nécessité d'apporter des solutions adéquates en matière de gestion et de transformation industrielle de l'excès pour éviter ce gaspillage.

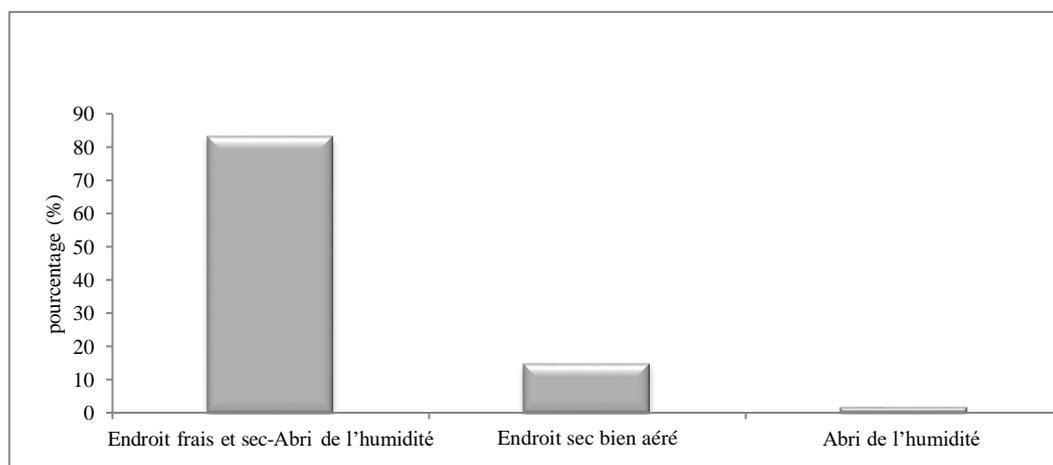
Cependant, tous les enquêtés ont été satisfaits de l'opération de séchage traditionnel et de la qualité des produits finis. Ils n'ont réclamé que quelques contraintes rencontrées durant et après séchage. Parmi les problèmes cités, l'attaque des raisins en début du séchage par les abeilles qui causent la perforation de la peau des baies, facilitant ainsi l'attaque des fourmis en plein séchage. Quant à la conservation, le problème des insectes a été également signalé.



**Figure 18.** Critères d'arrêt de l'opération du séchage

### **2.2.8. Stockage et conditions de conservation des raisins séchés**

Selon les résultats de la figure 19, la majorité des enquêtés (83%) ont déclaré que l'endroit de conservation des raisins séchés doit être frais, sec et à l'abri de l'humidité. Un endroit aéré a été suggéré par 15% des enquêtés. Leur suggestion a été justifiée par le fait que l'humidité est l'ennemi principal des produits sucrés séchés, provoquant le développement de pourritures fongiques.



**Figure 19.** Conditions de conservation des raisins séchés au soleil

### **2.2.9. Diagramme du séchage traditionnel**

Le diagramme du séchage traditionnel le plus adopté par les enquêtés est représenté dans la figure 20. La majorité (90%) des enquêtés producteurs de raisins séchés au soleil ont proposé des diagrammes du séchage traditionnel avec des étapes principales similaires.

## ***Volet 2. Enquête sur les procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture de raisins)***

---

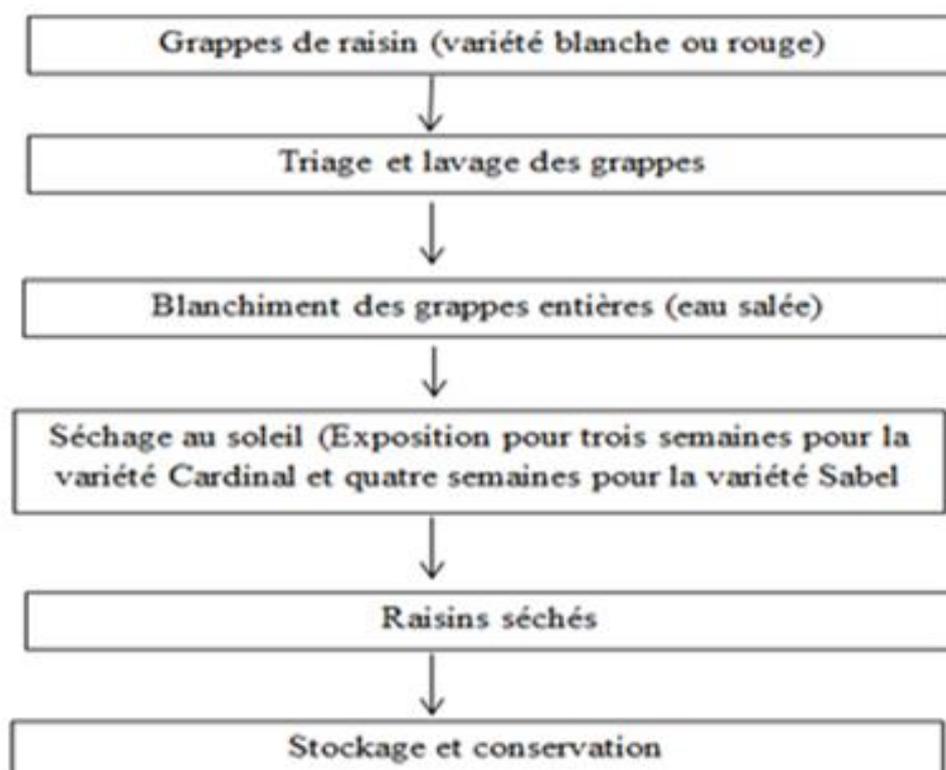
Le nettoyage des grappes par lavage à l'eau courante est une étape primordiale pour éliminer les poussières, les traces de pesticides ainsi que les baies endommagées.

Les enquêtés ont déclaré que l'étape de blanchiment a un intérêt particulier, vu qu'elle est considérée l'un des critères exigés pour un bon séchage. Selon les pratiquants du séchage traditionnel enquêtés, le blanchiment durant au moins quelques secondes à une minute à l'eau salée bouillante est obligatoire pour faciliter la perte d'eau et accélérer le séchage par la fragilisation modérée de la pellicule de raisin.

Cette étape est suivie par l'exposition directe au soleil des grappes de raisins et/ou des baies séparées de leurs grappes sur des supports appropriés (tapis de roseau ou tissus fins). La durée de séchage est étroitement liée au cépage (précoce ou tardif) et à la température de la saison.

Les enquêtés ont signalé aussi que la durée du séchage de la variété *Cardinal* (cépage rouge précoce), séchée en mi-juillet-août, est d'environ trois semaines, tandis que celle de la variété *Sabel* (cépage blanc tardif) peut atteindre jusqu'à quatre semaines.

Par ailleurs, tous les enquêtés ont suggéré l'agitation et l'aération des grappes et/ou baies de raisins au fur et à mesure de leur exposition au soleil.



**Figure 20.** Diagramme général du séchage traditionnel des raisins

***Volet 2. Enquête sur les procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture de raisins)***

---

De même, les enquêtés ont déclaré qu'un bon stockage dans des récipients en bois ou carton des raisins séchés et dans des endroits frais, secs et à l'abri de l'humidité pourrait leur permettre une conservation de 12 à 24 mois.

**2.3. Renseignements sur la préparation traditionnelle de confiture de raisins**

Les renseignements sur la préparation de confiture traditionnelle dans la région de Tadmaït sont regroupés dans le tableau 10.

**Tableau 10.** Renseignements sur la préparation traditionnelle de confiture des raisins

<b>Question</b>	<b>Réponse</b>	<b>Pourcentage</b>
<b>Préparation traditionnelle de confiture de raisins</b>	Oui	98
	Non	2
<b>Variétés utilisées</b>	Toutes variétés	86
	Variétés bien précises	14
<b>Cas de préparation</b>	En excès de production	98
	En production normale	98
<b>Principal but de préparation</b>	Valorisation des baies détachées de leurs grappes et/ou de faible valeur marchande	98

**2.3.1. Préparation de la confiture traditionnelle**

A la lecture du tableau 10, il s'avère que 98 % des enquêtés procèdent à la cuisson des baies de raisins (toutes variétés confondues) avec ou sans pépins dans le sirop de sucrose ou en ajoutant du sucre cristallisé directement pour préparer une sorte de confiture dite traditionnelle (préparée à la maison).

D'après les enquêtés, la majorité des familles de la région font ce type de préparations traditionnelles, en utilisant les fruits de la saison, en l'occurrence les raisins et les figues. En été, la confiture de raisins est considérée chef de ce type de préparations.

Les enquêtés ont affirmé que durant la saison de raisins, la confiture de raisins est non seulement un constituant important du petit déjeuner mais également l'un des ingrédients principaux des gâteaux occasionnels de cette saison (fêtes religieuses ou de mariages).

### **2.3.2. Variétés utilisées et raisons de préparation de la confiture traditionnelle**

Selon 86 % des enquêtés (Tableau 10), toutes les variétés de raisins de la région se prêtent à la cuisson et donc à la préparation traditionnelle de confiture sans aucun problème, tandis que 14% d'entre eux ont signalé que les variétés à baies grosses, peau plus ou moins épaisse et pulpe ferme et fibreuse se prêtent beaucoup mieux à une cuisson lente à feu doux pour la préparation de cette sorte de confiture. Ils ont justifié leurs réponses par l'aspect ou l'apparence finale de la confiture traditionnelle qui doit conserver aux baies leur belle forme. Ce critère est impératif du fait que le produit fini désiré n'est pas mixé et les baies doivent apparaître dans le sirop dont la couleur est plus ou moins jaune-brunâtre à rouge-noirâtre selon la couleur de la variété faisant l'objet de la préparation traditionnelle en question.

Quant aux objectifs de la préparation traditionnelle de confiture de raisins, la majorité des enquêtés (98%) ont affirmé qu'ils n'ont rien avoir avec le taux de production saisonnière, où 98% d'entre eux ont confirmé qu'ils la préparent même en cas d'une production normale de raisins. Ils ont justifié leurs réponses par le but principal de cette préparation qui est la valorisation des raisins de faible valeur marchande et des baies de raisins détachées de leurs grappes lors de la récolte et/ou du transport.

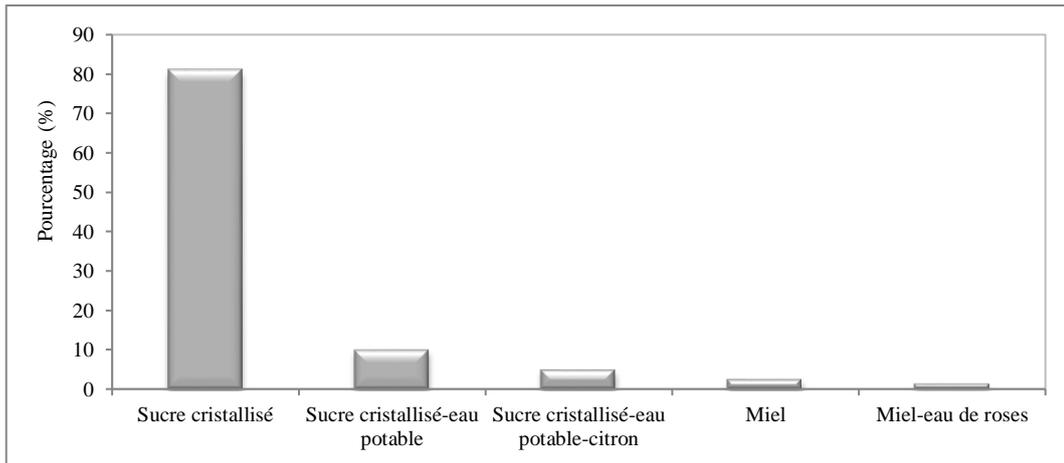
### **2.3.3. Prétraitements utilisés**

Tous les enquêtés procédant à la préparation traditionnelle de la confiture de raisins ont confirmé que le triage et le lavage sont les prétraitements primordiaux que subissent les baies de raisins destinées à la cuisson, pour obtenir de la confiture. Toutefois le découpage des baies et la séparation des pépins peuvent être facultatifs, selon le type de confiture désirée (confiture à baies complètes ou purée de pulpe de raisins débarrassées de leurs pellicules et pépins).

### **2.3.4. Ingrédients incorporés**

D'après la figure 21, pour 81% des enquêtés préparant la confiture traditionnelle de raisins, le sucre cristallisé est l'ingrédient principal de la recette "confiture traditionnelle de raisins", et cela quelque soit la variété utilisée. Certains d'autres ajoutent l'eau sucrée ou sirop (10%) ou l'eau sucrée citronnée ou sirop citronné (5%). Ils ont justifié l'ajout de l'eau pour les baies ramollies qui ont perdu préalablement une certaine quantité de leur eau avant la cuisson. L'ajout de jus de citron a été justifié par sa capacité à ralentir ou à empêcher le brunissement des baies blanches et de permettre par ce fait d'obtenir un sirop de couleur claire.

D'autres ingrédients comme le miel nature (2,5%) et le miel arrosé d'eau de rose (1,5%) sont signalés par certains enquêtés, en particulier les vieilles dames.

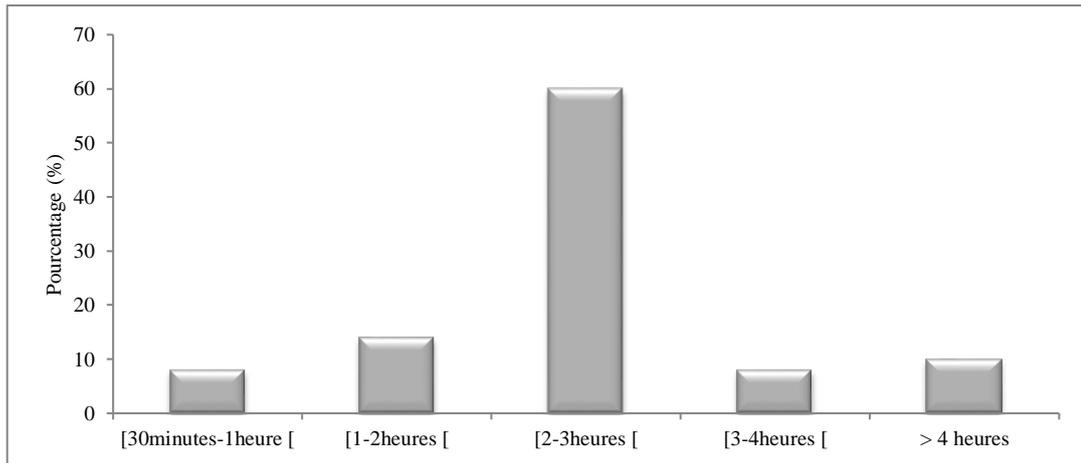


**Figure 21.** Ingrédients de la confiture traditionnelle de raisins

#### **2.3.4. Température et durée de cuisson**

Tous les enquêtés préparant la confiture traditionnelle de raisins ont affirmé que les baies de raisins doivent être cuites à feu doux tout au long de la cuisson, jusqu'à ce que le mélange atteigne lentement une température d'ébullition et son eau sera évaporée au fur et à mesure de cette ébullition lente. En effet, le feu doux permet à l'eau des baies de raisins de s'évaporer lentement, évitant ainsi le problème de caramélisation du mélange.

Quant à la durée de la cuisson (Figure 22), les réponses des enquêtés ont été variables, car ils ont lié la durée de cuisson à plusieurs facteurs dont la température et le type de feu, le cépage, et aussi la consistance finale désirée. 60% d'entre eux ont signalé que la durée d'une bonne cuisson permettant d'atteindre une viscosité d'une confiture peut aller de 2 à 3 heures à feu doux.

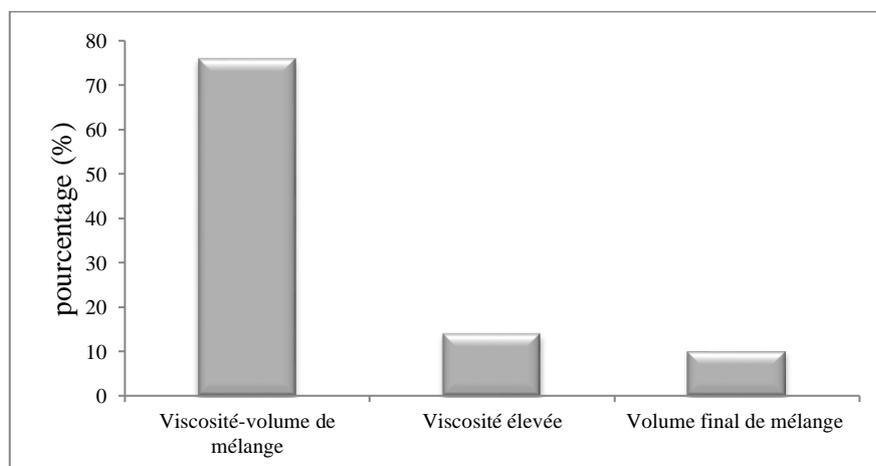


**Figure 22.** Durée de cuisson de la confiture traditionnelle de raisins

### 2.3.5. Cirières d'arrêt de la cuisson

Selon la figure 23, la plupart des enquêtés (76 %) préparant la confiture traditionnelle de raisins ont signalé que le critère majeur, indiquant la transformation des raisins en confiture et donc la fin de cuisson, est le développement de la consistance (viscosité) du mélange et la réduction de son volume final par rapport à celui du début de la cuisson. D'après eux, le volume final renseigne sur la perte d'eau qui rend le mélange plus épais dont la viscosité est correspondante à une confiture. Certains d'autres (14% et 10%, respectivement) ont estimé la fin de cuisson juste en observant la consistance du mélange obtenu.

La réduction du volume final du mélange renseigne sur une viscosité plus ou moins souhaitée pour les confitures mixées (par une presse-purée). Toutefois, dans le cas où le mélange final sera conservé tel qu'il est (baies complètes baignant dans le sirop de cuisson plus ou moins concentré), la viscosité élevée devient non désirée.



**Figure 23.** Critères d'arrêt de cuisson de la confiture traditionnelle de raisins

### 2.3.6. Stockage et conditions de conservation

100% des enquêtés ont signalé que le stockage de la confiture traditionnelle devrait se faire dans des bocaux ou pots en verre propres et stériles, hermétiquement fermés, afin d'éviter toute contamination fongique. En outre, ils ont recommandé une conservation des pots à l'abri de l'air et de la lumière dans un endroit frais ou dans un réfrigérateur. Ces bonnes pratiques peuvent permettre une durée de conservation pouvant atteindre jusqu'à 24 mois.

Ils ont aussi déclaré que la confiture traditionnelle produite est destinée, soit à l'autoconsommation, soit à la vente à petite échelle (*Souk* ou marché hebdomadaire) ou réservée aux dons divers pendant les fêtes religieuses ou occasions spéciales (fêtes de mariage).

En outre, les enquêtés n'ont signalé aucun problème ni durant la préparation de la confiture ni durant sa conservation, en cas de respect des conditions de conservation.

### 2.3.7. Diagramme de préparation traditionnelle de confiture de raisins

Plus de 90% des enquêtés préparant la confiture traditionnelle de raisins de toutes variétés confondues ont cité le diagramme représenté dans la figure 24.

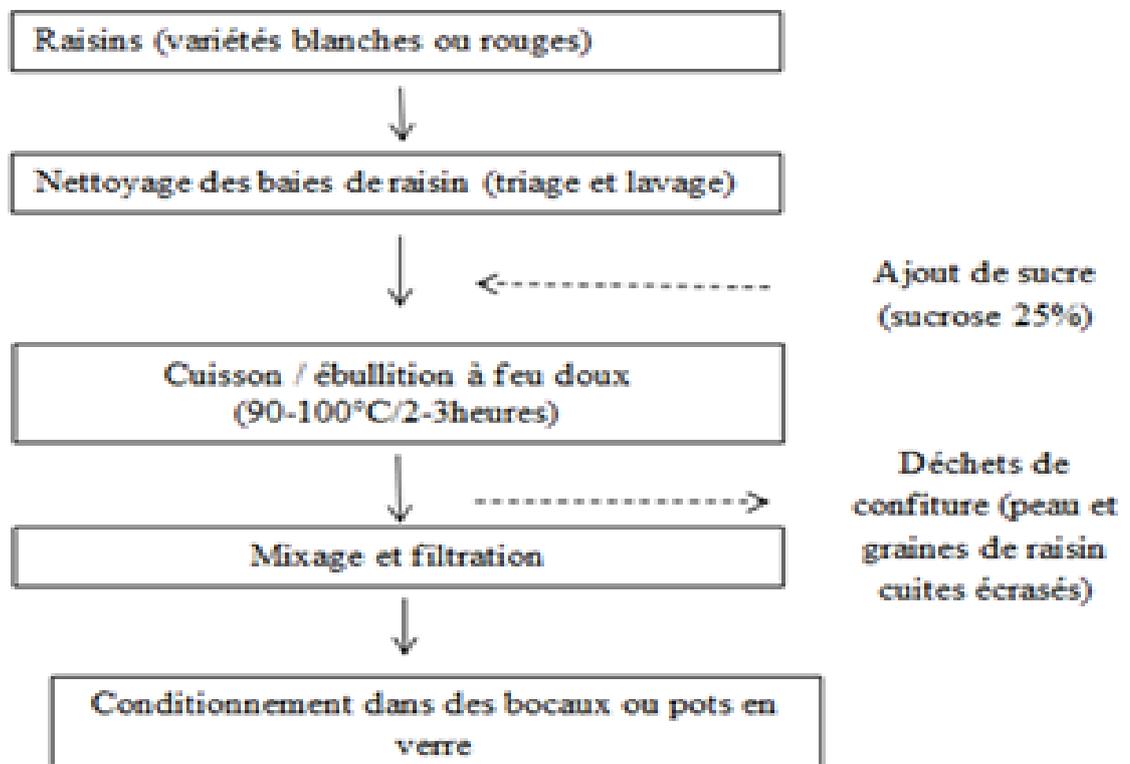


Figure 24. Diagramme général de préparation traditionnelle de confiture de raisins

## **Conclusion**

L'enquête sur les activités traditionnelles relatives aux raisins cultivées dans la région de Tadmaït, wilaya de Tizi Ouzou, a permis d'allier un savoir-faire local en matière de transformations traditionnelles des surplus de raisins ou des raisins de faible valeur marchande. Des pratiques traditionnelles simples, dont le séchage au soleil et la préparation de confiture de raisins, sont avérées largement appliquées par les familles de telles régions à caractère viticole diversifié.

D'une part, les réponses des enquêtés ont été à l'origine de l'identification de certaines variétés de raisins rouges et blancs dont les variétés *Cardinal* et *Sabel*, respectivement. Ces variétés sont les plus cultivées et les plus transformées en raisins séchés et confitures suivant des diagrammes de préparation purement traditionnels. D'autre part, des détails utiles relatifs aux étapes-clé du séchage au soleil et de préparation de confiture ont été abordés et décrits.

Dans la présente étude, les diagrammes traditionnels les plus adoptés dans la région de Tadmaït ont été attentivement appliqués pour la préparation des raisins séchés et de confiture de raisins. Ces produits ont servi du matériel biologique pour la caractérisation et l'étude de leurs composés phénoliques et leur bioactivité après application de ces procédés traditionnels (volet 3 et volet 4).

---

## *Volet 3.*

*Effet des procédés traditionnels  
(séchage au soleil et préparation de  
confiture) sur les teneurs et le profil en  
composés phénoliques de raisins*

---

## **Introduction**

Suite aux résultats de l'enquête investiguée dans le volet 2, deux variétés ont fait l'objet de ce volet. L'une est une variété précoce de couleur rouge (*Var. Cardinal*), disponible jusqu'au mois d'août; et l'autre est une variété tardive de couleur blanche (*Var. Sabel*), disponible jusqu'au au mois de Décembre. Il s'agit des variétés les plus utilisées dans les procédés traditionnels (séchage au soleil et confiture de raisins). Les diagrammes traditionnels correspondants à ces procédés, ont été reproduits des résultats de l'enquête réalisée et ils ont été appliqués pour préparer les différents échantillons.

Par conséquent, ce volet a été proposé pour :

- Détailler les méthodes et techniques utilisées pour l'étude des principales caractéristiques physicochimiques des raisins frais (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) et leurs produits dérivés (raisins séchés et confitures traditionnelles) ;
- Etudier l'impact de ces procédés traditionnels sur la teneur et le profil phénolique des composés phénoliques des raisins des variétés *Cardinal* et *Sabel*

Les résultats de ce volet ont été hiérarchiquement présentés graphiquement, discutés et comparés avec les diverses données publiées sur les raisins et leurs dérivés et parfois à d'autres fruits (selon la disponibilité).

L'expérimentation de ce volet a été réalisée au niveau du laboratoire de Biotechnologie et Qualité des Aliments (BIOQUAL, INATAA, UFM, Constantine 1), et du laboratoire de Génie Alimentaire (Université Technique d'Istanbul) au cours d'un stage de courte durée.

## **1. Matériel et méthodes**

### **1.1. Matériel végétal**

Les deux variétés de raisins (*Cardinal* et *Sabel*) utilisés dans cette étude sont produites dans deux vignobles situés dans la vallée de Sébaou (Tadmaït-Tizi Ouzou). Les raisins ont été récoltés durant la campagne 2016-2017 sous forme de grappes. A partir d'un mélange de grappes plus ou moins homogènes, trois lots de 9 kg chacun ont été sélectionnés.

Chaque lot de raisins frais a été partagé en quantités égales (à raison de 3Kg pour un sous lot), pour l'obtention ultérieure des raisins frais lyophilisés, des raisins séchés et des confitures de raisins. Les photographiés des deux variétés sont exposées ci-dessous (Figure 25).

***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

Les raisins frais récoltés ont été conservés au réfrigérateur (4°C). La répartition des lots pour préparer des échantillons de raisins frais lyophilisés, séchés au soleil et des confitures de raisins a été effectuée au cours de la semaine de récolte de manière que chaque sous lot de raisins frais (rouges et blancs) a fait l'objet de:

- Une lyophilisation, pour pouvoir l'utiliser comme matière fraîche sous forme de poudre (lyophilisat) après une conservation à -20°C,
- Un séchage traditionnel par exposition directe au soleil, suivant les étapes du diagramme traditionnel établi à partir des résultats de l'enquête (Figure 20: volet 2) ;
- Une préparation de confiture de raisins par cuisson domestique à feu doux avec du sucre suivant le diagramme de l'enquête (Figure 24: volet 2).



**Figure 25.** Photographiés des variétés de raisins utilisées:  
(a) *Var. Cardinal*; (b) *Var. Sabel*

Les détails des échantillons de raisins frais et produits dérivés à savoir: raisins séchés et confitures traditionnelles de raisins sont indiqués dans le tableau 11.

*Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins*

**Tableau 11.** Détails des échantillons de raisins et produits dérivés utilisés

<b>Variété de raisins</b>	<i>Cardinal</i> (raisins rouges précoces frais : <b>RRF</b> )	<i>Sabel</i> (raisins blancs tardifs frais : <b>RBF</b> )
<b>Raisins frais (RF)</b>		
<b>Récolte</b>	Fin juillet 2016	Mi-Septembre 2016
<b>Forme d'utilisation des échantillons</b>	Lyophilisat en poudre (-50°C, 0,1x10 <sup>-3</sup> Mbar)	
<b>Echantillonnage</b>	Triplicata pour chaque variété de raisin: 3 lots de 3Kg chacun (pour la préparation des raisins frais lyophilisés) 3 lots de 3Kg chacun pour la préparation des raisins séchés 3 lots de 3Kg chacun pour la préparation des confitures	
<b>Raisins séchés (RS)</b>		
<b>Raisins séchés</b>	Poudre fine (après traitement à l'azote liquide)	
<b>Période de séchage</b>	Fin Juillet-Aout	Septembre-Octobre
<b>Température</b>	39-45°C	29-36°C
<b>Durée de séchage</b>	3 semaines	4 semaines
<b>Prise d'échantillon</b>	Produit final : à la fin du séchage de chaque lot	
<b>Abréviation des noms des produits</b>	Raisins Rouges Séchés Var. <i>Cardinal</i> ( <b>RRS</b> )	Raisins Blancs Séchés Var. <i>Sabel</i> ( <b>RBS</b> )
<b>Echantillonnage (raisins séchés)</b>	Triplicata (3 lots de 1,25Kg environ)	
<b>Confitures de raisins (CR)</b>		
<b>Confiture de raisins</b>	Cuisson avec du sucre (1/4 de la quantité de raisins)	
<b>Type de cuisson</b>	Feu doux	
<b>Durée de cuisson</b>	3 heures environ	
<b>Prise d'échantillon</b>	Fin de cuisson (après mixage et séparation traditionnelle (presse-purée) de la pellicule et des pépins	
<b>Confitures traditionnelles</b>	Pulpe cuite pressée ou Confiture de Raisins Rouges ( <b>CRR</b> )	Pulpe cuite pressée ou Confitures de Raisins Blancs ( <b>CRB</b> )
<b>Marc de confiture</b>	Résidus de confiture constitués de pépins et de la pellicule cuits ou Marc de Confiture de raisins Rouges ( <b>MCR</b> )	Résidus de confiture constitués de pépins et de la pellicule cuits ou Marc de Confiture de raisins Blancs ( <b>MCB</b> )
<b>Echantillonnage (confitures)</b>	Triplicata (3 lots de 0,6 à 0,8Kg)	

## **1.2. Méthodes**

### **1.2.1. Séchage traditionnel de raisins et prélèvements**

Le séchage traditionnel a été effectué selon le diagramme (Figure 20; volet 2) opté par la majorité des enquêtés pratiquant le séchage traditionnel des raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) dans la région de Tadmaït.

Il a été réalisé par exposition directe au soleil des trois sous lots (pour chaque variété) constitués des grappes complètes préalablement :

- Lavées et triées pour l'élimination de toutes impuretés ou baies blessées pouvant causer des pourritures au cours du séchage;
- Blanchies par trempage dans l'eau salée bouillante durant 30 secondes à 1 minute;
- Egouttées sur des cagettes en plastique, pour éviter le problème d'humidité inter-baies au début du séchage qui peut poser beaucoup de problèmes.

Durant le séchage, les grappes ont subi de temps en temps des retournements et espacements l'une à l'autre pour permettre le passage de l'air convenablement et éviter tout collage.

La durée de séchage a été de 3 semaines pour les échantillons de raisins rouges (*Var. Cardinal*) et de 4 semaines pour ceux de raisins blancs (*Var. Sabel*).

Les prélèvements des échantillons de raisins séchés n'ont été réalisés qu'à la fin de séchage, où les trois sous lots totalement séchés ont été ramassés après détachement prudent des baies séchées et ont été conservés à -20 °C jusqu'à utilisation ultérieure.

Il est à signaler que chaque sous lot de 3 kg de raisins frais a donné un lot d'environ 1 à 1,25Kg de baies séchées. La figure 26 montre les photos des échantillons de raisins séchés (RRS et RBS).



**Figure 26.** Photographiés des raisins séchés traditionnels: (a) *Var. Cardinal*; (b) *Var. Sabel*

### **1.2.2. Préparation de la confiture traditionnelle de raisins et prélèvements**

Les confitures de raisins (CRR et CRB) ont été préparées traditionnellement selon le diagramme le plus adopté par les enquêtés (figure 24; volet 2).

Les baies intactes de chaque sous lot, préalablement lavées et triées, ont été mises à cuisson lente (feu doux) avec du sucre cristallisé uniquement (1/4 de la quantité de raisins utilisée) jusqu'à évaporation de l'eau des baies et obtention d'une texture finale assez épaisse. A la fin de la cuisson, chaque sous lot cuit a fait l'objet d'un mixage et d'une filtration à l'aide d'une presse-purée traditionnelle en acier inoxydable pour séparer la pulpe cuite (considérée comme confiture finale) et débarrasser les pépins et pellicules (considérés comme résidus ou marc).

Les échantillons (CRR et CRB) à analyser, constitués de la purée de la pulpe cuite, ont été prélevés à la fin de la cuisson qui a duré environ trois heures. Les échantillons de marcs de confitures (retenus sur le tamis de presse-purée traditionnel: Annexe I) ont à leur tour été prélevés de chaque sous lot après pressage et filtration pour faire l'objet de certaines analyses spectrophotométriques pour estimer les pertes en composés phénoliques à cette étape. Tous les échantillons ont été conservés à -20°C jusqu'à utilisation ultérieure. Les figures 27 et 28 montrent les deux confitures et leurs marcs constitués des pépins et pellicules de raisins cuits.



**Figure 27.** Photographies de confiture de raisins *Var. Sabel* (a) et son marc (b)



**Figure 28.** Photographies de confiture de raisins *Var. Cardinal* (a) et son marc (b)

### **1.2.3. Détermination des principales caractéristiques physicochimiques et phytochimiques des raisins frais et séchés et des confitures traditionnelles de raisins**

#### **1.2.3.1. Détermination de la teneur en humidité (NF V 05-108, 1970)**

Le principe consiste à sécher quelques baies (5g) de raisins à une température de  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  dans une étuve ventilée jusqu'à poids constant. La teneur en humidité est définie comme étant la perte de poids subie lors de la dessiccation (Audigié *et al.*, 1978). Elle est déterminée selon la formule suivante :

$$\text{H}\% = \frac{\text{M1} - \text{M2}}{\text{P}} \times 100$$

Soit :

H% : Humidité

M1 : Masse (g) de la capsule + matière fraîche avant séchage.

M2 : Masse (g) de l'ensemble après séchage à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$ .

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

#### **1.2.3.2. Détermination du degré Brix**

Le degré Brix est la valeur qui est à égale au pourcentage de matière sèche présente dans un produit liquide. Il est écrit communément  $^\circ\text{B}_x$  (Codex Stan, 296-2009).

Pour mesurer le degré Brix (pour les raisins frais et leurs confitures), une goutte de jus des baies des raisins frais ou de confitures est placée sur le plateau de prisme d'un réfractomètre. Ce paramètre est déterminé à température ambiante par lecture directe sur l'écran de réfractomètre.

#### **1.2.3.3. Détermination du pH**

La mesure du pH est basée sur la détermination en unité pH de la différence de potentiel existant entre deux électrodes d'un pH-mètre.

#### **1.2.4. Analyses spectrophotométriques**

Les analyses spectrophotométriques ont été effectuées sur les extraits méthanoliques bruts contenant en principe les composés phénoliques de chaque échantillon (RRF, RBF, RRS, RBS, CRR, CRB, MCR et MCB).

##### **1.2.4.1. Extraction des composés phénoliques**

L'extraction des composés phénoliques a été effectuée à trois reprises (triple extraction) à partir des lyophilisats des raisins frais (RRF et RBF), raisins séchés (RRS et RBS), confitures de raisins (CRR et CRB) et leurs marcs (MCR et MCB). Ces différents échantillons ont été d'abord traités à l'azote liquide et immédiatement broyés en une fine poudre avec un broyeur pré-refroidi (IKA A11, Allemagne).

Pour chaque échantillon, 10ml de méthanol aqueux acidifié (Me-OH75%, 0,1% d'acide formique) a été ajouté à 1g de poudre. Le mélange a été soumis à ultrason pendant 15 minutes à  $4^\circ\text{C}$ , puis centrifugé à 2500rpm pendant 10 minutes. Le premier surnageant a été récupéré, ensuite la même procédure d'extraction a été répétée trois fois au culot de chaque extraction. Le surnageant final résultant a été utilisé comme extrait brut, et a fait l'objet de l'ensemble

des dosages: polyphénols totaux (PT), flavonoïdes totaux (FT) et anthocyanes monomères totales (AMT) (Çapaoglu *et al.*, 2013).

#### **1.2.4.2. Détermination de la teneur en polyphénols totaux**

Les polyphénols totaux (PT) ont été déterminés à 765nm, en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu (Spanos et Wrolstad, 1990). Le principe de la méthode de Folin-Ciocalteu est basé sur la réduction en milieu alcalin de la mixture phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) phosphomolybdique ( $H_3PMO_{12}O_{40}$ ) du réactif de Folin par les groupements oxydables des composés phénoliques, conduisant à la formation de produits de couleur bleue (Vermerris et Nicholson, 2006; Sochor *et al.*, 2010). Ces derniers présentent un maximum d'absorption à 765nm dont l'intensité de la couleur est proportionnelle à la concentration des polyphénols présents dans l'échantillon (Georgé *et al.*, 2005).

Il s'agit de traiter 100µl du standard et/ou des dilutions de chaque échantillon par 750µl de réactif de Folin (0,2N); le milieu est ensuite alcalinisé par 750µl du  $Na_2CO_3$  après trois minutes. La réaction est faite à l'abri de la lumière, pour effectuer la lecture au spectrophotomètre à 765nm contre un blanc, après 90 minutes. Les résultats ont été exprimés en milligramme équivalent acide gallique par 100 gramme de poids sec (mg Eq.AG/100g ps) en se référant à la courbe d'étalonnage préparée avec des concentrations d'acide gallique allant de 0,01-0,2mg/ml (Annexe III).

#### **1.2.4.3. Détermination de la teneur en flavonoïdes totaux**

Les flavonoïdes totaux (FT) ont été déterminés à 510nm en utilisant la méthode du chlorure d'aluminium et du nitrite de sodium comme réactifs (Dewanto *et al.*, 2002). Les flavonoïdes contiennent des groupements hydroxyles (OH) libres, ils forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygènes de la molécule phénolique qui agit comme donneur d'électrons. Le chlorure d'aluminium forme des complexes acides stables avec le groupement cétonique C-4 et hydroxyle C-3 ou C-5 de flavones et de flavonols et des complexes acides labiles avec les groupes d'orthodihydroxyle des noyaux A ou B des flavonoïdes. Ces complexes peuvent être dosés par spectrophotométrie UV-Visible.

Le protocole consiste à la dilution de 0,25ml du standard et/ou de chaque échantillon dans 1,25ml d'eau distillée, pour ajouter ensuite 75µl de  $NaNO_2$  ; 150µl de la solution de  $AlCl_3.6H_2O$  après 6 minutes. Le NaOH (1M) a été ajouté après 5 minutes de réaction du

***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

mélange précédent, ensuite un ajustement de volume réactionnel à 2,5ml avec de l'eau distillée est recommandé tout en secouant les tubes à essai pendant 10 secondes, pour effectuer enfin les mesures d'absorbances à 510nm, contre un blanc.

Les résultats ont été exprimés en milligramme équivalent catéchine par 100g du poids sec (mg Eq.CT/100g ps) en se référant à la courbe d'étalonnage préparée avec des concentrations de catéchine allant de 0,01-0,4mg/ml (Annexe III).

**1.2.4.4. Détermination de la teneur en anthocyanes monomères totales**

La teneur totale en anthocyanes monomères totales (AMT) a été déterminée selon la méthode du pH différentiel (Lee *et al.*, 2005 ). L'absorbance a été mesurée à 520 et 700nm dans des tampons à pH=1,0 (KCl, 0,025 M) et pH=4,5 (CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>Na, 0,4 M), et la teneur est calculée en utilisant l'équation suivante:

$$\text{Teneur en anthocyanes monomères totales} = (A \times PM \times FD \times 10^3) / (\epsilon * L)$$

Soit :

A: (Absorbance à 520nm – Absorbance à 700nm) pH 1,0 - (Abs 520nm – Abs 700nm) pH 4,5;

PM: Poids moléculaire de la cyanidine-3-*O*-glucoside (C3G) (449,2g/mol) ;

F D: Facteur de dilution ;

10<sup>3</sup>: Facteur de conversion de g en mg;

ε : Coefficient d'extinction molaire de C3G (26900l/mol /cm);

L: Longueur de trajet (1cm).

Les résultats ont été exprimés en milligramme équivalent cyanidine-3-*O*-glucoside (mg Eq.C3G/100g ps).

**1.2.5. Etude du profil phénolique : Analyses chromatographiques**

La séparation et la quantification des composés phénoliques des extraits polyphénoliques de chaque échantillon (RRF, RBF, RRS, RBS, CRR, CRB) ont été effectuées sur un système de chromatographie liquide de haute performance (HPLC) chirale avec un détecteur ultraviolet Diode Array Detector (DAD) (série 1200; Agilent Technologies Inc., Palo Alto, CA, USA), selon le protocole de Çapanoglu *et al.* (2013) légèrement modifié.

Brièvement, les dilutions des extraits méthanoliques de chaque échantillon ont été filtrés sur un filtre à de 0,2µm. Après injection, la séparation des composés phénoliques a été réalisée

***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

sur une colonne en phase inverse (RP) C18 (PLRP-S; 250 × 4,6mm, taille de particule de 5µm, taille de pore 100°A; Varian, Palo Alto, CA, US) à 25°C. Le gradient de la phase mobile A (eau distillée ultra pure MQ avec 0,1% d'acide formique) et de la phase mobile B (acétonitrile avec 0,1% d'acide formique) a été utilisé à un débit de 0,8ml min<sup>-1</sup>. Le profil de gradient a été défini comme suit; 0 min, 95% de solvant A, 5% de solvant B; à 60 min, 71% de solvant A, 29% de solvant B; à 62 min, 25% de solvant A, 75% de solvant B, et à 69 min, les conditions ont été rétablies au réglage initial (95% de solvant A, 5% de solvant B).

Pour la quantification des composés phénoliques individuels, des courbes d'étalonnage avec des standards représentatifs de chaque classe de composés phénoliques ont été utilisées.

Chaque composé individuel a été analysé à la longueur d'onde appropriée, à savoir : 280nm (acides hydroxybenzoïques, flavanol-3-ols et dérivés dont les proanthocyanidines), 312nm (acides hydroxycinnamiques et stilbènes), 360nm (flavonols) et 520nm (anthocyanes), pour pouvoir le quantifier en se basant sur l'aire de son pic et la courbe d'étalonnage de son standard (Annexe IV). Les standards utilisés sont:

- L'acide gallique et l'acide caféique pour quantifier les acides hydroxybenzoïques et les acides hydroxycinnamiques, respectivement ;
- La catéchine pour quantifier les flavan-3-ols et dérivés ;
- La quercétine pour quantifier les flavonols ;
- La cyanidine-3-*O*-glucoside pour quantifier les anthocyanes
- Le resvératrol pour quantifier les stilbènes

La teneur de chaque composé a été exprimée en mg équivalent standard approprié/100g de poids sec (mg Eq.SD/100g ps).

Quant à l'identification par spectrométrie de masse, la chromatographie liquide de haute performance avec détection par barrette de diodes couplée à la spectrométrie de masse à temps de vol quadripolaire (HPLC-DAD-MS-QTOF) appliquée est celle décrite par Carrillo *et al.* (2017), avec de légères modifications.

Les analyses ont été effectuées en deux modes d'ionisation : positif (pour les composés phénoliques colorés voir les anthocyanes) et négatif (pour les composés phénoliques non colorés) à l'aide d'un système HPLC Agilent 1260 Infinity couplé à un système de spectrométrie de masse précise 6545 QTOF-MS, avec une source d'ionisation Jet Stream.

***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

La séparation chromatographique a été réalisée exactement dans les mêmes conditions que celles de l'HPLC-DAD (décrites ci-dessus). Les conditions de MS-QTOF ont été comme suit: débit d'azote gazeux 10l/min à 400°C; débit d'azote gazeux du séchage 8l/min à 350°C; pression du nébuliseur 50psi, tension de la buse 1kV, tension capillaire 3,5kV. Des signaux dans la gamme m/z 100-1200 ont été enregistrés.

**1.2.6. Etude de l'effet du séchage traditionnel sur la teneur et le profil en composés phénoliques de raisins**

**1.2.6.1. Effet sur la teneur en composés phénoliques**

Les variations des teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales après séchage traditionnel des raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) ont été estimées en pourcentage suivant la formule:

$$\%VRS_X = [(TRS_X - TRF_X) / TRF_X] * 100$$

Soit :

$\%VRS_X$ : Variation de la teneur moyenne en composés  $x$  pour les raisins séchés (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

$TRS_X$ : Teneur moyenne en composés  $x$  pour les raisins séchés (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

$TRF_X$ : Teneur moyenne en composés  $x$  pour les raisins frais (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

$x$ : Polyphénols totaux, flavonoïdes totaux ou anthocyanes monomères totales.

**1.2.6.2. Effet sur le profil phénolique**

Les changements quantitatifs en composés phénoliques individuels (profil phénolique) des raisins séchés (rouges et blancs) ont été estimés en pourcentage pour chaque groupe de composés individuels (Acides phénoliques, Flavan-3-ols et dérivés, Flavonols et Anthocyanes) séparés, identifiés et quantifiés par analyses chromatographiques suivant la formule:

$$\%VRS_{CI} = [(TRS_{CI} - TRF_{CI}) / TRF_{CI}] * 100$$

Où :

$VRS_{CI}$ : Variation de la teneur moyenne ou de la somme d'un groupe de composés phénoliques individuels quantifiés dans les raisins séchés (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

TRSC<sub>i</sub>: Teneur moyenne ou somme des teneurs moyennes de composés phénoliques individuels constituant le même groupe pour les raisins séchés (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

TRFC<sub>i</sub>: Teneur moyenne ou somme des teneurs moyennes de composés phénoliques individuels constituant le même groupe pour les raisins frais (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

c<sub>i</sub>: Groupe de composés phénoliques individuels (Acides phénoliques, Flavan-3-ols et dérivés, Flavonols, Anthocyanes) identifiés par MS-QTOF et quantifiés par HPLC-DAD.

**1.2.7. Etude de l'effet de la préparation traditionnelle de confiture sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins**

**1.2.7.1. Effet sur la teneur en composés phénoliques**

Les variations des teneurs en PT, FT et AMT pour les confitures traditionnelles obtenues après cuisson à feu doux des raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) ont été estimées en pourcentage suivant la formule:

$$\% \text{VCR}_x = [(\text{TCR}_x - \text{TRF}_x) / \text{TRF}_x] * 100$$

Où :

VCR<sub>x</sub>: Variation de la teneur moyenne en composés <sub>x</sub> pour les confitures de raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*);

TCR<sub>x</sub>: Teneur moyenne en composés <sub>x</sub> pour les confitures de raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*);

TRF<sub>x</sub>: Teneur moyenne en composés <sub>x</sub> pour les raisins frais (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*);

<sub>x</sub>: Polyphénols totaux, flavonoïdes totaux ou anthocyanes monomères totales.

**1.2.7.2. Effet sur le profil phénolique**

Selon la variabilité de la composition initiale des raisins frais (profil phénolique déterminé par HPLC-DAD-MS-QTOF), le gain ou la perte de la teneur de chaque groupe de composés phénoliques individuels a été calculé(e) afin d'évaluer l'effet du séchage et de comparer les matrices fraîches et sèches selon la formule :

$$\% \text{VCR}_{c_i} = [(\text{TCR}_{c_i} - \text{TRF}_{c_i}) / \text{TRF}_{c_i}] * 100$$

Où :

***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

VCR<sub>CI</sub>: Variation de la teneur moyenne ou de la somme d'un groupe de composés phénoliques individuels quantifiés dans les confitures des raisins (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

TCR<sub>CI</sub>: Teneur moyenne ou somme des teneurs moyennes de composés phénoliques individuels constituant le même groupe pour les confitures des raisins (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

TRF<sub>CI</sub> : Teneur moyenne ou somme des teneurs moyennes de composés phénoliques individuels constituant le même groupe pour les raisins frais (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);;

CI: Groupe de composés phénoliques individuels (Acides phénoliques, Flavan-3-ols et dérivés, Flavonols, Anthocyanes) identifiés par MS-QTOF et quantifiés par HPLC-DAD.

**1.2.8. Analyse statistique**

Toutes les analyses ont été effectuées en triplicata, et les valeurs ont été données en moyennes plus ou moins l'écart type (Excel 2010).

Les données obtenues ont été analysées statistiquement à l'aide de logiciel (XL-STAT 2009, 1.01, AddinsoftInc Long Island, USA) par l'analyse de la variance (ANOVA). Le test de plage multiple de Tukey à ( $p \leq 0,05$ ) a été appliqué pour les tests post hoc.

## 2. Résultats et discussions

### 2.1. Détermination des principales caractéristiques physicochimiques et phytochimiques des raisins frais, raisins séchés et des confitures traditionnelles de raisins

#### 2.1.1. Teneur en humidité, pH et Brix

Les résultats montrant les teneurs en humidité, les valeurs du pH (raisins frais, raisins séchés et confitures traditionnelles) et le degré Brix (raisins frais et leurs confitures traditionnelles) sont représentés dans le tableau 12.

**Tableau 12.** Teneur en humidité, pH, et degré Brix des différents échantillons de raisins et leurs produits dérivés

Variétés de raisins	Echantillons	pH	Brix (°Bx)	Teneur en humidité (%)
<i>Cardinal</i> (Variété rouge précoce)	Raisins rouges frais (RRF)	4,63±0,03 <sup>a</sup>	21 ± 0,001 <sup>c</sup>	80±0,1 <sup>b</sup>
	Raisins rouges séchés (RRS)	4,37±0,10 <sup>b</sup>	-	21±0,5 <sup>f</sup>
	Confiture de raisins rouges (CRR)	4,30±0,15 <sup>b</sup>	62,5±0,05 <sup>a</sup>	31±0,1 <sup>c</sup>
	Marc de confiture de raisins rouges (MCR)	-	-	26±2,7 <sup>e</sup>
<i>Sabel</i> (Variété blanche tardive)	Raisins blancs frais (RBF)	4,37±0,03 <sup>a</sup>	19±0,005 <sup>d</sup>	85±0,89 <sup>a</sup>
	Raisins blancs séchés (RBS)	4,31±0,01 <sup>b</sup>	-	21±0,01 <sup>f</sup>
	Confiture de raisins blancs (CRB)	4,28±0,07 <sup>b</sup>	60,5 ±0,20 <sup>b</sup>	28±0,24 <sup>d</sup>
	Marc de confiture de raisins blancs (MCB)	-	-	27±1,9 <sup>e</sup>

- : non déterminé

Les valeurs (pH, Brix et teneur en humidité) enregistrées pour les raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) sont indicatives de la maturité commerciale des raisins. La pulpe de raisin est constituée essentiellement d'eau, des sucres et d'acides. Ces derniers ont un rôle déterminant dans la qualité organoleptique indiquant le taux de maturation et la date de la récolte. Il est nettement observé que le séchage et le procédé confiture de raisins traditionnels conduisent à la diminution du pH et de la teneur en eau des raisins d'une part, et à l'augmentation des valeurs du degré Brix pour la confiture traditionnelle de raisins, d'autre part.

#### 2.1.1.1. Teneur en humidité

L'eau est le constituant principal de la pulpe de raisins. D'après le tableau 8, la teneur en eau est de 80%±0,1 et 85±0,89% pour les variétés *Cardinal* et *Sabel* respectivement. Les valeurs moyennes enregistrées restent dans les normes d'un raisin de table mûr.

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

Les résultats obtenus sont en accord avec les données publiées par Dhekney (2016), pour des raisins appartenant aux espèces *Vitis vinifera* (Européennes), *Vitis rotundifolia* (Muscadine) et des hybrides de *Vitis labrusca* (Nord d'Amérique) présentant des teneurs en eau de 80,5 ; 84,3 et 81,3, respectivement. Ces valeurs sont plus ou moins supérieures par rapport à celles données par l'Association Officielle des Chimistes Analytiques (AOAC, 1990) indiquant une humidité de 78,2% à 79,5% pour des raisins sans pépins. Ces différences peuvent être probablement expliquées par la différence de cépage et des conditions culturelles et climatiques.

Quant aux raisins séchés, les teneurs en eau égales à  $21\pm 0,5$  et  $21\pm 0,01\%$  pour les variétés *Cardinal* et *Sabel*, respectivement sont incluses dans l'intervalle des teneurs en eaux (18 à 31%) des raisins secs recommandées par les normes CEE-ONU (2015). De plus, des valeurs similaires à nos résultats ont été également rapportées par Ghrairi *et al.* (2013) qui ont souligné que l'humidité dans les raisins secs a varié entre 14,8% et 24,9% dans les variétés *Raseki* et *Chriha*, respectivement. Toutefois, ces valeurs sont supérieures à celle citée par Dhekney (2016) pour des raisins secs (14,5%). Ces différences peuvent être probablement liées à plusieurs paramètres dont la variété, l'origine, le taux de maturité, les modes et les conditions de séchage.

Les teneurs en eau enregistrées pour les confitures traditionnelles à base des raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) sont de  $31\pm 0,1$  et  $28\pm 0,24$ , respectivement. La diminution de la teneur en eau est expliquée par l'effet de la cuisson qui provoque l'évaporation de l'eau. Ces résultats sont proches de ceux de Monroe (2009) pour la confiture de chadèque (29%). Par contre, ils sont inférieurs aux données de Brat et Cuq (2007) ayant enregistré une humidité allant jusqu'à 40% pour les confitures. Ces variations peuvent être probablement expliquées par le type de fruit, les ingrédients et le mode de préparation.

Par ailleurs, le séchage et le procédé "confiture traditionnelle" ont entraîné une perte d'eau considérable pour les deux variétés. Les pertes ont atteint 59% et 64% pour les raisins secs rouges et blancs, respectivement. Pour le procédé "confiture traditionnelle", les pertes d'eau ont atteint respectivement 49% et 57% pour les variétés *Cardinal* et *Sabel*. Une différence significative ( $p < 0,05$ ) a été enregistrée entre l'humidité des deux variétés fraîches et leurs confitures traditionnelles. Cependant, aucune différence significative n'a été observée entre les deux variétés de raisins séchés.

### **2.1.1.2. pH**

Le pH, constitue à côté de la teneur en sucre et l'acidité, un paramètre important d'évaluation de la qualité organoleptique des raisins. Les acides organiques des raisins (acides : tartrique, malique et citrique) jouent un rôle important dans la perception de la saveur, et leur concentration peut déterminer les normes de maturité (Jayasena et Cameron, 2008).

Pour les raisins frais des variétés *Cardinal* et *Sabel*, les valeurs moyennes du pH enregistrées sont de l'ordre de  $4,63 \pm 0,03$  et  $4,37 \pm 0,03$ , respectivement. Ces résultats sont proches de ceux de Colombo *et al.* (2020), qui ont enregistré des intervalles du pH allant de 4,62 à 4,69 pour le raisin de table *Var. BRS Violeta*.

Cependant, les valeurs du pH des variétés étudiées demeurent supérieures à celles des variétés *Avana*, *Chatus* et *Nebbiolo*, cultivées dans le nord d'Italie (pH= 3,37; 3,13 et 3,29, respectivement (Torchio *et al.*, 2016). Ces différences peuvent être probablement expliquées par la différence des techniques culturales et des conditions climatiques.

Le pH de nos échantillons n'est pas trop acide. Ceci est expliqué par le fait que la maturité de raisins est accompagnée d'une baisse de l'acidité, qui a plusieurs causes notamment la diminution de la synthèse des acides, la combustion respiratoire, les phénomènes de dilution et également la saturation par les cations (Winkler *et al.*, 1974).

Les raisins séchés et les confitures traditionnelles issus des variétés *Cardinal* et *Sabel* ont aussi des valeurs moyennes du pH allant de 4,28-4,37. L'analyse statistique a révélé une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les raisins frais et leurs raisins séchés et confitures. Ceci peut être expliqué par l'effet des préparations traditionnelles sur les raisins frais (séchage au soleil et cuisson domestique) provoquant certaines modifications dans la composition chimique sous l'effet de concentration.

### **2.1.1.3. Degré Brix**

Nous rappelons que le degré Brix représente le pourcentage de matière solide dans un soluble. Pour le raisin, la teneur en sucre est exprimée en degrés Brix, cette dernière représente 99% des taux des sucres (glucose et fructose).

Nos résultats montrent que les deux variétés fraîches de raisins *Cardinal* et *Sabel* ont un Brix de  $21\% \pm 0,001$  et  $19\% \pm 0,005$ , respectivement. Ces valeurs sont incluses dans les normes de Codex Stan (2007) pour les raisins de table qui doivent présenter un Brix d'au moins 16%.

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

Par ailleurs, nos résultats sont en accord avec ceux de Samoticha *et al.* (2017) ayant enregistré des Brix de 18,8 ; 19,6 et 19,9% pour les variétés de raisins blancs *Jutrzenka*, *Serena* et *Cristaly*, respectivement. Burin *et al.* (2010) en étudiant des jus préparés à la maison avec la variété de raisins *Bôrdo* (*Vitis labrusca*) ont aussi trouvé des résultats de Brix similaires aux valeurs de la variété *Sabel*. Nos résultats sont aussi en accord avec ceux de Topalovi'c *et al.* (2020) ayant enregistré des valeurs du degré Brix de 22,07; 20,98 et 22,7% pour la variété *Vranac* (cépage noir) récoltée durant la dernière semaine du mois d'Août des années 2015, 2016 et 2017, respectivement.

Toutefois, nos résultats demeurent inférieurs à ceux cités par les mêmes auteurs, pour la variété *Vranac* récoltée en mois de septembre des années 2015, 2016 et 2017 où le Brix a varié de 26,25; 23,22 et 25,39, respectivement. Ces différences entre les saisons ont été liées aux fluctuations des paramètres climatiques et à certaines autres pratiques culturales (Topalovi'c *et al.*, 2020). Il est à signaler aussi que la valeur du °Brix varie également selon les variétés, où la composition des raisins dépend fortement du cépage, du terrain sur lequel se trouve la vigne ainsi que des conditions climatiques.

D'autre part, le niveau d'accumulation des sucres dépend en partie du nombre de grappes (si la vigne est trop chargée, la teneur en sucre serait diluée), mais aussi de la manipulation de la croissance à la maturité.

Les valeurs du Brix enregistrées pour les confitures traditionnelles des raisins *Cardinal* et *Sabel* sont de  $62,5 \pm 0,05$  et  $60,5 \pm 0,2$ , respectivement. Ces valeurs concordent avec les normes de Codex Stan 296 (2009) exigeant un degré Brix des confitures compris entre 63 et 60%.

L'analyse statistique a révélé une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les raisins frais et leurs confitures traditionnelles ainsi qu'entre les deux confitures. Ceci est lié au stade de maturité des raisins utilisés (degrés Brix élevés pour les deux variétés) ainsi qu'à la quantité de sucre ajouté lors de la préparation traditionnelle des confitures.

**Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins**

**2.1.2. Teneurs moyennes en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales**

Les teneurs moyennes en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales sont représentées dans le tableau 13.

**Tableau 13.** Teneurs moyennes en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales

Variétés de raisin	Echantillons	PT (mg Eq.AG/100g ps)	FT (mg Eq.CT/100g ps)	AMT (mg Eq.C3G/100g ps)
<i>Cardinal</i> (Variété rouge précoce)	RRF	1770 ± 61,3 <sup>a</sup>	508,3±29,4 <sup>a</sup>	142,6±10,5 <sup>a</sup>
	RRS	570,8±16,6 <sup>e</sup>	162,7±3,6 <sup>e</sup>	0,8±0,07 <sup>b</sup>
	CRR	516,1±32,8 <sup>e</sup>	193,7±10,5 <sup>de</sup>	1,8±0,4 <sup>b</sup>
	MCR	1074,3±27,1 <sup>c</sup>	296±32,6 <sup>c</sup>	4,5±1,0 <sup>b</sup>
<i>Sabel</i> (Variété blanche tardive)	RBF	1474,9± 106,8 <sup>b</sup>	454,5±45,6 <sup>b</sup>	Nd
	RBS	497,8± 44,1 <sup>ef</sup>	216,6±31,4 <sup>d</sup>	Nd
	CRB	429,7±23,7 <sup>f</sup>	229,7±26,5 <sup>d</sup>	Nd
	MCB	782,7±84,9 <sup>d</sup>	302,0±34,3 <sup>c</sup>	Nd

Les différentes lettres (a, b, c, d, e et f) dans les colonnes représentent des différences statistiquement significatives pour chaque test, **PT**: Polyphénols Totaux, **FT**: Flavonoïdes Totaux, **AMT**: Anthocyanes Monomères Totaux ; **nd**: Non Déterminé.

**2.1.2.1 Teneurs en polyphénols totaux**

**a. Raisins frais**

D'après le tableau 13, les raisins frais (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) présentent des teneurs moyennes en polyphénols totaux (PT) de 1770 ± 61,3 et 1474,9 ± 106,8mg Eq.AG /100g ps, respectivement. Ces résultats sont proches de ceux évoqués par Çapanoglu *et al.* (2013) pour la variété de raisins rouges (*Nevsehir Patlak*) (1619 ± 167mg Eq.AG/100g ps) et par Samoticha *et al.* (2017) pour la variété de raisins rouges (*Bolero*) (1702,1mg Eq.AG/100g ps).

Toutefois, nos valeurs sont inférieures à valeur moyenne (2662,6mg Eq.AG/100g ps) enregistrée par Samoticha *et al.* (2017) pour des raisins blancs. En effet, les PT ont été souvent enregistrés en quantités considérablement variables dans diverses variétés de raisins étudiées par différents auteurs dont Ivanova *et al.* (2011), Locatelli *et al.* (2015), Gomes *et al.* (2019). Ceci est probablement expliqué par le fait que la teneur en composés phénoliques est influencée par de nombreux facteurs, tels que le degré de maturité à la récolte et les

conditions environnementales pendant le développement du fruit. D'autre part, la zone et les conditions de croissance telle que la lumière du soleil, déterminent également la teneur en composés bioactifs. Song *et al.* (2015) ont rapporté que la variété *Pinot Noir* cultivée dans des conditions ensoleillées avait une teneur plus élevée en polyphénols totaux par rapport à celle poussant à l'ombre.

L'analyse de la variance (ANOVA) a révélé une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les teneurs moyennes en TP des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*), avec une teneur plus élevée chez la variété *Cardinal* ( $1770 \pm 61,3$  vs  $1474,9 \pm 106,8$  mg Eq.AG/100g ps). Ces résultats sont similaires à ceux de Samoticha *et al.* (2017) ayant signalé la même différence entre des cépages rouge et blanc. Cette différence variétale a été expliquée dans la littérature par les facteurs génétiques qui peuvent déterminer la concentration, la distribution et l'accumulation des polyphénols dans le raisin (Mazza *et al.*, 1999). Il est à signaler que la teneur élevée en polyphénols totaux pourrait être liée aux fluctuations de la teneur en anthocyanes et l'augmentation de la teneur en autres composés phénoliques au cours de maturation des baies de raisins. L'augmentation de la teneur en anthocyanes peut être due à l'effet du déficit hydrique (période estivale) sur l'augmentation de la teneur en sucre qui joue un rôle important dans la synthèse des métabolites secondaires et qui a une relation positive avec l'évolution de la concentration en anthocyanes particulièrement (He *et al.*, 2010; Davies *et al.*, 2012; Cheng *et al.*, 2014).

#### **b. Raisins séchés**

Les teneurs en polyphénols totaux des raisins séchés (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) sont de  $570,8 \pm 16,6$  et  $497,8 \pm 44,1$  mg Eq.AG/100g ps, respectivement.

Ces résultats sont proches de ceux rapportés par Carranza-Concha *et al.* (2012) pour des raisins séchés à l'air chaud (60°C) (251 à 602 mg Eq.AG/100g ps), et des raisins secs industriels (341,42 mg Eq.AG/100g ps).

Par ailleurs, nos résultats sont supérieurs à ceux de Fabani *et al.* (2017) qui ont rapporté une teneur variant de 136,7 à 201,13 mg (Eq.AG/100g ps) pour des variétés de raisins blancs (*Arizul* et *Sultanina*) et rouges (*Superior* et *Flame*) séchées au soleil.

A leur tour, El-kassas *et al.* (2014) ont trouvé des résultats inférieurs aux nôtres pour la variété *Early superior* (318,56 mg Eq.AG/100g ps); mais les mêmes auteurs ont indiqué une valeur de 557,88 mg Eq.AG/100g ps pour la variété *Flame seedless*.

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

De plus, nos résultats restent inférieurs à ceux de Williamson et Carughi (2010) ayant rapporté une teneur de 6687,5mg Eq.AG/g ps pour la variété *Thompson seedless* traitée avec le dioxyde de soufre. Les mêmes auteurs ont indiqué que ce produit chimique a été utilisé afin d'empêcher ou de réduire les réactions de brunissement enzymatique par inactivation de la polyphénol-oxydase. De leur côté, Guiné *et al.* (2015) ont trouvé des teneurs en PT égales à 22,7 et 34,8mg Eq.AG/g dans la variété *Crimson* séchée dans des serres solaires et des chambres de séchage par convection à 50°C, respectivement. Ces teneurs restent supérieures aux valeurs enregistrées dans la présente étude pour les raisins séchés (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*).

Sans tenir compte de la nature du standard utilisé pour la quantification, Chang *et al.* (2016) à leur tour, ont publié des valeurs supérieures à celles enregistrées dans la présente étude, en étudiant des raisins secs industriels d'origine Américaine (916-2414mg Eq.AA/100g ps). De même, Çoklar et Akbulut (2017), en étudiant la variété Turque (*Ekşikara: Vitis vinifera*) séchée au soleil et à l'étuve (60°C), ont trouvé des teneurs variant de 1076 et 1612mg Eq.AG/100g ps, respectivement. Ces variations des teneurs en PT peuvent être probablement liées à plusieurs paramètres relatifs au procédé du séchage, à la réponse des fruits au stress thermique et aux conditions expérimentales concernant l'extraction des composés phénoliques.

Quant à la différence entre les deux variétés de raisins séchés, il semble que l'effet variétal après séchage traditionnel est insignifiant, vu que l'analyse de la variance n'a révélé aucune différence significative entre les teneurs de PT des deux variétés de raisins à l'état sec.

#### **c. Confitures traditionnelles**

Les teneurs en polyphénols totaux obtenues sont de 516,1±32,8 et 429,7±23,7mg Eq.AG/100g ps, pour les confitures préparées à partir des variétés *Cardinal* et *Sabel*, respectivement (Tableau 13). Par comparaison à la littérature, nos résultats sont supérieurs à ceux rapportés par El-kassas *et al.* (2014), pour les confitures des variétés de raisins égyptiennes (*Flame* et *Superior*) contenant 172,77 et 118,9mg Eq.AG/100g ps, respectivement. Ces différences peuvent être probablement liées à plusieurs facteurs dont les facteurs variétaux, les modes de préparation, les ingrédients et les conditions de préparation de la confiture.

Toutefois, comparativement aux confitures à base d'autres fruits, nos résultats demeurent inférieurs à ceux d'Algarra *et al.* (2014) et Kamiloglu *et al.* (2015) ayant enregistré des

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

valeurs en PT égales à 767,14 et 702,85mg Eq.AG/100g ps dans les confitures des carottes noires *Var. Atrorubens Alef.* cultivée en Turquie et variété *Purple Haze* cultivée en Espagne, respectivement.

L'analyse de la variance a révélé une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les deux confitures en termes de teneurs en PT, avec une teneur plus élevée dans la confiture de la variété *Cardinal*. Cette différence peut être attribuée à la teneur initiale des PT des variétés fraîches, qui a été plus élevée chez la variété *Cardinal*, et ce qui a été précédemment expliqué par l'effet variétal d'une part, et les niveaux d'accumulation et de distribution des composés phénoliques dans les différentes parties de la baie de raisin (Mazza *et al.*, 1999).

Il est à signaler que des quantités considérables en polyphénols totaux ont été perdues dans les résidus (marcs) lors de la séparation de pépins et pellicule à la fin de cuisson. Ces teneurs perdues dans les résidus non comestibles ont été plus élevées par rapport à celles des confitures comestibles (1074,3±27,1 et 782,7±84,9mg Eq.AG /100g ps) pour les MCR et MCB, respectivement). Ceci est probablement expliqué par le fait que ces résidus sont constitués des pépins et pellicules connus par leur forte concentration en PT et FT par rapport à la pulpe (Santos *et al.*, 2011).

#### **2.1.2.2. Teneur en flavonoïdes totaux**

##### **a. Raisins frais**

Selon le tableau 13, les raisins des variétés *Cardinal* et *Sabel* ont présenté des teneurs variant de 508,3±29,4 et 454,5±45,6mg Eq.CT/100g ps, respectivement. Ces résultats sont supérieurs à celui de Constantin *et al.* (2015) ayant trouvé une teneur de 323 Eq.CT/100g ps pour la variété *Babeasca neagra* cultivée en Roumanie.

Cependant, ces résultats sont inférieurs à ceux d'Ivanova *et al.* (2011) ayant rapporté des valeurs allant de 85,2-90mg Eq.CT/g pf, pour les variétés rouges *Vranec* et *Merlot* et de 85,45-88,478mg Eq.CT/g pf, pour les variétés blanches *Smedervka* et *Chardonnay*, respectivement, ainsi qu'aux résultats donnés par Constantin *et al.* (2015), pour la variété *Feteasca neagra* (778mg Eq.CT/100g ps).

L'analyse de la variance a révélé une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les deux variétés de raisins avec une teneur en FT plus élevée dans la variété *Cardinal*. Cette différence peut être attribuée aux caractéristiques variétales relatives à la voie de la biosynthèse des polyphénols qui fonctionne et varie tout au long du développement des baies. Ceci a été

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

confirmé, pour les phénols totaux (Valero *et al.*, 1989) et les tanins (Conde *et al.*, 2007) dans la pellicule de différents cultivars de raisins, où ils changent très peu par baie de la véraison à la récolte, bien que leur concentration diminue avec leur développement. Des changements qualitatifs du profil phénolique, tels que l'augmentation du degré de polymérisation, peuvent également avoir lieu à partir de la véraison à la récolte (Kennedy *et al.*, 2001). En général, il y a une diminution des tanins de la baie de raisins accompagnée de son brunissement pendant la maturation, ce qui peut être dû à leur oxydation (Adams, 2006).

Cependant, cette différence ne peut être attribuée seulement aux caractéristiques variétales car certains flavonoïdes tels que les flavonols ne peuvent être considérés comme caractéristiques d'un cultivar de raisin, vu que leur concentration reste fortement affectée par le degré d'illumination des grappes de raisin (Downey *et al.*, 2004).

#### **b. Raisins séchés**

Les teneurs en FT dans les raisins séchés issus des variétés *Cardinal* et *Sabel* sont de l'ordre de  $162,7 \pm 3,6$  et  $216,6 \pm 31,4$  mg Eq.CT/100 ps, respectivement. Ces teneurs sont plus élevées dans la variété *Sabel* ( $p < 0,05$ ). Par comparaison à la bibliographie, elles sont proches de celles rapportées par El-kassas *et al.* (2014) (comprises entre 157,87-317,05 mg Eq.CT/100g ps) pour les variétés *Early Superior* et *Flame Seedless* cultivées et séchées en Egypte.

Par ailleurs, les résultats enregistrés demeurent supérieurs à ceux rapportés par Ouchemoukh *et al.* (2012), ayant étudié des raisins secs consommés en Algérie (28,2 à  $30,9 \pm 0,6$  mg Eq.CT/100g ps); ainsi qu'à ceux de Zemni *et al.* (2017) ayant trouvé une teneur en FT égale à  $115,86 \pm 2,00$  mg Eq.CT/100g ps pour la variété *Muscat d'Italie* séchée au soleil.

La différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les deux variétés de raisins séchés, en termes de teneur en FT, concorde avec les résultats de Fabani *et al.* (2017) qui ont suggéré que les changements de teneurs en composés phénoliques des raisins transformés en raisins séchés sont principalement dus au cultivar plutôt qu'au processus de déshydratation. Ce qui est conforme aux données rapportées par Iacopini *et al.* (2008) pour dix génotypes de *V. vinifera* d'origine Italienne.

Il est à signaler aussi que, selon le cultivar, les baies de raisins peuvent avoir un comportement différent vis-à-vis du séchage solaire. En effet, la déshydratation des baies affecte sélectivement les voies phénylpropanoïdes spécifiques, qui peuvent être associées à

l'adaptation au stress, induisant la synthèse de certains composés phénoliques lors du séchage (Bonghi *et al.*, 2012).

### **c. Confitures traditionnelles**

Les teneurs en FT des deux confitures traditionnelles préparées à base des variétés *Cardinal* et *Sabel* raisins ont été proches ( $193,7 \pm 10,5$  et  $229,7 \pm 26,5$  mg Eq.CT/100g ps, respectivement) avec des pertes dans les MCR et MCB de  $296 \pm 32,6$  et  $302,0 \pm 34,35$  mg Eq.CT/100g ps, respectivement.

Ces résultats sont supérieurs à ceux rapportés par El-kassas *et al.* (2014) ( $61,57$  et  $114,9$  mg Eq.CT/100g ps) pour les confitures à base des variétés *Early* et *Superior*, respectivement.

### **2.1.2.3. Teneur en anthocyanes monomères totales**

#### **a. Raisins rouges frais**

La variété *Cardinal* fraîche a révélé une teneur en AMT équivalente à  $142,6 \pm 10,5$  mg Eq.C3G/100g ps (tableau 13). Sans tenir compte de la nature du standard de quantification employé (Cyanidine-3-glucoside: C3G, ou Malvidin-3-glucoside: M3G), cette teneur est supérieure à celle de la variété *Crimson* ( $79$  mg Eq.M3G/100g ps) citée par Guiné *et al.* (2015). Selon Brar *et al.* (2008), cette même variété a présenté une teneur de  $290$  mg Eq.M3G/100g ps, valeur relativement supérieure à nos résultats et à ceux de Guiné *et al.* (2015).

Toutefois, d'autres variétés à pellicules rose et rouge-noirâtre telles que les variétés, *Koshu*, *Vranec* et *Merlot* ont révélé des teneurs plus élevées égales à  $78,61$  mg Eq.M3G/100g pf,  $728$  mg Eq.M3G/100g ps et  $859$  mg Eq.M3G/100g ps, respectivement. Les auteurs étudiant ces variétés (Kobayashi *et al.* 2011 et Ivanova *et al.* 2011) ont signalé qu'au stade de maturation, les anthocyanes de ces variétés sont fortement concentrées, non seulement dans la pellicule, mais également dans la pulpe. D'une part, ces variations de concentration en anthocyanes totales peuvent être probablement attribuées aux variables climatologiques, (dont la température, le déficit hydrique, etc.) qui influencent fortement la teneur en anthocyanes des cultivars de raisins (Cacho *et al.* 1992). D'autre part, les variations dans les valeurs d'une étude à l'autre peuvent être expliquées aussi par la variabilité de procédés d'extraction des composés phénoliques qui diffèrent d'un laboratoire à l'autre.

**b. Raisins rouges séchés**

A la lecture du tableau 13, la teneur en AMT des raisins séchés *Var. Cardinal* est de  $0,8 \pm 0,07$  mg Eq.C3G/100g ps. Cette faible teneur semble être proche de celles données par Guiné *et al.* (2015) ( $0,84$ mg Eq.M3G/100g ps et  $0,9$ mg Eq.M3G/100g ps) pour la variété *Crimson* séchée dans la serre solaire et dans la chambre à convection ( $60C^{\circ}$ ) respectivement.

Fabani *et al.* (2017) ont également trouvé des teneurs relativement faibles dans les raisins cultivés en Argentine après avoir subi un séchage solaire. Ces changements dans les teneurs en anthocyanes totales des raisins séchés peuvent être probablement dus à plusieurs facteurs influençant leurs concentrations dont le cépage, les conditions climatiques régissant le phénomène de maturation phénolique et l'opération du séchage (Rein, 2005) d'une part, et aux facteurs expérimentaux dont l'efficacité de l'extraction phénolique qui est à son tour affectée par divers facteurs, tels que la structure du produit, la taille des particules, le solvant, le rapport solvant-échantillon et la température d'extraction d'autre part (Haminiuk *et al.* 2012; Coklar et Akbulut, 2017).

**c. Confiture traditionnelle de raisins rouges**

La teneur en AMT de la confiture de raisins *Var. Cardinal* est de  $1,8 \pm 0,4$ mg Eq C3G/100g ps, tandis que celle de son marc (MCR) est de  $4,5 \pm 1,04$ mg Eq.C3G/100g ps. Ces valeurs restent faibles comparativement à celles rapportées par Suzme *et al.* (2014) et Kamiloglu *et al.* (2015) ( $486 \pm 43$ mg Eq.C3G/100g ps et  $536 \pm 25$ mg Eq.C3G/100g ps, respectivement), teneurs enregistrées sur les confitures de la carotte noire. La teneur faible de nos échantillons peut être due au procédé traditionnel de la préparation de confiture (cuisson à feu doux) d'une part, et à la séparation de pellicule et pépins à la fin de la cuisson; ce qui laisse la confiture constituée uniquement de la pulpe, qui est moins riche en anthocyanes comparativement à la pellicule et aux pépins d'autre part.

Les différences significatives ( $p < 0,05$ ) intra-variétales enregistrées entre les variétés de raisins rouges frais et leurs dérivés sont liées à l'effet des transformations traditionnelles (séchage traditionnel et procédé "confiture traditionnelle") qui sera détaillé dans la section concernant l'étude de l'effet des procédés traditionnels sur la teneur et le profil en composés phénoliques de raisins.

## **2.2. Profil phénolique évalué par analyses chromatographiques**

Les résultats de l'analyse HPLC-DAD-MS-QTOF des composés phénoliques dans les échantillons de raisins *Var. Cardinal* et *Var. Sabel* et leurs produits dérivés (raisins séchés et confitures traditionnelles) sont mentionnés dans le tableau 14 et les figures 29 et 30.

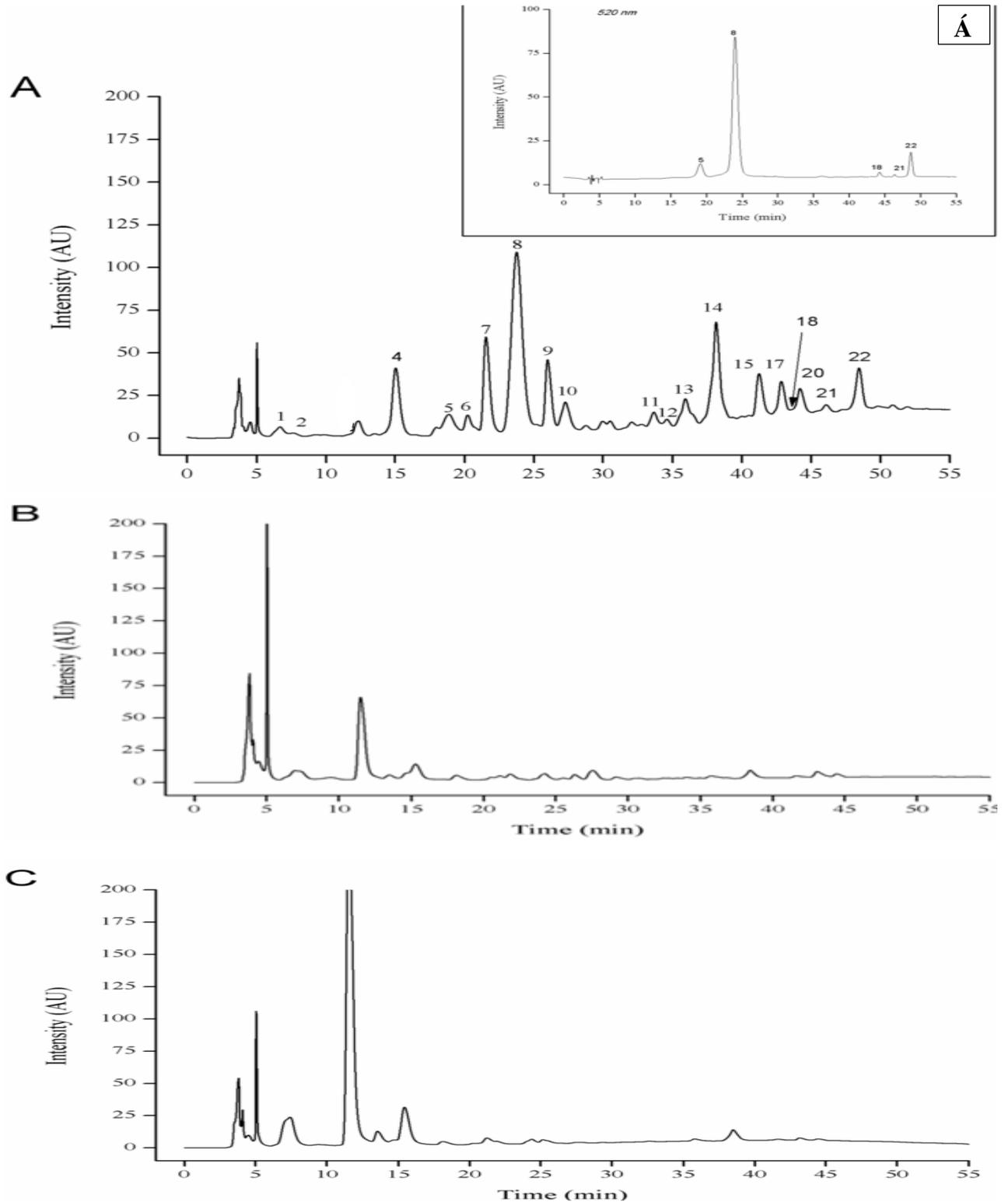
**Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins**

**Tableau 14.** Liste des composés phénoliques identifiés et quantifiés dans différents échantillons des variétés *Cardinal* et *Sabel*

Peak N°	Composés phénoliques individuels	TR (min)	λ Max	[MS-H] <sup>-</sup> / [MS-H] <sup>+</sup>	Raisins et produits dérivés					
					RRF	RRS	CRR	RBF	RBS	CRB
1	Acide gallique	6,66	271	169,014	1,68±0,1 <sup>a</sup>	nd	nd	0,84±0,15 <sup>b</sup>	nd	nd
2	Acide gallique hexose	7,65	300	331,07	0,15±0,01 <sup>c</sup>	9,84±0,36 <sup>b</sup>	38,75±2,82 <sup>a</sup>	0,08±0,01 <sup>c</sup>	0,74±0,12 <sup>c</sup>	10,02±1,58 <sup>b</sup>
3	Acide protocatéchique- <i>O</i> -hexoside	11,50	261	315,072	nd	18,9±0,49 <sup>c</sup>	80,59±7,62 <sup>a</sup>	0,66±0,14 <sup>d</sup>	6,63±1,50 <sup>d</sup>	31,75±4,3 <sup>b</sup>
4	Acide caftarique	15,08	329	311,041	10,62±0,67 <sup>a</sup>	3,8±0,24 <sup>b</sup>	11,82±1,02 <sup>a</sup>	4,53±0,36 <sup>b</sup>	1,5±0,33 <sup>c</sup>	4,51±0,73 <sup>b</sup>
5	Cyanidine-3- <i>O</i> -glucoside	18,85	509	449,109	7,27±0,92 <sup>a</sup>	nd	nd	-	-	-
6	Procyanidine dimère	20,40	277	577,135	9,13±0,83 <sup>a</sup>	1,48±0,27 <sup>bc</sup>	nd	10,65±1,34 <sup>a</sup>	4,1±0,91 <sup>b</sup>	tr (c)
7	(+)-Catéchine	21,57	278	289,072	54,82 ±5,64 <sup>a</sup>	2,9±0,21 <sup>b</sup>	nd	62,20±12,23 <sup>a</sup>	14,48±2,67 <sup>b</sup>	tr (b)
8	Péonidine-3- <i>O</i> -glucoside	23,84	525	463,12	54,25±4,51 <sup>a</sup>	nd	nd	-	-	-
9	(-)-Epicatechine	25,99	278	289,072	34,78±3,73 <sup>a</sup>	4,43±0,51 <sup>bc</sup>	nd	30,95±3,13 <sup>a</sup>	6,63±1,32 <sup>b</sup>	nd
10	Procyanidine dimère	27,25	277	577,136	18,15±2,05 <sup>a</sup>	9,78±0,41 <sup>b</sup>	nd	16,99±2,27 <sup>a</sup>	5,15±1,06 <sup>c</sup>	nd
11	(Epi)catéchine-(épi)catéchine gallate I	33,66	279	729,145	7,55±0,52 <sup>a</sup>	1,7±0,15 <sup>c</sup>	nd	4,50±0,43 <sup>b</sup>	1,68±0,54 <sup>c</sup>	nd
12	Quercétine-3- <i>O</i> -rutinoside	35,57	354	609,145	0,99±0,13 <sup>a</sup>	0,48±0,04 <sup>cd</sup>	0,59±0,06 <sup>cd</sup>	0,91±0,11 <sup>ab</sup>	0,36±0,07 <sup>d</sup>	0,7±0,06 <sup>bc</sup>
13	(Epi)-catéchine-(épi)catéchine gallate II	35,76	279	729,146	22,61±2,15 <sup>a</sup>	4,34±0,19 <sup>c</sup>	4,22±1,06 <sup>c</sup>	25±3,55 <sup>a</sup>	14,41±3,09 <sup>b</sup>	3,4±0,05 <sup>c</sup>
14	Quercétine-3- <i>O</i> -glucuronide	38,24	358	477,064	28,59±2,72 <sup>a</sup>	3,35±0,18 <sup>bc</sup>	6,02±0,49 <sup>b</sup>	4,09±0,57 <sup>bc</sup>	2,25±0,51 <sup>c</sup>	5,48±0,93 <sup>bc</sup>
15	(-)-Epicatechine-3- <i>O</i> -gallate I	41,34	278	441,083	27,42±2,97 <sup>a</sup>	2,25±0,23 <sup>c</sup>	2,14±0,46 <sup>c</sup>	12,44±1,39 <sup>b</sup>	12,26±2,98 <sup>b</sup>	2,92±0,70 <sup>c</sup>
16	(-)-Epicatechine-3- <i>O</i> -gallate II	42,77	278	441,083	nd	nd	nd	5,56±1,20 <sup>a</sup>	4,72±1,19 <sup>a</sup>	2,84±0,2 <sup>ba</sup>
17	Kaempférol-3- <i>O</i> -glucoside	42,94	364	447,097	5,69±0,57 <sup>a</sup>	1,22±0,05 <sup>b</sup>	0,87±0,08 <sup>b</sup>	nd	nd	nd
18	Delphinidine-3- <i>O</i> -glucoside	44,10	524	465,103	1,20±0,12 <sup>a</sup>	nd	nd	-	-	-
19	Quercétine-3- <i>O</i> -rhamnoside	44,14	342	447,091	nd	nd	nd	1,23±0,13 <sup>a</sup>	0,73±0,14 <sup>b</sup>	1,01±0,12 <sup>a</sup>
20	Isorhamnétine-3- <i>O</i> -glucoside	44,29	353	477,103	3,51±0,45 <sup>a</sup>	1,14±0,05 <sup>b</sup>	0,79±0,04 <sup>b</sup>	nd	nd	nd
21	Pétunidine-3- <i>O</i> -glucoside	46,20	525	479,119	0,55±0,03 <sup>a</sup>	nd	nd	-	-	-
22	Péonidine-3- <i>O</i> -(6''- <i>p</i> -coumaroyl)-glucoside	48,50	535	609,12	5,27±0,44 <sup>a</sup>	nd	nd	-	-	-

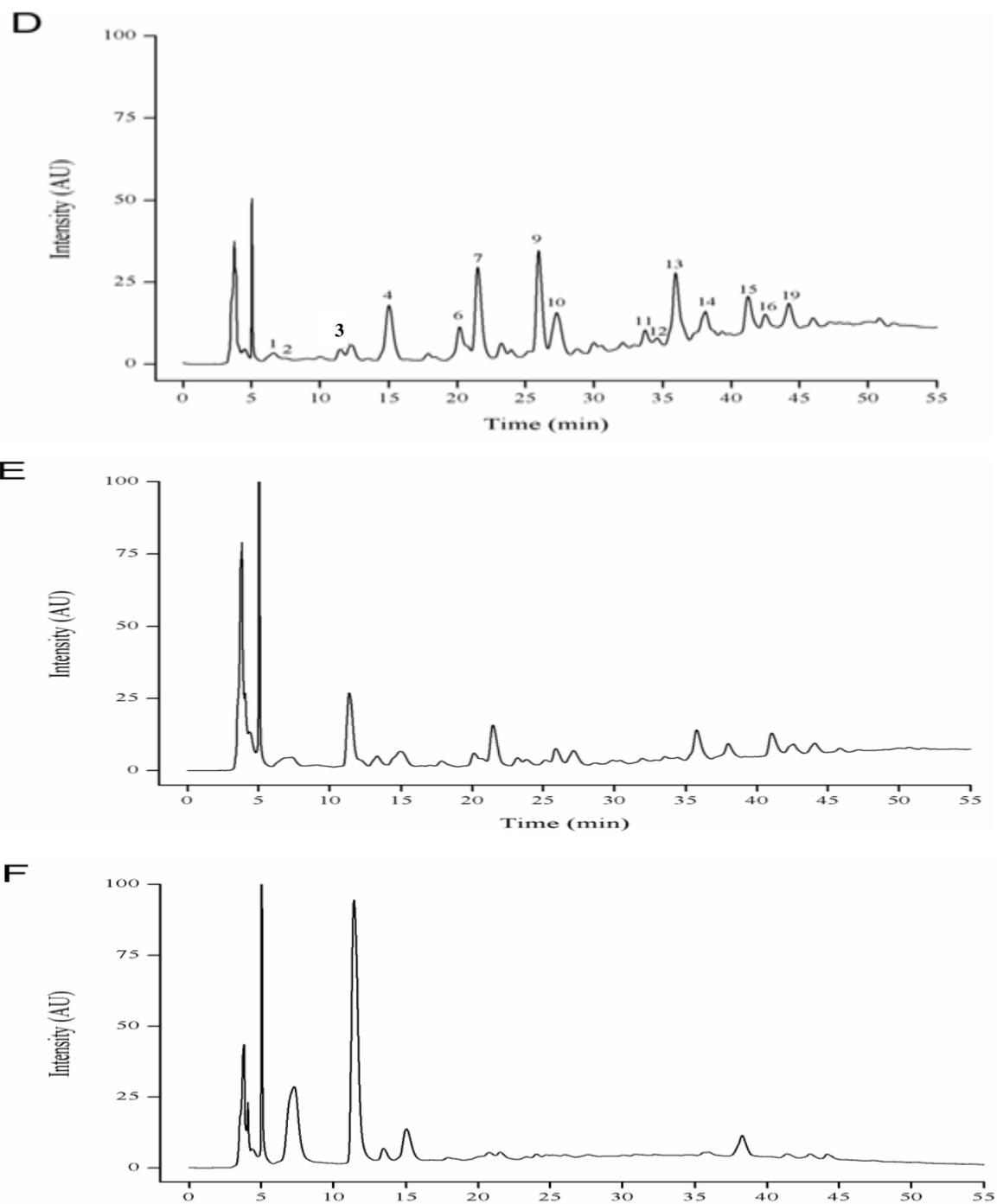
**nd:** non détecté, **RT:** TR: Temps de Rétention, **tr:** traces

**Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins**



**Figure 29.** Chromatogrammes HPLC-DAD de raisins rouges (*Var. Cardinal*) et ses produits dérivés

(A): Raisins rouges frais à 280nm (B): Raisins rouges séchés à 280 nm, (C): .Confiture de raisins rouges à 280 nm, (Á): Raisins rouge frais à 520nm (L'absence des chromatogrammes à 520nm pour les RS et CR signifie qu'aucun pic n'a été révélé).



**Figure 30.** Chromatogrammes HPLC-DAD de raisins blancs (*Var. Sabel*) et ses produits dérivés

(D): Raisins blancs frais à 280nm (E): Raisins blancs séchés à 280 nm, (F): Confiture de raisins blancs à 280 nm. Les pics numérotés sont répertoriés dans le tableau 14 dans le même ordre RT

### **2.2.1. Profil phénolique des raisins frais**

A la lecture des résultats du tableau 14, une composition plus ou moins distincte en termes de constituants phénoliques détectés a été enregistrée pour les deux variétés de raisins frais. 22 composés ont été identifiés et quantifiés à savoir: 8 flavan-3-ols, 3 flavonols et 4 acides phénoliques pour la variété *Sabel*, tandis que les composés pour la variété *Cardinal* ont été 7 flavan-3-ols, 4 flavonols, 4 acides phénoliques et 5 anthocyanes dont la péonidine-3-*O*-glucoside est la plus abondante suivie par la cyanidine-3-*O*-glucoside, la péonidine-3-*O*- (6''-*p*-coumaroyl)-glucoside, la delphinidine-3-*O*-glucoside et la pétunidine-3-*O*-glucoside, respectivement.

#### **2.2.1.1. Acides phénoliques**

Le profil qualitatif en acides phénoliques détectés pour les deux variétés *Cardinal* et *Sabel* a été dominé par l'acide caftarique, suivi de l'acide gallique, l'acide protocatéchique (détecté uniquement dans la variété *Sabel*) et de l'acide gallique hexose. Ceci peut être expliqué par le fait que les pellicules et les pépins des cépages blancs et rouges peuvent présenter une composition qualitative similaire en termes de certains acides phénoliques. Ce qui est conforme aux résultats rapportés par De Villiers *et al.* (2005) ayant étudié la classification des vins blancs et rouges selon la composition phénolique de leurs raisins; et avec ceux de Perestrelo *et al.* (2012) ayant investigué le profil phénolique des variétés de raisins portugaises *Sercial* et *Tinta Negra* (*Vitis vinifera*).

Quant aux acides hydroxybenzoïques détectés pour les deux variétés de raisins (*Cardinal* et *Sabel*), il s'agit de l'acide gallique et son dérivé glycone, en plus de l'acide protocatéchique pour la variété *Sabel*. Ces résultats sont en accord avec ceux de Monagas *et al.* (2005) et Ivanova *et al.* (2011).

Pour les acides hydroxycinnamiques, l'acide caftarique, un acide phénolique estérifié, composé de l'acide caféique et de l'acide tartrique a été détecté avec des teneurs équivalentes à  $4.53 \pm 0.36$  mg Eq.AC/100g ps et  $10,62 \pm 0.67$  mg Eq.AC/100g ps, pour les variétés *Sabel* et *Cardinal*, respectivement. Ceci est en accord avec les résultats de Samoticha *et al.* (2017) ayant trouvé des teneurs variant de 10,1 à 12,4 mg Eq.AC/100g ps pour les variétés blanches : *Hibernal* et *Kristaly* et de 12.4 mg AC/100g ps, pour la variété rouge *Rotay*.

De plus, Lingua *et al.* (2016) ont indiqué que l'acide caftarique se trouve dans tous les raisins et leurs vins, ce qui a été expliqué par Burns *et al.* (2001) par le fait que les raisins ne contiennent que des formes estérifiées d'acide caféique.

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

Dans notre étude, une différence significative ( $p < 0.05$ ) a été révélée dans les quantités de certains acides phénoliques dont l'acide caftarique et l'acide gallique présents en quantités élevées (10,62 et 1,68mg Eq.AG/100g ps vs 4,53 et 0,48mg Eq.AG/100g ps) dans la variété *Cardinal* par rapport à la variété *Sabel*, qui a été à son tour distinguée par la présence de l'acide protocatéchique (0,66mg Eq.AG/100g ps) qui n'a pas été détecté dans la variété *Cardinal*.

Cette divergence de teneurs en acides hydroxybenzoïques pour les deux cépages a déjà été observée dans d'autres études sur les raisins (Bonghi *et al.*, 2012; Marquez *et al.*, 2012). Ces résultats suggèrent qu'il existe un effet de génotype plutôt qu'un changement dans les voies métaboliques des acides hydroxybenzoïques.

Quant aux acides hydroxycinnamiques, les résultats de Çetin *et al.* (2011) sur les raisins Turques, ont montré que l'acide caftarique a montré des différences significatives entre les différents cultivars. Ces différences ont été attribuées par plusieurs auteurs à l'effet variétal et/ou au profil de transcription qui influence la répartition de certaines acides phénoliques dans les différentes parties de la baie de raisins. En effet l'accumulation de certains acides phénoliques par rapport à d'autres, est variable dans les différentes parties de la baie des raisins, tel était rapporté par Kobayashi *et al.* (2011) pour le raisin *Koshu* accumulant l'acide caftarique dans la pellicule.

#### **2.2.1.2. Flavan-3-ols et dérivés**

A l'issue du tableau 14, les huit composés appartenant aux flavan-3-ols et dérivés, qui ont été détectés dans les deux variétés de raisins *Cardinal* et *Sabel*, comprenaient trois principaux monomères, dont l'ordre de dominance étaient: (+)-catéchine, (-)-épicatéchine et épicatéchine mono-gallate (I) et (II), deux dimères de procyanidines ( $m/z=577$ ) et deux isomères de (épi)catéchine-(épi)catéchine gallate, communément appelés dimères gallates ( $m/z=729$ ).

Qualitativement, le profil des flavan-3-ols de nos variétés a été similaire aux divers cultivars de raisins (rouges et blancs) étudiés par plusieurs auteurs dont Munoz, *et al.* (2008); Rebello *et al.* (2013); Di Lecce *et al.* (2014); Samoticha *et al.* (2017); Perez-Navarro *et al.* (2019); Colombo *et al.* (2020).

Les quantités des composés (+)-catéchine et (-)-épicatéchine dans les variétés *Cardinal* et *Sabel* ont été les plus élevées et varient de  $54,82 \pm 5,64$  à  $62,20 \pm 12,23$ mg Eq.CT/100g ps, respectivement. Celles d'épicatéchine ont été estimées à  $34,78 \pm 3,73$  et  $30,95 \pm 3,13$ mg

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

Eq.CT/100g ps, pour les mêmes variétés, respectivement. Nos résultats sont proches de ceux rapportés par Perez-Navarro *et al.* (2019), pour les variétés *Tinto Fragoso*, *Moribel* et *Tempranillo* contenant des teneurs en catéchine égales à 29,91; 34,76 et 35,7913mg Eq.CT/100g ps, respectivement. Cependant, elles restent inférieures à celles trouvées dans les variétés *Tempranillo*, *Moribel* et *Tinto Fragoso* (4,65; 7,26 et 8,42mg Eq.CT/100g ps), étudiées par les mêmes auteurs.

Quant aux procyanidines dimères, des teneurs totales de 27,28 et 27,64mg Eq.CT/100g ps ont été quantifiées pour les variétés *Cardinal* et *Sabel*, respectivement. Ces valeurs sont proches de celles évoquées par Rebello *et al.* (2013) pour le cultivar hybride *BRS Violeta*. Toutefois, elles restent supérieures à celles enregistrées par Perez-Navarro *et al.* (2019) pour les variétés *Tempranillo*, *Moribel* et *Tinto Fragoso* (44,18; 44,3 et 45,18mg Eq.CE/100g ps, respectivement.

Pour les isomères de dimères gallates (épi)catéchine-(épi)catéchine gallate (I) et (II), les teneurs totales quantifiées pour les variétés *Cardinal* et *Sabel* sont de 30,16 et 29,5mg Eq.CT/100g ps, respectivement. Ces teneurs sont inférieures à celles rapportées par Di Lecce *et al.* (2014), pour le cultivar Espagnole *Albariño*. Ces différences peuvent être attribuées à plusieurs facteurs dont les facteurs variétal, génétique et géographique ainsi qu'aux paramètres expérimentaux.

L'analyse de la variance n'a révélé aucune différence significative entre les variétés *Cardinal* et *Sabel*, par rapport aux teneurs en flavan-3-ols monomères et dimères, à l'exception de dérivés galloylés de (-)-épicatéchine-3-O-gallate (II), détectés uniquement dans la variété *Sabel* avec une teneur de  $5,56 \pm 1,2$ mg Eq.CT/100g ps et (-)-epicatechine-3-O-gallate (I), avec une teneur supérieure dans la variété *Cardinal* par rapport à la variété *Sabel* ( $27,42 \pm 2,97$  vs  $12,44 \pm 1,39$ mg Eq.CE/100g ps). A son tour, le dimère gallate (épi)catéchine-(épi)catéchine gallate (I) présent à une teneur supérieure ( $p < 0.05$ ) dans la variété *Cardinal* par rapport à la variété *Sabel* ( $7,55 \pm 0,52$  vs  $4,50 \pm 0,43$ mg Eq.CT/100g ps). Ceci est probablement lié à la différence variétale.

Il est à signaler que, relativement à la variabilité de la composition (qualitative et quantitative) en flavan-3-ols et dérivés des différentes fractions de la baie de raisin (pellicule, pulpe et pépins), la teneur en ces derniers dans les extraits issus de la baie entière reste étroitement liée aux proportions de chaque fraction lors du procédé d'extraction.

En revanche, Santos *et al.* (2011) ont signalé que les différentes parties de raisin (pellicule, pulpe et pépins) des variétés *Brasil* et *Benitaka* (*Vitis vinifera*), *Niagara* et *Isabel* (*Vitis labrusca*) ont montré une composition proche mais différente par rapport aux parties, où les pépins ont présenté des niveaux élevés de composés phénoliques, la peau a présenté une composition intermédiaire entre les pépins et la pulpe, et la composition de la pulpe a été inférieure à celle de la pellicule dont certains composés ont été totalement absents.

### **2.2.1.3. Flavonols**

Bien que, le profil qualitatif des flavonols détectés dans les deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*) a été différent en terme de présence commune, les cinq flavonols détectés ont été hétérosides dont seuls les quercétine-3-*O*-rutinoside (rutine) et quercétine-3-*O*-glucuronide ont été communes, avec une dominance de cette dernière dans les deux variétés.

En effet, plusieurs auteurs (Castillo-Muñoz *et al.*, 2007; Liang *et al.*, 2012; Serratos *et al.*, 2014) ont à leur tour signalé que les flavonols de type quercétine ont été dominants dans le profil des flavonols des raisins.

Les flavonols (quercétine-3-*O*-glucuronide, kaempférol-3-*O*-glucoside, isorhamnétine-3-glucoside, quercétine-3-rhamnoside et rutine) des variétés étudiées ont été plus ou moins similaires à ceux rapportés dans la littérature pour d'autres variétés de raisins (*Vitis vinifera*) étudiées par d'autres auteurs dont Rebello *et al.* (2013); Silva et Queiroz (2016) et Perez-Navarro *et al.* (2019).

De plus, les trois formes glycones (-3-*O*-glucoside, -3-*O*-rhamnoside et -3-*O*-glucuronide) des flavonols des raisins ont été utilisées comme marqueurs phénoliques de raisins par plusieurs auteurs (Serratos *et al.*, 2014; Castillo-Muñoz *et al.*, 2007).

L'analyse de la variance a révélé une différence significative ( $p < 0,05$ ) dans le profil qualitatif et quantitatif de la majorité des flavonols des variétés *Cardinal* et *Sabel* à l'exception de la rutine dont les teneurs ont été de  $0,99 \pm 0,13$  vs  $0,9199 \pm 0,11$  mg Eq.QE/100g ps, respectivement.

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

Comparativement aux résultats rapportés par Silva et Queiroz (2016) pour des variétés de raisins rouges d'origine Portugaise, les résultats relatifs aux flavonols ont été similaires à la teneur de la variété *Alfrocheiro* ( $0,99 \pm 0,6$  mg Eq.QE/100g ps); supérieures à celle de la variété *Jaen* ( $0,73 \pm 0,6$  mg Eq.QE/100g ps) et inférieures à celles des variétés *Tinta Roriz*, *Syrah* et *Touriga Nacional* ( $2,1 \pm 1,0$ ;  $71,2 \pm 0,4$ ;  $7,12 \pm 0,4$  et  $100,5 \pm 4,2$  et  $10,05 \pm 4,2$  mg Eq.QE/100g ps, respectivement).

La teneur en quercétine-3-O-glucuronide dans la variété *Cardinal* a été supérieure ( $p < 0,05$ ) à celle de la variété *Sabel* ( $28,59 \pm 2,72$  vs  $4,09 \pm 0,59$  mg Eq.QE/100g ps). Ces résultats concordent avec ceux de Samoticha *et al.* (2017) ayant trouvé des teneurs élevées dans certaines variétés de raisins rouges par rapport aux variétés blanches. C'est le cas des variétés rouges (*Swenson Red* et *Freiminer*) qui ont donné des teneurs équivalentes à 19,5 et 29,7 mg Eq.QE/100g ps, respectivement, et la variété blanche *Sibera* qui a révélé une teneur équivalente à 0,7 mg Eq.QE/100g ps. Ces variations de teneur en flavonol d'une variété à l'autre peuvent être probablement attribuées au génotype du cultivar et au degré d'illumination des grappes de raisins.

En effet, Falginella *et al.* (2010) ont signalé que l'analyse transcriptomique a révélé des niveaux beaucoup plus élevés d'expression du gène flavonoïde 3'-5'-hydroxylase (F3'5'H) dans la pellicule de raisins comparativement à la pulpe; ce gène peut être inductible par une exposition à la lumière (UV) et vu qu'il n'y a pas (ou peu) de lumière pénétrant en profondeur dans la pulpe, ce résultat reste probable.

Quant aux dérivés glycones de kaempférol et isorhamnétine, ils n'ont été détectés que dans la variété *Cardinal* avec des teneurs de  $5,69 \pm 0,57$  et  $3,51 \pm 0,45$  mg Eq.QE/100g ps. La quercétine-3-rhamnoside, à son tour, a été détectée uniquement dans la variété *Sabel* à une teneur de  $1,23 \pm 0,13$  mg Eq.QE/100g ps. Le même résultat a été enregistré par Liang *et al.* (2012) ayant signalé que le type et la teneur en dérivés de quercétine et de kaempférol peuvent être plus variables chez les raisins à pellicule rouge que chez les raisins blancs ou roses, car la biosynthèse des composés phénoliques dans le raisin est sous contrôle génétique.

Dans la même optique, Ledda *et al.* (2010) ont montré que les différences dans le profil des flavonols pourraient être à l'origine de distinction entre les variétés de raisins.

#### **2.2.1.4. Anthocyanes**

Cinq anthocyanes, dont quatre formées à partir de quatre anthocyanidines (péonidine, cyanidine, delphinidine et pétunidine) et un dérivé du *-p*-coumaroylglucoside ont été détectées et quantifiées dans la variété rouge *Cardinal* (Tableau 14). La plus abondante est la péonidine-3-*O*-glucoside suivie respectivement par la cyanidine-3-*O*-glucoside, la péonidine-3-*O*-(6''-*p*-coumaroyl)-glucoside, la delphinidine-3-*O*-glucoside et la pétunidine-3-*O*-glucoside. A l'exception de malvidine-3-*O*-glucoside, les anthocyanes détectées dans la variété *Cardinal* sont comparables à la littérature relative aux anthocyanes des cultivars noirs, rouges et roses (Ivanova *et al.*, 2011; Jordão et Correia, 2012; Silva et Queiroz, 2016; Samoticha *et al.*, 2017; Colombo *et al.*, 2019), sauf que ces auteurs ont pu détecter et quantifier un nombre plus importants de dérivés monoglucosides, acétylglucosides et *p* coumaroylglucosides de cinq anthocyanidines. Ceci peut être probablement dû au cultivar (intensité de la couleur du cultivar, cultivar teinturier ou non, gynotype), conditions climatiques d'une part, et aux conditions expérimentales (extraction des anthocyanes à partir de la baie entière ou à partir de ses fractions, pellicule, pulpe et pépins) d'autre part.

De plus, les dérivés-3-*O*-glucosides d'anthocyanidine détectés dans la variété *Cardinal*, sont un type caractéristique d'anthocyanes présentes dans les cultivars de raisins (*V. vinifera*) et leurs hybrides intraspécifiques (Lago-Vanzela *et al.*, 2011a). Ils se retrouvent également chez les raisins non-vinifera et leurs hybrides (Lago-Vanzela *et al.*, 2011b et Zhu *et al.*, 2012).

Concernant la dominance de la péonidine-3-*O*-glucoside, Benmeziane *et al.* (2016) ont rapporté qu'elle a été l'anthocyane majeure du cépage *Cardinal* de la région d'El Tarf (nord-est Algérien). Brar *et al.* (2008); Castillo-Muñoz *et al.* (2010) ont enregistré le même résultat pour les cépages *Cremson* et *Granache* teinturier, respectivement.

Toutefois, d'autres auteurs ont signalé que la malvidine-3-*O*-glucoside a représenté plus de 90% de la teneur en anthocyanes des raisins de certaines variétés noires telles que le *Pinot noir* cultivé en Nouvelle-Zélande (Leong *et al.*, 2016).

En outre, Torchio *et al.* (2016) ont remarqué que la malvidine-3-*O*-glucoside a été prédominante dans la variété de raisins *Chatus*, tandis que la péonidine-3-*O*-glucoside a été significativement plus abondante dans les variétés *Avana*, *Nebbiolo*, *Bimpilas*, *Panagopoulou*, *Tsimogiannis* et *Oreopoulou*.

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

En terme de quantité, la teneur totale de l'ensemble des anthocyanes quantifiées a été estimée à  $66,11 \pm 5,0145$  mg Eq.C3G/100g ps. Cette teneur est inférieure à celles enregistrées par Samoticha *et al.* (2017) pour les cépages *Cabernet Sauvignon* et *Monarque* (3457,5; 2376,9 et 1460,2 mg Eq.C3G/100g ps, respectivement), Leon Millot, Wiszniewyj et Cascade (424,3, 365,1 et 164,1 mg Eq.C3G/100g ps, respectivement), mais supérieure à la teneur 49,2 mg Eq.C3G/100 g ps pour le cultivar rose *Freiminer* étudié par les mêmes auteurs.

Bien que ces variations sont en premier lieu attribuées à la génétique du cultivar, Castellarin *et al.* (2011) et Leong *et al.* (2016) ont suggéré que le lieu de synthèse et d'accumulation des anthocyanes pourrait être à l'origine de ces différences. Vu que certaines variétés les synthétisent uniquement dans la pellicule; d'autres les accumulent également dans la pulpe, cas du cultivar *Alicante Bouschet*, dont les anthocyanes s'accumulent dans la pulpe avant d'être trouvées dans la pellicule. Selon Adams (2006); Mattivi *et al.* (2006), les teneurs en anthocyanes sont aussi dépendantes des pratiques culturales, des conditions agronomiques, climatiques et expérimentales.

#### **2.2.2. Profil phénolique des raisins séchés**

Pour les raisins séchés des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*), 14 composés phénoliques individuels ont été détectés et quantifiés (Tableau 14).

##### **2.2.2.1. Acides phénoliques**

La composition des raisins séchés issus des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*) a été identique en termes de profil d'acides phénoliques. Parmi les acides phénoliques détectés, l'acide protocatéchique-*O*-hexoside est le plus abondant pour les deux variétés, suivi de l'acide gallique-hexose et l'acide caftarique pour le raisin séché *Var. Cardinal*, et l'acide caftrique et l'acide gallique hexose pour le raisin séché *Var. Sabel*. Mise à part la forme glycone de certains acides phénoliques, la composition des raisins séchés étudiés a été plus ou moins identique par rapport à celle rapportée par plusieurs auteurs ayant étudié les raisins secs de différentes origines (Karadeniz *et al.*, 2000; Williamson et Carughi, 2010; Kelebek *et al.*, 2013; Panceri *et al.*, 2013; Fabani *et al.*, 2017).

Bien que l'acide protocatéchique-*O*-hexoside n'ait pas été détecté dans les raisins frais *Var. Cardinal*, il a été révélé dans les raisins séchés de la même variété; il s'agit probablement d'un composé néoformé. En effet, Karadeniz *et al.* (2000) et Parker *et al.* (2007) ont

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

antérieurement rapporté qu'après séchage, l'acide protocatéchique a été retrouvé dans les raisins secs séchés au soleil.

Quant à sa prédominance, Meng *et al.* (2011) ont rapporté que parmi 11 types de raisins secs provenance des régions Chinoises, l'acide protocatéchique a été le composé phénolique dominant.

Toutefois, Panceri *et al.* (2013), ayant étudié l'effet de déshydratation sur les variétés de raisins (*Cabernet Sauvignon* et *Merlot*) ont trouvé des teneurs en acide protocatéchique largement inférieures à celles des raisins séchés de la présente étude (0,019-0,033 vs 6,63-80,59mg Eq.AG/100g ps). Ces différences peuvent être probablement dues à plusieurs facteurs dont le cultivar et les paramètres du séchage.

Les teneurs totales en acides phénoliques (y compris leurs hétérosides) ont été de 32,54 et 8,87mg Eq.AG/100g ps, pour les raisins séchés *Var. Cardinal* et *Var. Sabel*, respectivement.

La comparaison avec d'autres fruits secs tels que les abricots, les figues, les pruneaux a montré que les raisins secs semblent être les plus riches en polyphénols totaux (1180mg Eq.AG/100g ps) (Jeszka-Skowron et Czarzyńska-Goślińska, 2020).

En terme de quantité, l'ANOVA a révélé une différence significative ( $p < 0.05$ ) entre les acides phénoliques des raisins séchés des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*), avec des teneurs plus élevées dans les raisins séchés *Var. Cardinal*. Ceci est probablement dû au cultivar d'une part, et au comportement de chaque acide phénolique au cours du séchage solaire d'autre part.

#### **2.2.2.2. Flavan-3-ols et dérivés**

Le tableau 14 indique que sept (7) flavan-3-ols ont été détectés dans les raisins séchés au soleil (*Var. Cardinal*), dont l'ordre de dominance est: procyanidine dimère (II), (-)-épicatechine, (épi)-catéchine-(épi)catéchine gallate (II), (+)-catéchine, épicatechine-3-O-gallate (I), procyanidine dimère (I) et (épi)catéchine-(épi)catéchine gallate (I). Pour les raisins séchés (*Var. Sabel*), huit (8) flavan-3-ols ont été détectés dont l'ordre de dominance est: catéchine, (épi)catéchine-(épi)catéchine gallate (II), (-)-épicatechine-3-O-gallate (I), épicatechine, procyanidine dimère (II), (-)-épicatechine-3-O-gallate (II), procyanidine dimère (I), (épi)catéchine-(épi)catéchine gallate (I). En effet, les raisins séchés contiennent des flavan-3-ols qui sont à l'origine présents dans le raisin frais, avec des teneurs variables (Williamson et Carughi 2010). Bien que la composition en flavan-3-ols présents dans nos raisins séchés est en accord avec plusieurs recherches investiguant les raisins secs (Panceri *et*

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

*al.*, 2013 et Fabani *et al.*, 2017), il existe moins de rapports sur la composition détaillée en différentes classes des composés phénoliques des raisins secs.

Les flavan-3-ols catéchine et l'épicatéchine ont été présents avec des teneurs variables dans les raisins séchés *Var. Cardinal* ( $2,9 \pm 0,21$  et  $4,34 \pm 0,5$  mg Eq.CT/100g ps, respectivement), et *Var. Sabel* ( $14,48 \pm 2,67$  et  $6,63 \pm 1,32$  mg Eq.CT/100g ps, respectivement). Il est de même en littérature, la composition des raisins secs en ces deux principaux flavan-3-ols a été variable d'une variété à l'autre; où les teneurs de catéchine ont varié de 60,8; 27 et 124-149 mg/kg pour les raisins séchés au soleil (d'origine Turque et Argentine). Cependant, la catéchine n'a pas été détectée dans les raisins séchés au soleil et les raisins secs (*Var. Golden*) de la Californie. De même pour, l'épicatéchine qui a été présente dans la variété *Sultana* Turque (19,2 mg/kg) et absente dans d'autres variétés de raisins séchés au soleil d'origine Argentine et Californie (Karadeniz *et al.*, 2000; Kelebek *et al.*, 2013; Fabani *et al.*, 2017).

La teneur en catéchine a été supérieure à d'autres flavan-3-ols pour les raisins séchés de deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*). Ceci est en accord avec les résultats de Fabani *et al.* (2017), ayant étudié 4 variétés (rouges et blanches) de raisins d'Argentine séchés au soleil (*Arizul*, *Sultanina*, *Flame* et *Superior*).

La teneur totale des flavan-3-ols a été nettement plus élevée ( $p < 0,05$ ) dans les raisins séchés *Var. Sabel* comparativement à la variété *Cardinal* (58,28 vs 26,8832 mg Eq.CT/100g ps). Ce constat est cohérent avec les résultats de Fabani *et al.* (2017) ayant rapporté que le raisin séché au soleil (variété blanche *Arizul*) contenant une teneur totale de flavan-3-ols supérieure à celles des variétés noires (*Superior* et *Flame*) 173 vs 15 et 84 mg Eq.CT/100g ps). Cette différence a été expliquée par Moreno *et al.* (2008) et Mencarelli *et al.* (2010) par le fait que les baies de raisins pourraient avoir un comportement différent vis-à-vis de la déshydratation post-récolte, où le génotype affecte leur contenu en composés phénoliques différemment.

#### **2.2.2.3. Flavonols**

Les raisins séchés (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) ont présenté le même profil de flavonols initialement présents à l'état frais, mais avec une variabilité des teneurs (Tableau 14).

Les raisins séchés *Var. Cardinal* ont présenté 4 flavonols dont l'ordre de dominance est: quercétine-3-*O*-glucuronide, kaempférol-3-*O*-glucoside, isorhamnétine-3-glucoside et quercétine-3-*O*-rutinoside, tandis que, les raisins de la variété *Sabel* ont révélé 3 flavonols dont l'ordre de dominance est: quercétine-3-*O*-glucuronide, quercétine-3-rhamnoside et

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

quercétine-3-*O*-rutinoside. Ce profil de flavonols individuels est conforme au profil de divers raisins séchés rapporté par plusieurs auteurs (Karadeniz *et al.*, 2000; Meng *et al.*, 2011; Kelebek *et al.*, 2013; Fabani *et al.*, 2017).

Il s'est avéré que la quercétine-3-*O*-glucuronide a été le flavonol majeur dans les raisins séchés des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*) avec des teneurs variant de  $3,35 \pm 0,18$  et  $2,25 \pm 0,51$  mg Eq.QE/100g ps, respectivement. Des rapports précédents (Parker *et al.*, 2007 et Fabani *et al.*, 2017) ont indiqué que le flavonol majeur des raisins séchés au soleil est la quercétine-3-*O*-glucoside.

Par contre, les teneurs en quercétine-3-*O*-rutinoside dans les échantillons de raisins séchés analysés ont été plus ou moins faibles et variant de  $0,36 \pm 0,07$  mg Eq.QE/100g ps (*Var. Sabel*) à  $0,48 \pm 0,04$  mg Eq.QE/100g ps (*Var. Cardinal*). Nos résultats concordent avec ceux de Kelebek *et al.* (2013) ayant mentionné des faibles niveaux de rutine variant de 0,46 mg/kg (variété blanche *Hatun parmagi*) à 2,70 mg/kg (variété rouge *Besni karasi*).

Breksa *et al.* (2010) à leur tour ont constaté que la concentration de rutine dans les raisins secs varie de l'indéetectable à 900 µg/g ps.

Les deux flavonols : kaempférol-3-*O*-glucoside et quercétine-3-rhamnoside ont été détectés, dans les raisins frais, le premier dans la variété *Cardinal* et le deuxième dans la variété *Sabel*. Leur détection a été de même pour les raisins séchés sauf que leurs concentrations ont été variables.

Mis à part la différence qualitative entre les deux variétés de raisins séchés (*Cardinal* et *Sabel*), aucune différence quantitative n'a été significative en termes de flavonols individuels. Toutefois, Fabani *et al.* (2017) ont enregistré des différences significatives en termes de quantités de certains flavonols tels que la quercétine et ses hétérosides dans différentes variétés de raisins secs rouges et blancs. Ces différences ont été justifiées par le fait que les quantités de tels composés dans le raisin dépendent du cépage, de son état hydrique ainsi que de son exposition au soleil (Price *et al.*, 1995 et Soleas *et al.*, 1997).

#### **2.2.2.4. Anthocyanes**

L'analyse des chromatogrammes à 520nm n'a révélé aucun pic correspondant aux anthocyanes préalablement détectées dans les échantillons de la variété *Cardinal* fraîche. En se référant aux résultats des analyses spectrophotométriques (Tableau 13), une teneur très faible en AMT a été enregistrée dans les raisins séchés (*Var. Cardinal*) ( $0,8 \pm 0,07$  mg Eq.C3G/100g ps). La non détection d'anthocyanes individuelles par HPLC semble être logique. En se référant à la bibliographie, nos résultats sont en accord avec ceux rapportés par Çoklar et Akbulut (2017), ayant montré que les anthocyanes de la variété de raisins noirs *Ekşikara* ont été fortement réduites voir perdues après séchage au soleil et à l'étuve.

En effet, bien que les recherches sur l'impact du séchage sur les composés phénoliques soient réalisées sur plusieurs variétés de raisins rouges et noires dont les raisins de Californie séchés au soleil (Karadeniz *et al.*, 2000), les variétés noires *Cabernet Sauvignon* et *Merlot* (Panceri *et al.*, 2013) et les variétés rouges *Superior* et *Flame* (Fabani *et al.*, 2017), le profil en anthocyanes reste moins illustré pour les raisins séchés par rapport aux raisins frais, pour lesquels il a été bien détaillé. La réduction de la teneur en anthocyanes peut être probablement expliquée par diminution accrue de leur concentration en ou leur perte totale sous l'effet du séchage, qui les rend non détectables. En effet, Marquez *et al.* (2013) ont signalé que le processus du séchage des fruits implique une situation de stress induisant des changements significatifs dans leur métabolisme, ayant pour résultats l'activation de certaines enzymes qui peuvent mener à la formation des composés de condensation de l'anthocyane avec les favanols qui ne seront plus détectés à 520nm

#### **2.2.3. Profil phénolique de confitures traditionnelles**

Pour les deux confitures traditionnelles préparées séparément à partir de raisins des variétés *Cardinal* et *Sabel*, le nombre de composés phénoliques détectés et quantifiés a été de l'ordre de 9, pour chaque confiture (Tableau 14).

##### **2.2.3.1. Acides phénoliques**

Trois acides phénoliques ont été détectés et quantifiés dans les confitures de raisins (*Var. Cardinal* et *Var Sabel*), dont l'ordre de dominance commun est: l'acide protocatéchique-*O*-hexoside, l'acide gallique hexose et l'acide caftarique. Ces acides ont été originellement présents dans les deux variétés de raisins frais étudiées (à l'exception de l'acide protocatéchique pour la variété *Cardinal*). Plusieurs auteurs, ayant étudié des confitures

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

d'autres fruits, ont signalé que le profil en acides phénoliques était identique à celui des fruits crus (Guarcia-Viguera *et al.*, 1994; Dragovic-Uzelac *et al.*, 2005; Begic-Akagic *et al.*, 2013).

Toutefois, Wang *et al.* (2020) ont rapporté que certains acides phénoliques de la betterave crue dont l'acide gallique, l'acide chlorogénique et l'acide cinnamique ont été presque absents dans la confiture, ce qui est de même pour certains acides phénoliques des raisins frais (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*).

L'ANOVA a révélé une différence significative ( $p < 0,05$ ), en terme de quantité des trois acides phénoliques des deux confitures avec une teneur totale élevée dans la confiture de raisins *Var. Cardinal* comparativement à celle de raisins *Var. Sabel*.

Ces résultats concordent avec ceux rapportés par Beara *et al.* (2018) qui ont observé que les acides phénoliques ont été plus abondants dans certains coproduits de raisins tels que les jus et vins de raisins rouges.

De plus, ces variations peuvent être expliquées par les teneurs initiales de ces acides phénoliques qui ont été élevées dans la variété *Cardinal* (cas de l'acide gallique hexose et l'acide caftarique) à l'exception de l'acide protocatéchique-*O*-hexoside qui a été probablement néoformé dans la confiture de raisins *Var. Cardinal* avec une concentration plus élevée par rapport à d'autres acides phénoliques des deux confitures.

#### **2.2.3.2. Flavan-3-ols et dérivés**

Deux flavan-3-ols monomères et un dérivé condensé (dimère monogallate) ont été détectés dans les confitures de raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*). L'ordre de dominance dans la confiture de raisins *Var. Sabel* est: l'isomère (II) de dimère gallate (épi)-catéchine-(épi)catechine gallate > l'isomère (I) de l'épicatéchine mono-gallate > l'isomère (II) de l'épicatéchine gallate. Pour la confiture de la variété *Cardinal* l'ordre de dominance est : l'isomère (II) de dimer gallate (épi)-catéchine-(épi)-catéchine gallate > l'isomère (I) de l'épicatéchine gallate. Ces dimères mono-galloylés ont été identiques à ceux détectés dans les raisins frais (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) avec des différences dans la quantité. Ces différences peuvent dépendre de plusieurs facteurs dont le critère variétal, les conditions géographiques et climatiques, la fertilisation, le sol, les pratiques culturales et le degré de maturité, qui influencent tous la teneur en polyphénols (Gođevac *et al.*, 2010).

Ces formes monomère et oligomère des flavan-3-ols font partie de la classe des polyphénols la plus abondante dans les couches hypodermiques de la pellicule et dans le parenchyme des

pépins de raisins (Di Lecce *et al.*, 2014). Vu que les deux confitures traditionnelles de raisins ont été débarrassées de pellicules et de pépins, la présence de ces flavan-3-ols et dérivés est une preuve de leur extraction et diffusion au cours de la cuisson.

De plus, ces flavan-3-ols et procyanidines sont considérés comme de puissants antioxydants (Zhu *et al.*, 2015) et de puissants inhibiteurs de l'oxydation du mauvais cholestérol (Teissedre *et al.*, 1996), et de l'agrégation plaquettaire (Ruf *et al.*, 1995). D'autre part, ils sont responsables des propriétés organoleptiques (flaveur) des produits dérivés de raisins, ce qui a été signalé par McRae et Kennedy (2011) dans leur étude sur le vin. Ces auteurs ont montré que les changements de certains paramètres dont le pH, la concentration en sucre, la concentration d'acétaldéhyde disponible, la viscosité et la présence d'autres composés interagissant avec les procyanidines tels que les protéines résiduelles et les polysaccharides de raisins peuvent affecter la perception de l'astringence et de l'amertume du vin.

### **2.2.3.3. Flavonols**

La somme des flavonols a été de l'ordre de 4 pour la confiture à base de la variété *Cardinal* et de l'ordre de 3 uniquement pour la confiture à base de la variété *Sabel*. La quercétine-3-*O*-glucuronide demeure le flavonol commun et le plus abondant dans les deux confitures, suivi du kaempférol-3-*O*-glucoside, de l'isorhamnétine-3-glucoside et de la rutine pour la confiture de raisins *Var. Cardinal*; la quercétine-3-rhamnoside et de la rutine pour la confiture *Var. Sabel*. Ces flavonols ont été identiques à ceux des raisins frais, mais la différence réside dans leurs concentrations.

Un profil similaire en flavonols (hétérosides de quercétine et kaempférol) a été rapporté par Dutra *et al.* (2020) pour les jus de raisins entiers, concentrés et reconstitués, avec des concentrations variables.

Comparativement aux confitures d'autres fruits, les flavonols de la confiture d'abricots ont été similaires à ceux des abricots crus et à leur purée, mais ils ont été évidemment présents en plus faibles quantités (Dragovic-uzelac *et al.*, 2005).

A l'exception de différences qualitatives entre les deux confitures de raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) résidant dans la présence du kaempférol-3-*O*-glucoside et de l'isorhamnétine-3-glucoside dans la confiture de raisins *Var. Cardinal* uniquement et de la quercétine-3-rhamnoside dans la confiture de raisins *Var. Sabel*, l'ANOVA n'a révélé aucune différence significative en termes de quantités.

#### **2.2.3.4. Anthocyanes**

Aucune anthocyane n'a été détectée à 520nm dans les échantillons de confitures de raisins rouges *Var. Cardinal*. Ce résultat a été précédemment confirmé par la faible teneur en AMT enregistrée dans la confiture de raisins rouges *Var. Cardinal* ( $1,8 \pm 0,4$  mg Eq.C3G/100g ps). Il semble que les anthocyanes individuelles ont été soit perdues, soit condensées à d'autres composés phénoliques, soit présentes à des concentrations tellement infimes qu'elles ne soient détectées ou quantifiées.

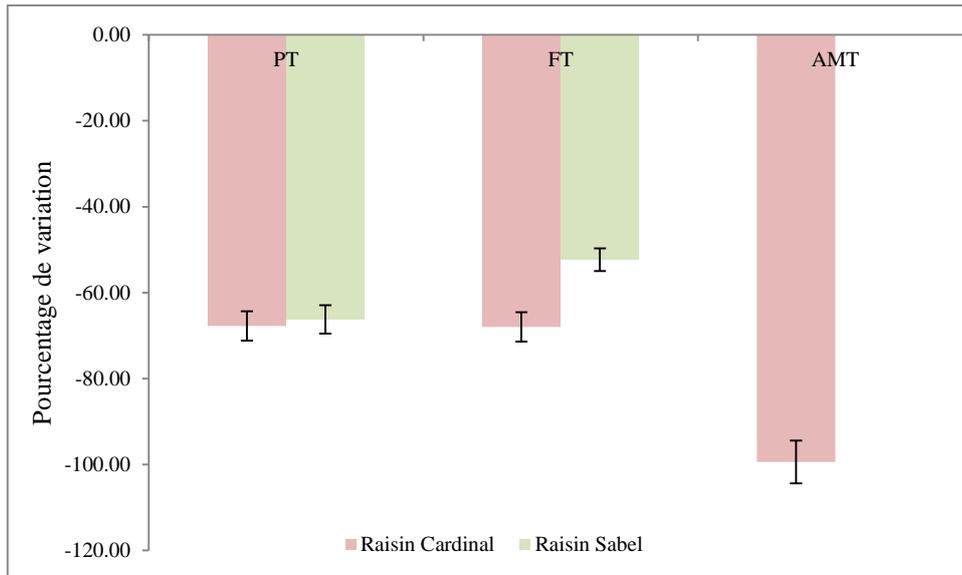
Dans l'étude de Çapanoglu *et al.* (2013) sur le concentré de jus de raisins, il a été signalé qu'à l'exception des anthocyanes: delphinidine-3-glucoside, cyanidine-3-glucoside, péonidine-3-glucoside et malvidine-3-glucoside ayant été présentes à des concentrations plus ou moins faibles (0,5 à 5,5 mg Eq.C3G/100g ps), la majorité des anthocyanes initialement détectées dans les raisins frais, ont été non détectables dans le concentré final du jus de raisins.

De plus, il est à signaler que l'absence des anthocyanes dans la confiture de raisins *Var. Cardinal* peut être probablement expliquée par la variabilité de leur stabilité qui est étroitement liée aux ingrédients et au pH de la confiture. D'ailleurs, Martinsen *et al.* (2020) ont rapporté que la stabilité des anthocyanes de la confiture de fraise, ayant un pH supérieur à 3, a été diminuée par rapport à celle de la confiture de fraises ayant un pH plus bas (pH 2,98).

### **2.4. Etude de l'effet du séchage traditionnel sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins**

#### **2.4.1. Effet sur les teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales**

Les résultats montrant l'effet de séchage traditionnel sur les teneurs en PT, FT, et AMT sont présentés dans la figure 31.



**Figure 31.** Pourcentage de variation des teneurs en PT, FT et AMT après séchage des deux variétés de raisins (*Cardinal* et *Sabel*)

Les résultats représentés dans la figure 31 montrent que le séchage traditionnel a affecté négativement les teneurs en polyphénols totaux des variétés de raisins (*Sabel* et *Cardinal*) et a conduit à des pertes oscillant de 66 à 67% pour les deux variétés, respectivement.

Les deux variétés de raisins *Sabel* et *Cardinal* ont présenté également des teneurs en flavonoïdes réduites de 52 à 68%, respectivement sous l'effet du séchage solaire. Le plus grand pourcentage de pertes en composés phénoliques (99%) a été enregistré pour les anthocyanes monomères totales de la variété *Cardinal*. Nos résultats concordent avec ceux de Panceri *et al.* (2013); Benlloch-Tinoco *et al.* (2015) et Çoklar et Akbulut (2017) ayant signalé des réductions dans les teneurs en composés phénoliques totaux après séchage au soleil et/ou à l'air chaud de différentes variétés de raisins dont *Cabernet Sauvignon* et *Merlot*, *Thompson Seedless* et *Eksikara*, respectivement.

Ces pertes significatives en polyphénols totaux, après séchage traditionnel des raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*), peuvent être dues à la dégradation thermique de ces composés et/ou la dégradation enzymatique, d'une part et/ou à leur participation dans les réactions de condensation et de polymérisation, d'autre part (Del Caro *et al.*, 2004; Williamson et Carughi, 2010; Figueiredo-González *et al.*, 2013 et Adiletta *et al.*, 2016).

Quant aux flavonoïdes, il a été signalé dans la littérature que les flavonols, les flavones, les flavanones, les flavanols et les anthocyanes présents dans les fruits et légumes, pourraient être

### *Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins*

---

affectés négativement par le séchage. Des pertes de l'ordre de 8 à 99% ont été enregistrées pour divers fruits et légumes étudiées par plusieurs auteurs (Joshi *et al.*, 2011; Miletic *et al.*, 2013; Kamiloglu *et al.*, 2014a; Wojdylo *et al.*, 2014; Kamiloglu et Çapanoglu., 2015).

A titre de comparaison, des pertes de 66% de flavonols ont été rapportées dans les sous-produits de vinification (pellicules de raisins) *Var. BRS Violeta* qui ont été déshydratés par séchage conventionnel (Barcia *et al.*, 2015). Ces pertes ont été expliquées par le fait que les flavonols présents dans les échantillons de raisins sont susceptibles à de fortes dégradations lorsqu'ils sont exposés à des températures de séchage élevées (supérieures ou égales à 50°C).

Concernant les anthocyanes monomères localisées majoritairement dans la pellicule, elles sont plus sensibles à aux expositions lumineuse et thermique durant le séchage traditionnel, du fait qu'elles ne sont plus bien préservées de l'oxydation, dans leur vacuoles intactes, comme elles sont à l'état frais. En fait, les conditions du séchage sont capables d'être à l'origine d'importantes destructions de la membrane des tissus, ce qui conduit à l'exposition des composés phénoliques à l'oxygène et aux enzymes d'oxydation et donc à leur dégradation et/ou transformation (Bennett *et al.*, 2011).

Quant aux réactions enzymatiques, bien que les grappes de raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) aient subit un blanchiment à l'eau bouillante salée avant leur exposition directe au soleil, afin de limiter les pertes en composés phénoliques par l'inactivation des enzymes oxydantes (polyphénol oxydase: PPO et peroxydase: POD), ces dernières ne pourraient pas être inactivées totalement. En effet, Benlloch Tinoco *et al.* (2015) ont signalé que malgré la POD et la PPO ont été inactivées par un blanchiment jusqu'à 70,8 et 86,7%, respectivement, l'activité de l'enzyme POD restait critique dans les raisins et cette enzyme a présenté la plus grande résistance thermique. A son tour, la PPO extraite de raisin (*Var. Emir*) a nécessité un blanchiment durant 4,9 minutes pour une réduction de 90 % de son activité initiale (Ünal et Şener, 2006).

En effet, le temps nécessaire pour inactiver les enzymes d'oxydation (PPO) dépend non seulement du blanchiment et des conditions du séchage, mais également du cépage, du stade de maturation, de la composition et de l'épaisseur des pellicules de raisins (Bai *et al.*, 2013).

En parallèle, la diminution des composés phénoliques peut également être liée à des réactions de brunissement non enzymatiques telles que les réactions de Maillard qui se produisent lentement, provoquant le brunissement des raisins secs (Frank *et al.*, 2005).

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

Toutefois, il est à signaler que nos résultats contredisent la probabilité du gain en composés phénoliques totaux après séchage, signalée par Carranza-Concha *et al.* (2012) ayant étudié le séchage par micro-onde et par air chaud des variétés *Imperial seedless*, *Thompson seedless*; et Fabani *et al.* (2017) ayant traité le séchage solaire des variétés blanches (*Arizul* et *Sultanina*) et rouges (*Superior* et *Flame*). Cette augmentation des teneurs en polyphénols totaux enregistrée par ces auteurs peut être probablement liée aux conditions de séchage et aux prétraitements appliqués.

En fait, contrairement au séchage au soleil lent, où les raisins pourraient être exposés à une oxydation avancée, le séchage des raisins à l'air chaud (60°C) aurait pu protéger la teneur en polyphénols contre la dégradation oxydative prolongée (Çoklar et Akbulut, 2017).

D'autre part, Qin *et al.* (2020) ont signalé que la teneur en composés phénoliques des raisins secs diminue avec l'augmentation de l'intensité lumineuse. Cela peut également être la raison des teneurs les plus élevées en divers composés phénoliques enregistrées pour les raisins séchés dans des chambres de séchage, où l'intensité lumineuse est minime.

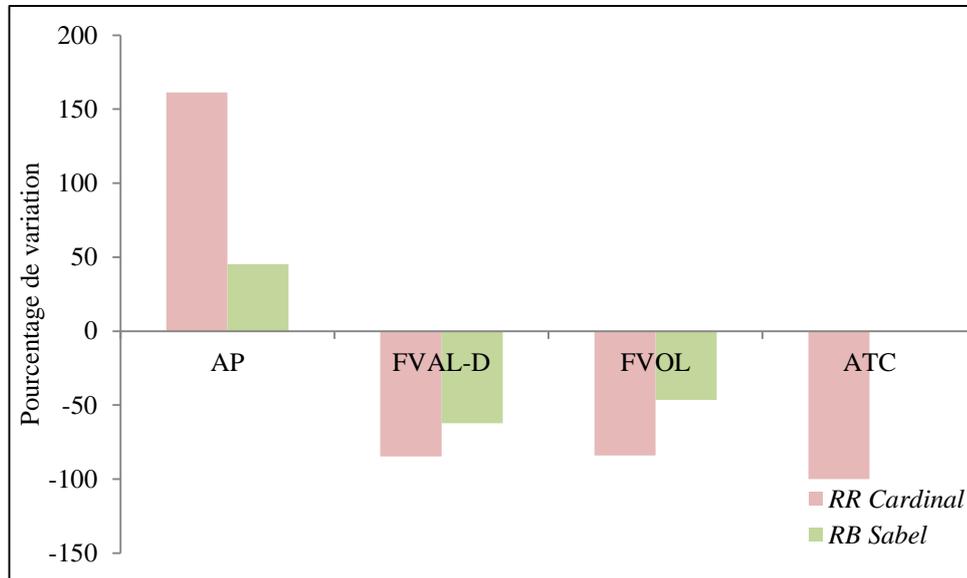
De plus, l'augmentation de la teneur en flavonoïdes totaux à la suite du séchage a été expliquée par Çapanoglu (2014) par la dégradation des parois cellulaires et/ou la libération de la séquestration, qui peut également aboutir à une plus grande extractibilité des composés phénoliques.

Concernant le prétraitement précédant le séchage, Carranza-Concha *et al.* (2012) ont signalé que le prétraitement des raisins frais avec du NaOH pourrait faciliter l'extraction et être à l'origine des teneurs élevées en PT et FT.

A côté des prétraitements appliqués avant le séchage, et pouvant être à l'origine de l'augmentation de certains composés phénoliques, l'ajout des additifs tels que la maltodextrine, considérée comme un agent protecteur contre la dégradation de ces composés a été également à l'origine des concentrations élevées en anthocyanes lors du séchage et/ou stockage après déshydratation du jus de raisins en poudre (De Carvalho Tavares *et al.*, 2019).

#### **2.4.2. Effet sur le profil en composés phénoliques**

Les résultats montrant l'effet du séchage traditionnel sur le profil en acides phénoliques, flavan-3-ols et flavonols, anthocyanes sont présentés dans la figure 32.



**Figure 32.** Pourcentage de variation en profil des acides phénoliques (AP), flavan-3-ols et dérivés (FVAL-D), flavonols (FVOL) et anthocyanes (ATC) après séchage des raisins

##### **2.4.2.1. Effet sur le profil en acides phénoliques**

Parmi les composés phénoliques, les acides phénoliques ont suscité un intérêt considérable durant ces dernières années en raison de leurs bienfaits potentiels pour la santé, notamment antioxydants, antibactériens, antiviraux, anticancéreux, anti-inflammatoires et vasodilatateurs (Babbar *et al.*, 2015). Les résultats de la figure 32 présentent le pourcentage de variation de profil des acides phénoliques. Il est à constater qu'en termes de la somme totale des acides phénoliques des raisins séchés par rapport à leurs raisins frais, un effet positif du séchage a été constaté sur la concentration des acides phénoliques avec une augmentation de cette dernière de 45,17 et 161,36%, pour les raisins séchés *Var. Sabel* et *Var. Cardinal*, respectivement.

Cette augmentation dans la somme des concentrations des acides phénoliques individuels est due à l'augmentation remarquable de la concentration de certains acides hydroxybenzoïques dont l'acide gallique hexose. La teneur de l'acide gallique hexose après séchage a dépassé 65 fois et environ 10 fois sa teneur initiale pour les raisins *Var. Cardinal* et *Var. Sabel*, respectivement. D'autre part, l'acide protocatéchique-*O*-hexoside a été probablement néoformé dans les raisins séchés *Var. Cardinal*, avec une teneur de 18,9mg Eq.AG/100g ps,

### Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins

---

tandis que sa teneur a dépassé d'environ 10 fois sa teneur initiale dans le raisin séché *Var. Sabel*.

Ces résultats sont cohérents avec ceux publiés par Fabani *et al.* (2017) ayant étudié la production de raisins séchés à partir des cultivars blancs (*Arizul*, *Sultanina* et *Supérieur*) et rouge (*Flamme*).

Plusieurs auteurs dont Çapanoglu *et al.* (2013); Peinado *et al.* (2013); Fabani *et al.* (2017) ont lié cette augmentation de la concentration des acides phénoliques individuels au cours du séchage à l'effet de la concentration (par la perte de la teneur en eau) et/ou l'effet du cultivar.

Selon Jing *et al.* (2010), les températures élevées peuvent conduire à la dissociation des formes conjuguées en composés d'acides phénoliques libres.

En effet, Karadeniz *et al.* (2000) et Parker *et al.* (2007) ont évoqué qu'après séchage, de nouveaux composés tels que l'acide 2-S-glutathionylcaftarique et d'autres acides cinnamiques oxydés, ainsi que l'acide protocatéchique, se sont révélés dans les raisins trempés et séchés.

Toutefois, Kamiloglu *et al.*, (2016) ont signalé que bien qu'il soit peu probable que les acides phénoliques seront néoformés pendant les processus du séchage, des explications de ce phénomène pourraient être trouvées dans l'extractibilité améliorée de ces composés, conduisant à une détection améliorée des composés antioxydants.

Quant aux acides hydroxycinnamiques, dont l'acide caftarique, une réduction de l'ordre de 64,21 et 67% a été enregistrée après séchage des raisins de deux variétés *Cardinal* et *Sabel* respectivement. En effet, nos résultats sont similaires à ceux de plusieurs travaux ayant signalé que les méthodes de séchage conventionnelles dont le séchage solaire conduisent à des pertes considérables en composés phénoliques totaux et/ou individuels dont l'acide gallique, l'acide fertarique, l'acide caftarique (Fabani *et al.*, 2017).

Par ailleurs, Serratosa *et al.* (2011) ont interprété la diminution de certains esters hydroxycinnamiques, dont les acides caftarique et fertarique au cours du processus de séchage des raisins *Var. Merlot*, par le fait que les esters sont des substrats très appropriés pour les polyphénol oxydases.

#### **2.4.2.2. Effet sur le profil en flavonoïdes**

A l'instar de la figure 32, il ressort que le séchage au soleil traditionnel a exercé un effet négatif en réduisant les concentrations des flavan-3-ols et des oligomères dérivés de l'ordre de 62% et 84%, pour les raisins séchés *Var. Sabel* et *Var. Cardinal*, respectivement.

Comparativement à nos résultats, la catéchine et l'épicatéchine des autres fruits dont le jujube et les figes semblent être également affectées négativement par le séchage solaire (Gao *et al.*, 2012; Kamiloglu et Çapanoglu, 2015).

Les flavonols, à leur tour, ont été réduits de 46% et 84%, respectivement. Ces résultats sont cohérents avec ceux de Karadeniz *et al.* (2000), ayant montré que la réduction des flavonoïdes pourrait être liée à la dégradation de flavanols pendant le séchage au soleil. Par contre la différence de comportement des flavonols vis-à-vis du séchage, peut être dépendante du cépage considéré (Yilmaz et Toledo, 2004). A cet égard, nos résultats sont conformes à ceux publiés par Williamson et Caroughi (2010) et Kelebek *et al.* (2013) ayant attribué la dégradation probable des flavan-3-ols et leurs dimères et oligomères aux limites des méthodes d'extraction et d'analyse utilisées pour détecter ces derniers. Similairement, Donovan *et al.* (1998) et Piga *et al.* (2003) ont rapporté que le séchage des prunes a dégradé significativement les flavane-3-ols et a conduit à une destruction complète des flavonols.

Des différences intra et inter variétales dans le comportement des flavonoïdes individuels vis-à-vis du séchage solaires ont été remarquées. Ces différences peuvent être expliquées par le niveau de l'exposition à la lumière qui peut affecter la teneur en flavonoïdes.

Bien que l'état des aliments soit le facteur clé déterminant la dégradation des flavonoïdes ou la stimulation de leur biosynthèse (Panagopoulou *et al.*, 2019), plusieurs facteurs semblent influencer la photodégradation, lors de l'exposition au soleil notamment l'énergie lumineuse, le pH, la structure et la concentration initiale de ces composés (Patras *et al.*, 2010; Ioannou *et al.*, 2012).

Quant à l'effet du séchage solaire traditionnel sur les anthocyanes individuelles, des pertes significatives (jusqu'à 100%) ont été enregistrées pour toutes les anthocyanes préalablement détectées dans les extraits de raisins rouges frais *Var. Cardinal*. Ceci a confirmé la sensibilité des anthocyanes au séchage solaire réalisé à des températures de la période estivale (40-49°C) pendant 3 semaines.

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par Mencarelli *et al.* (2010) qui ont trouvé une diminution des anthocyanes après déshydratation des raisins *Var. Aleatico* à 30°C. En revanche, Çoklar et Akbulut (2017) ont montré une dégradation considérable des anthocyanes après séchage au soleil du cépage noir *Eksikara*.

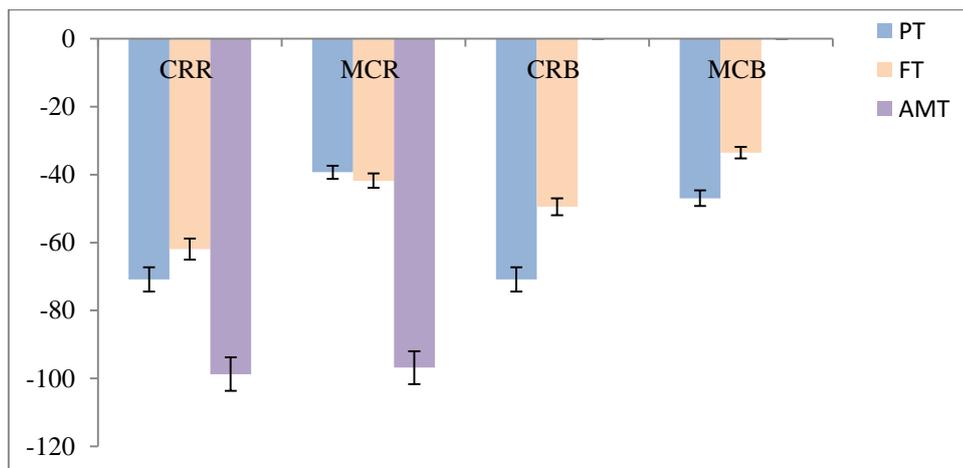
En effet, les anthocyanes des raisins *Var. Cardinal* sont localisées majoritairement au niveau de la pellicule ce qui les rend plus exposées à lumière et aux radiations solaires durant le séchage solaire qui s'effectuait lentement, en conduisant à leur forte dégradation, vu leur thermolabilité et leur sensibilité à la lumière.

Des études sur les anthocyanes extraites à partir des raisins de *Vitis vinifera L.* (*Var. Granache Noir*) et de *Vitis labrusca L.* (*Var. Isabel*) ont révélé qu'elles ont subi des pertes importantes dues à l'exposition à la lumière par rapport à ceux qui ont été à l'abri de la lumière (Sarni-Manchado *et al.*, 1996; Bordignon-Luiz *et al.*, 2007).

#### **2.5. Etude de l'effet de la préparation traditionnelle de confiture sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins**

##### **2.5.1. Effet sur les teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales**

Les résultats illustrant les pourcentages de variation des teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes monomères totales pendant le procédé traditionnel de confiture de raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) sont présentés dans la figure 33.



**Figure 33.** Pourcentage de variation des teneurs en composés phénoliques (PT, FT et AMT) pendant la préparation traditionnelle des confitures de raisins

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

Il est à signaler que les marcs des confitures constitués de pellicules et pépins des raisins ont été pris en compte dans les analyses spectrophotométriques. La raison de leur prise en considération est qu'ils pourraient donner une idée sur les teneurs en composés phénoliques retenus à leur niveau. En effet, bien que ces marcs soient écartés dans la plupart des cas où les baies de raisins cuites seront broyées et filtrées, ils peuvent être en certains cas consommés (cas de confitures constituées par de baies cuites complètes).

Il est nettement clair d'après la figure 33, que le procédé traditionnel de préparation de confiture a entraîné une réduction très considérable des teneurs de composés phénoliques (PT, FT, et AMT) pour les deux variétés de raisins étudiées. Des réductions similaires des teneurs en polyphénols totaux supérieures à 70% ont été enregistrées pour les confitures (pulpes cuites pressées) *Var. Cardinal* et *Var. Sabel*; tandis que ces réductions ont été faibles (39% : MCR et 46% MCB) dans la partie constituée des pellicules et pépins des deux variétés de raisins.

Il est à rappeler que, mise à part les travaux de Rababah *et al.* (2012) et Rababah et Brewer (2015), il n'y a pas suffisamment de données en littérature concernant l'effet du procédé confiture sur les teneurs en polyphénols, flavonoïdes, et anthocyanes totales de la confiture des raisins (*Vitis vinifera L.*). Comparativement aux résultats de Rababah et Brewer (2015), nos résultats semblent être similaires en ce qui concerne la diminution des teneurs en composés phénoliques après préparation de confiture, sauf que les taux de variation en ces composés dans nos échantillons restent supérieurs à ceux enregistrés par ces chercheurs (70% vs 27%). Dans le même sens, la transformation des raisins *Var. Concord* ou *Fox grape (Vitis labrusca)* en confiture a conduit à 40% des pertes en polyphénols totaux (Pop *et al.*, 2015).

En addition, Kim et Padilla-zakour (2004) ont également trouvé des réductions en polyphénols totaux de 9% pour la confiture de cerise (*Var. Balaton*) et de 27% pour la confiture de prune (*BY 8158.50*); tandis que pour les confitures de framboise (*Var. Prelude*), de cerise (*Var. Northstar*) et de prune (*Var. Methley*), les teneurs en polyphénols totaux ont été similaires par rapport à leurs homologues frais, donc aucun changement significatif de concentration dû au procédé confiture n'a été enregistré.

Quant aux flavonoïdes totaux, ces derniers ont diminué sous l'effet du procédé "confiture traditionnelle" pour les deux variétés (*Sabel* et *Cardinal*) avec des variations variant de 49% à 61%, respectivement. Pour les marcs des deux confitures, les pertes en flavonoïdes totaux ont été plus ou moins faibles (33%: MCB et 41%: MCR).

### *Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins*

---

Une différence significative entre les pourcentages de variation en flavonoïdes totaux des deux confitures des raisins *Var. Cardinal* et *Var. Sabel* (61% vs 49%) a été enregistrée. Cette différence pourrait être liée à la qualité des deux variétés de raisins frais au début de la transformation. Par conséquent, il est essentiel de comprendre comment la maturité à la récolte, les méthodes de récolte et les procédures de traitement après récolte influencent la qualité et son maintien dans les fruits frais entre la récolte et le début du processus (Kitinoja et Kader, 2015).

Comparativement à leurs raisins frais, il semble que les marcs des deux confitures ont retenu un niveau considérable en flavonoïdes totaux, d'où le niveau faible de leurs pourcentages de variation après préparation traditionnelle de confitures. Ces résultats sont cohérents avec ceux de Van Der Sluis *et al.* (2002) ayant noté des teneurs réduites en flavonoïdes dans le jus de pommes ont été réduites à cause du pressage dans lequel la plupart des flavonoïdes ont été retenus dans le marc.

Quant aux anthocyanes totales, le procédé traditionnel de préparation de confiture a entraîné des réductions (voir perte) remarquables de l'ordre de 98% et 96 % pour la confiture et le marc (MCR), respectivement.

Il est rapporté en littérature que les traitements thermiques (domestiques et industriels) et non thermiques dégradent le niveau de composés phytochimiques dans les produits alimentaires transformés. En effet, les opérations de transformation des aliments ont une influence majeure sur la stabilité des composés phytochimiques et endommagent souvent les polyphénols contenus dans les fruits et légumes et leurs produits (Çopur et Tamer, 2014).

En effet, les traitements thermiques conventionnels (blanchiment, cuisson, cuisson à la vapeur, etc.) sont largement considérés comme principale cause de dégradation de niveau de composés phytochimiques dans les produits alimentaires transformés (Tiwari et Cummins 2013). Au cours de procédés de transformation des fruits et légumes, plusieurs types de réactions oxydatives peuvent se produire dans lesquelles des électrons sont retirés des atomes/molécules, conduisant à la formation d'une forme oxydée. Ces réactions provoquent un brunissement, une perte ou des changements au niveau des composés phénoliques ou autres et une perte de valeur nutritionnelle (Dziedzak, 1986). L'oxygène aussi peut jouer un rôle majeur dans la dégradation des flavonoïdes au cours des différentes étapes des procédés. La présence d'oxygène peut accélérer la dégradation soit par un mécanisme oxydatif direct et/ou par l'action d'enzymes oxydantes. Pour cette raison, la dégradation des flavonoïdes est

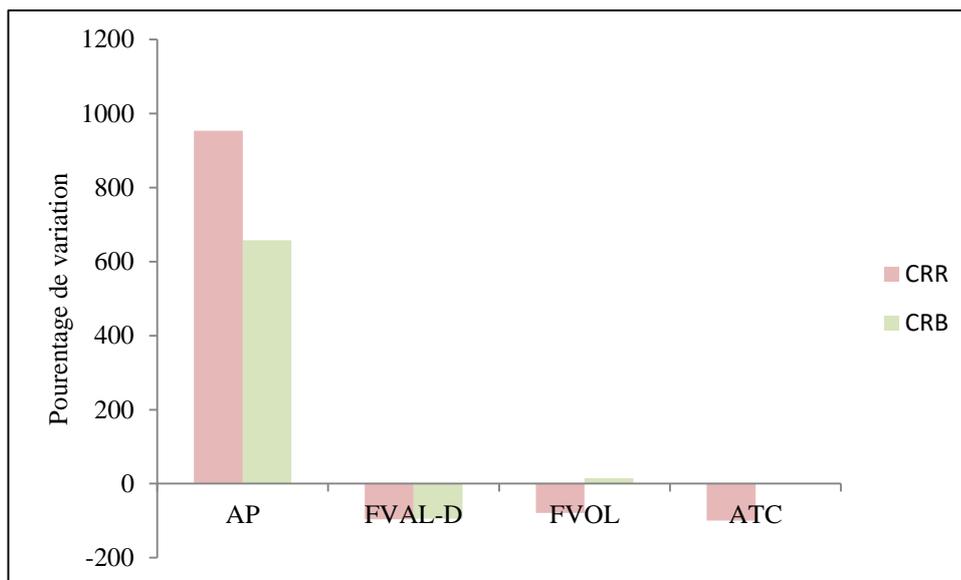
une combinaison de plusieurs mécanismes dépendants des conditions opératoires et de la matrice alimentaire (Ioannou *et al.* 2012).

Dans le même axe de recherche, Rababah *et al.* (2012) ont signalé que les anthocyanes peuvent être altérées lors de la cuisson de la confiture en raison de la réduction des structures cellulaires, perturbées pendant la transformation des fruits d'où les fruits deviennent plus susceptibles à l'oxydation non enzymatique. Ces mêmes auteurs ont signalé que le taux de dégradation des anthocyanes était significativement plus faible à pH 3,0. En effet, l'hydrolyse de la liaison glycoside est connue pour être la première étape de la dégradation des anthocyanes, et ce mécanisme proposé pourrait être dû aux températures élevées pendant la cuisson de la confiture qui déplacent l'équilibre des anthocyanes vers les chalcones incolores, qui sont instables et dégradables via des réactions d'oxydation lors de la cuisson produisant des composés bruns ou des pigments à haut poids moléculaire (Collin et Crouzet, 2011). Il est à signaler que la réduction des anthocyanes pourrait être due aux sels de flavylum qui ne sont stables que dans des conditions très acides d'une part, et/ou au taux élevé des solides solubles qui peut augmenter la dégradation des anthocyanes (Piffaut *et al.*, 1994).

Toutefois, la diminution des teneurs en polyphénols, flavonoïdes et anthocyanes totales dans les confitures de raisins étudiées ne peut être totalement interprétée uniquement par l'effet négatif de la température de la cuisson. Dans ce contexte, Laleh *et al.* (2006) ont rapporté que les composés phénoliques dans les fruits et les confitures sont affectés par l'association ou non de plusieurs facteurs dont la lumière, le pH, les ingrédients et la température.

### **2.5.2. Effet sur le profil en composés phénoliques**

L'effet de la préparation traditionnelle de confiture à partir des raisins de deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*), exprimé en pourcentage de variation, est présenté dans la figure 34.



**Figure 34.** Pourcentage de variation du profil en acides phénoliques (AP), flavan-3-ols et dérivés (FVAL-D), flavonols (FVOL) et anthocyanes (ATC) des confitures traditionnelles de raisins

#### **2.5.2.1. Effet sur le profil en acides phénoliques**

Selon la figure 34, la transformation traditionnelle des raisins (*Var. Sabel* et *Var. Cardinal*) en confiture a conduit à des augmentations significatives ( $p < 0,05$ ) de la teneur en la somme des acides phénoliques (657 à 953%, respectivement). Ce constat est le résultat de l'augmentation des concentrations de l'acide gallique-hexose de l'ordre de 125 et 258 fois dans les confitures des raisins *Var. Sabel* et *Var. Cardinal*, respectivement; et de l'acide protocatéchique-*O*-hexoside qui a été 48 fois supérieur à sa teneur initiale dans les raisins *Var. Sabel* et de son apparition à une concentration élevée ( $80,59 \pm 7,62 \text{ mg Eq. AG/100g ps}$ ) dans la confiture de raisin *Var. Cardinal*.

Par rapport à la bibliographie, Kamiloglu *et al.* (2015) ont enregistré une diminution de la concentration en acides phénoliques (49,5 à 96,7%) lors de la transformation des carottes noires en confitures et marmelades. Ces différences peuvent être expliquées par le fait que les confitures aient été préparées selon différents procédés. En effet, le niveau de pertes d'acides phénoliques peut dépendre aussi des ingrédients. Les mêmes auteurs ont signalé que les marmelades préparées avec des quantités en sucre relativement élevées contenaient les teneurs les plus élevées en acides phénoliques individuels (à l'exception de l'acide caféique). Par contre, ces résultats sont en désaccord avec ceux d'Amakura *et al.* (2000), qui ont rapporté que la transformation de baies de fruits telles que la framboise et la fraise n'a montré

aucun changement appréciable en termes d'acides phénoliques individuels lors de l'évaluation par HPLC.

L'élévation de la concentration de l'acide gallique hexose et l'acide protocatéchique-*O* hexoside peut être probablement liée à la température élevée favorisant la dissociation des formes conjuguées en composés d'acides phénoliques libres, ou à l'amélioration de leur extractibilité (Parker *et al.*, 2007).

Quant aux esters cinnamiques dont l'acide caftarique considéré comme substrat préféré pour la PPO (Serratos *et al.*, 2011), ce dernier n'a montré aucun changement significatif après la cuisson des deux confitures. Cette stabilité de l'acide caftarique peut être probablement expliquée par le fait qu'il n'a pas été totalement dégradé par la PPO.

#### **2.5.2.2. Effet sur le profil en flavonoïdes**

Selo la figure 34, à l'exception de la somme des flavonols dans la confiture de raisins *Var. Sabel* qui a été légèrement augmentée par rapport à leur somme dans les raisins frais (7,19 vs 6,23mg Eq.QE/100g ps), des pertes considérables de la somme des flavan-3-ols variant de 94 à 96% pour les confitures des raisins *Var. Sabel* et *Var. Cardinal*, respectivement et 78% de la somme des flavonols pour la confiture de raisins *Var. Cardinal*.

Des pertes significatives ( $p < 0,05$ ) de l'ordre de 100% ont été enregistrées pour la catéchine et l'épicatéchine ainsi que les procyanidines dimères dans les confitures des raisins *Var. Sabel* et *Var. Cardinal*. En effet, les flavan-3-ols et les procyanidines des raisins sont localisés essentiellement dans les pépins et la pellicule (Mattivi *et al.*, 2006). Ces pertes semblent être logiques du moment que les confitures des deux variétés de raisins (*Cardinal* et *Sabel*) ont subi une étape de séparation des pépins et pellicules (retenus sur le filtre de presse-purée et rejetés sous forme de marc).

Nos résultats sont comparables à ceux de Çapanoglu *et al.* (2013) ayant montré que les procyanidines dans les baies de raisins, composées majoritairement de catéchine et épicatechine ont été fortement diminuées après leur transformation en jus concentré, dont la teneur en flavan-3-ols a été fortement réduite après l'étape de pressage, où les pépins et les pellicules ont été retirés. D'autre part, les pertes majeures en procyanidines dans les confitures de raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) peuvent être probablement expliquées par le fait que les pépins et les pellicules des raisins ont été très peu perturbés lors de la cuisson (feu doux), empêchant la libération des flavonoïdes dans la fraction soluble (pulpe pressée).

### ***Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins***

---

Les flavonols dont la quercétine-3-O-rutinoside et la quercétine-3-O-glucuronide ont été significativement diminués dans la confiture de raisins (*Var. Cardinal*), tandis qu'ils ont demeuré stables à côté de la quercétine-3-rhamnoside dans la confiture de raisins (*Var. Sabel*). Ces résultats ont été similaires à ceux de Häkkinen *et al.* (2000) qui ont enregistré des pertes mineures en flavonols dont la quercétine et le kaempférol après la cuisson des fraises avec du sucre pour la préparation de confiture. Ce comportement différent des flavonols vis-à-vis de la cuisson peut être probablement dû au cultivar, d'une part ou à l'inactivation de la polyphénoloxydase et/ou à l'ajout du sucre d'autre part.

Quant aux anthocyanes, ces dernières ont été complètement dégradées dans la confiture de raisins rouges *Var. Cardinal*. Nos résultats sont en accord avec ceux de Rolim de Moura *et al.* (2012) qui ont indiqué que la transformation des mûres en confiture traditionnelle a conduit à des pertes importantes en ces composés.

En effet, la température est l'un des paramètres les plus importants qui influence le comportement rhéologique des aliments (Javanmard et Endan, 2010). Elle peut déstabiliser la structure moléculaire des flavonoïdes dont les anthocyanes (Laleh *et al.*, 2006). Toutefois ces pertes en anthocyanes ne peuvent être uniquement liées à la température et la durée de cuisson, car les anthocyanes des confitures sont influencées par divers d'autres facteurs, tels que le sucre, le pH, la lumière, et la durée d'exposition à la plupart de ces facteurs et/ou la durée et la température de stockage (Rolim de Moura *et al.*, 2012; Rababah et Brewer, 2015; Martinsen *et al.*, 2020).

De plus, cette perte peut être, très probablement, due à la formation de polymères d'anthocyanes ou à des réactions de condensation entre les anthocyanes et les procyanidines au cours de la cuisson et pendant le stockage des confitures (Brownmiller *et al.*, 2008).

### **Conclusion**

Les deux variétés de raisins (*Cardinal* et *Sabel*) sont avérées une source riche en composés phénoliques, en particulier les acides phénoliques, les flavan-3-ols, les procyanidines, les flavonols et les anthocyanes (pour la variété *Cardinal*) sur le plan quantitatif tant qualitatif.

Toutefois, aucun stilbène n'a été détecté dans les extraits de raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) et leurs dérivés. Ceci peut être attribué soit au cépage, sachant que la teneur en stilbènes est largement dépendante du cépage (Sun *et al.*, 2006); soit à l'absence d'infections fongiques et du stress physiologique, où les raisins pour s'y adapter produisent des stilbènes.

### *Volet 3. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur les teneurs et le profil en composés phénoliques de raisins*

---

En situations ordinaires, les teneurs en stilbènes dans les raisins restent infimes ou non détectables (Revilla et Ryan, 2000).

En addition, l'hypothèse selon laquelle les procédés traditionnels de transformation affectent les composés bioactifs et la couleur des baies directement après séchage ou cuisson pour la préparation de confitures a été confirmée dans cette étude.

En effet, le séchage solaire et la préparation traditionnelle de confiture ont conduit d'une part à la concentration de certains acides phénoliques et à des pertes d'autres composés phénoliques tels que les flavonoïdes dont les anthocyanes pour la confiture de raisins rouges *Var. Cardinal* d'autre part.

Il est à signaler aussi que malgré ces pertes en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et anthocyanes totales, les raisins séchés (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) ainsi que les confitures de raisins ont retenu certains acides phénoliques, flavonols et procyanidines connus pour leur activité bioactive.

Dans cette étude, les étapes-clé des procédés traditionnels qui peuvent être à l'origine des pertes en composés phénoliques ont été identifiées, et donc elles peuvent être évitées ou corrigées. Par exemple l'étape de séparation des pépins et pellicules peut être évitée ou améliorée pour augmenter la teneur en composés phénoliques de confiture de raisins.

---

# ***Volet 4.***

***Effet de procédés traditionnels  
(séchage et préparation de confiture)  
sur la capacité antioxydante et étude  
de la digestion in vitro des composés  
phénoliques de raisins et de leur  
activité antioxydante***

---

## **Introduction**

En se basant sur les résultats du volet 3, les composés phénoliques des variétés de raisins (*Cardinal* et *Sabel*), y compris les acides phénoliques, les flavonoïdes et les anthocyanes sont avérés plus ou moins négativement affectés par les deux procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture). Suite à ce constat, la question qui s'est dégagée: les composés phénoliques des raisins séchés et des confitures préparés traditionnellement pourraient-ils conserver ou non leur activité antioxydante?

Pour répondre à cette question, le premier axe du volet 4 a été consacré à l'étude de l'activité antioxydante des raisins *Var. Cardinal* et *Var. Sabel* avant et après application de ces procédés traditionnels. Les résultats de ce volet vont nous permettre de tirer des conclusions relatives à l'effet de ces derniers sur le potentiel antioxydant des polyphénols et l'existence ou non d'éventuelles corrélations entre leur teneur et leur activité antioxydante.

Toutefois, quelques soient les résultats concernant le potentiel antioxydant *in vitro* des composés phénoliques de raisins frais et leurs produits dérivés (raisin séchés et confitures), ces composés devraient être biodisponibles afin d'exercer leur bioactivité. Théoriquement, il est reconnu que la biodisponibilité dépend de la bioaccessibilité qui est la libération de ces composés bioactifs de la matrice alimentaire, de leur stabilité vis-à-vis de plusieurs facteurs biochimiques et de leur absorption intestinale ultérieure (Manach *et al.*, 2005).

C'est dans cette optique que le deuxième axe du volet 4 a été conçu, il consiste à étudier la digestion simulée (des extraits de raisins frais et séchés et de la confiture de raisins) comprenant les phases orale, gastrique et intestinale (fractions dialysable et non dialysable). La méthode appliquée est une simulation des conditions physiologiques *in vivo*, en tenant compte de la présence d'enzymes digestives et de leurs concentrations, du pH, du temps de digestion et de la concentration en sel, etc.

Les objectifs de ce volet sont d'étudier :

- L'effet du séchage traditionnel et du procédé "confiture traditionnelle" sur la capacité antioxydante totale des polyphénols des raisins des deux variétés (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*);

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion *in vitro* des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

- L'étude de la stabilité digestive des polyphénols et de leur activité antioxydante dans les raisins frais des deux variétés et leurs dérivés (raisins séchés au soleil et confiture traditionnelle) à l'aide d'un modèle gastro-intestinal *in vitro*.

Les expérimentations de cette partie ont été réalisées au niveau de laboratoire de génie alimentaire, Université technique d'Istanbul, Faculté de génie chimique et métallurgique, Maslak, Istanbul, Turquie.

## **1. Matériel et Méthodes**

### **1.1. Echantillonnage et prélèvements**

Deux variétés locales de raisins rouges et blancs (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*, respectivement) ont été utilisées. Il s'agit des mêmes variétés que celles du volet 3. L'échantillonnage a concerné les extraits bruts lyophilisés et conservés à - 80 °C des raisins frais (Raisins Rouges Frais: RRF et Raisins Blancs Frais: RBF), des raisins séchés (Raisins Rouges Séchés: RRS et Raisins Blancs Séchés: RBS) et des confitures de raisins traditionnelles (Confiture de Raisins Rouges: CRR et Confiture de Raisins Blancs: CRB).

Les mêmes échantillons (RRF, RBF, RRS, RBS, CRR et CRB) ont fait l'objet des analyses spectrophotométriques pour l'évaluation de la capacité antioxydante totale et l'étude de la digestion gastro-intestinale *in vitro*.

### **1.2. Méthodes**

#### **1.2.1. Evaluation de la capacité antioxydante totale**

La capacité antioxydante totale (CAT) ou Trolox Equivalent Antioxydant Capacity (TEAC) des extraits des différents échantillons a été évaluée par quatre différentes méthodes *in vitro* à savoir le test ABTS (2,2-Azinobis-3-ethyl BenzoThiazoline-6-Sulphonic acid diammonium), le test DPPH (1,1-Diphenyl-2-PicrylHydrazyl), le test CUPRAC (Cupric Reducing Antioxidant Capacity) et le test FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) comme décrits par Miller *et al.* (1997); Kumaran et Karunakaran (2006); Apak *et al.* (2004) et Benzie et Strain (1996), respectivement.

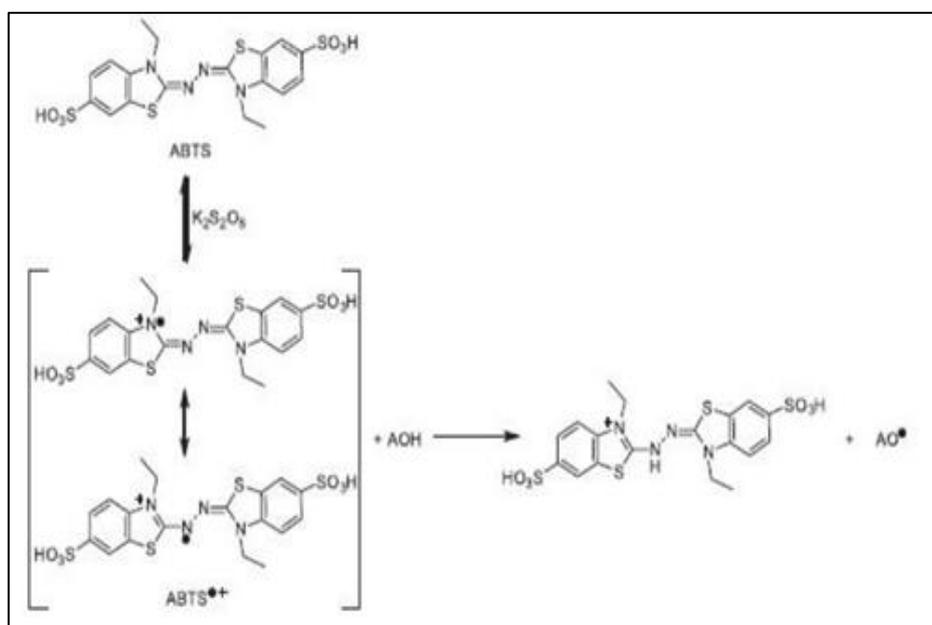
##### **1.2.1.1. Test ABTS**

Le test ABTS a été réalisé selon le protocole de Miller et Rice-Evans (1997). La solution ABTS et la solution de persulfate de potassium ont été mélangées et maintenues à température ambiante dans l'obscurité pendant une nuit. La solution ABTS<sup>+</sup> a été diluée dans du tampon

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

phosphate de potassium (50mM ; pH=8,0) jusqu'à ce qu'elle atteigne une absorbance de  $0,90 \pm 0,05$  à 734nm pour préparer la solution de dosage ABTS<sup>+</sup>. Ensuite, 100µl d'échantillon ont été mélangés avec 1ml de cette solution et l'absorbance a été mesurée à 734nm, exactement une minute après le mélange initial.

Le principe de la méthode ABTS est que les antioxydants réagissent avec le radical ABTS entraînant sa décoloration en phase aqueuse. C'est la perte de couleur qui est mesurée à 734nm après une minute de réaction avec l'extrait. Les étapes de la réaction du test ABTS sont schématisées dans la figure 35. Le trolox a été utilisé comme antioxydant standard et les résultats ont été exprimés en mg équivalent trolox par 100g du poids sec (mg Eq.T/100 ps) en se référant à la courbe d'étalonnage (Annexe III).

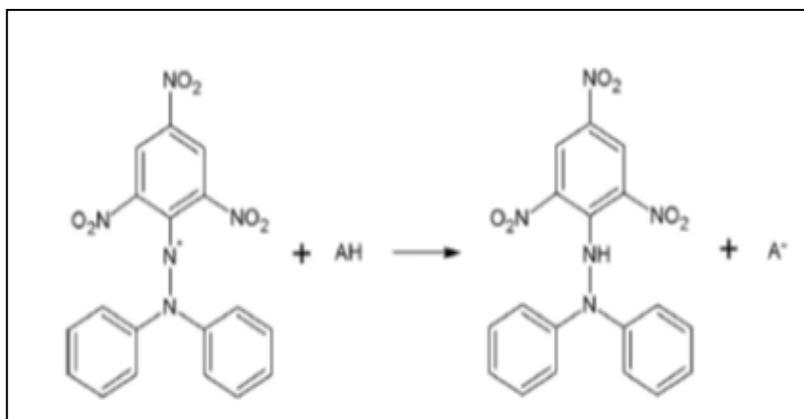


**Figure 35.** Réaction du test ABTS (Re *et al.*, 1999)

### 1.2.1.2. Test DPPH

Le test DPPH a été réalisé suivant le protocole décrit par Kumaran et Karunakaran (2006). 100µl de chaque extrait d'échantillon ont été mélangés avec 2ml du DPPH (0,1mM) dans du méthanol pure. Après 30 minutes d'incubation à température ambiante, l'absorbance du mélange a été mesurée à 517nm. Le principe de la méthode DPPH est que les antioxydants réagissent avec le radical DPPH stable et le transforment en 1,1-diphényl-2-picrylhydrazine. La capacité à piéger le radical DPPH stable a été estimée par la diminution de l'absorbance. L'absorbance est ensuite mesurée à 517nm après 30 minutes de réaction avec l'extrait. La

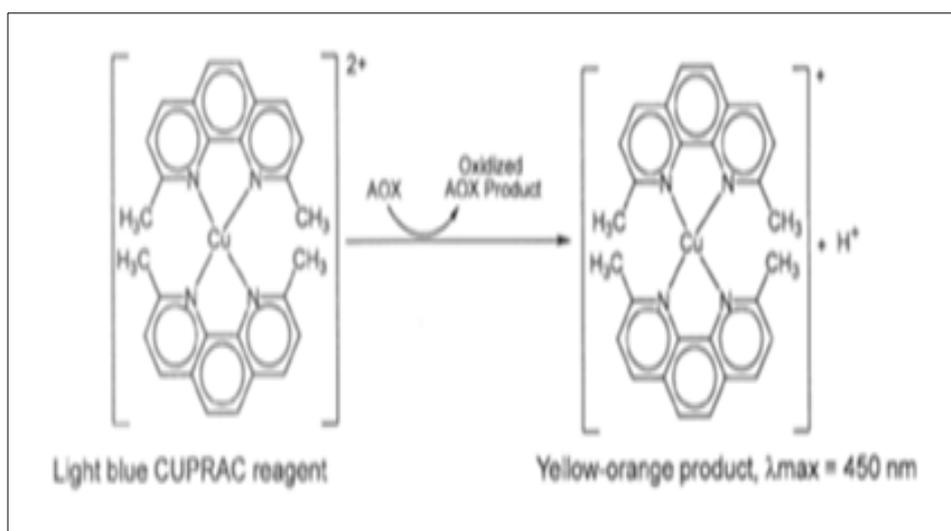
figure 36 montre le mécanisme d'action du DPPH. De même, le trolox a été utilisé comme antioxydant standard et les résultats ont été exprimés en mg équivalent trolox par 100g du poids sec (mg Eq.T/100 ps) en se référant à la courbe d'étalonnage (Annexe III).



**Figure 36.** Mécanisme d'action du DPPH (Amrun Hidayat *et al.*, 2017)

### 1.2.1.3. Test CUPRAC

Le test CUPRAC développé par Apak *et al.* (2004) a été utilisé. 100µl d'extrait ont été mélangés avec 1ml de chlorure de cuivre (II) (10 mM), de néocuproïne (7,5mM) et d'acétate d'ammonium (1M; pH=7). Immédiatement, 1ml d'eau distillée a été ajouté au mélange de manière à porter le volume final à 4,1ml. Après 30 minutes d'incubation à température ambiante, l'absorbance a été mesurée à 450nm. Le principe de cette méthode repose sur la capacité des composés phénoliques à réduire les ions de cuivre ( $\text{Cu}^{2+}$ ). La figure 37 illustre le principe de la méthode de CUPRAC. Le trolox a été utilisé comme antioxydant standard et les résultats ont été exprimés en mg équivalent trolox par 100g du poids sec (mg Eq.T/100 ps) en se référant à la courbe d'étalonnage (Annexe III).

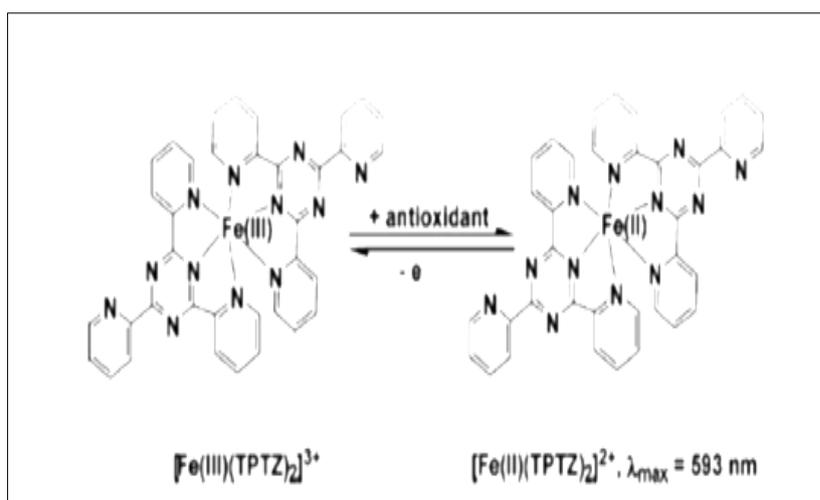


**Figure 37.** Principe de la méthode CUPRAC (Özyürek *et al.*, 2011)

#### 1.2.1.4. Test FRAP

Le test FRAP a été réalisé selon le protocole de Benzie et Strain (1996). Pour effectuer le dosage, un aliquote de 900 $\mu$ L de réactif FRAP fraîchement préparé (un mélange de tampon acétate (pH 3,6), de la solution 2,4,6-tripyridyl-s-trizine (TPTZ) (10mM) et de chlorure ferrique (20mM) dans des proportions de 10:1:1 (v/v/v), respectivement a été associé à 100 $\mu$ l de chaque extrait.

L'absorbance du mélange réactionnel a été ensuite enregistrée à 593nm après 4 minutes. En principe, l'activité antioxydante des extraits des différents échantillons est déterminée par leur capacité à réduire les ions ferriques ( $\text{Fe}^{3+}$ ) en ions ferreux ( $\text{Fe}^{2+}$ ). Lorsque le fer est complexé avec le TPTZ dans une solution d'acétate de sodium à un pH acide, sa réduction entraîne un changement de couleur de la solution, passant de la rouille pâle au bleu. L'absorbance lue à 593nm reflète le degré de réduction. La figure 38 résume la réaction d'un antioxydant avec le sel ferrique Fe (III)-TPTZ. De même, le trolox a été utilisé comme antioxydant standard et les résultats ont été exprimés en mg équivalent trolox par 100g du poids sec (mg Eq.T/100 ps) en se référant à la courbe d'étalonnage (Annexe III).



**Figure 38.** Réaction d'un antioxydant avec le sel ferrique-TPTZ : 2,4,6 tripyridyls-triazine (Shalaby et Shanab, 2013)

### 1.2.2. Effet du séchage traditionnel sur la capacité antioxydante totale des composés phénoliques de raisins

Les variations de la capacité antioxydante totale (CAT), après séchage traditionnel des raisins, ont été estimées en pourcentage suivant la formule:

$$\% \text{VCAT} = [(\text{CAT}_{\text{RS}} - \text{CAT}_{\text{RF}}) / \text{CAT}_{\text{RF}}] * 100$$

Où :

%VCAT: Pourcentage de variation de la capacité antioxydante totale après séchage des raisins (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

$\text{CAT}_{\text{RS}}$  : Capacité antioxydante des raisins séchés (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

$\text{CAT}_{\text{RF}}$ : Capacité antioxydante des raisins frais (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*).

### 1.2.3. Effet de la préparation traditionnelle de la confiture sur la capacité antioxydante totale des composés phénoliques des raisins

Les variations de la capacité antioxydante totale (CAT) après la préparation traditionnelle des confitures, à base de raisins *Var. Cardinal* et *Var. Sabel* séparément, ont été estimées en pourcentage suivant la formule:

$$\%VCAT_C = [(CAT_C - CAT_{RF}) / CAT_{RF}] * 100$$

Où :

%VCAT<sub>C</sub>: Pourcentage de variation de la capacité antioxydante totale après cuisson domestique (préparation traditionnelle de confiture) de raisins (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

CAT<sub>C</sub> : Capacité antioxydante totale de confiture de raisins (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*);

CAT<sub>RF</sub> : Capacité antioxydante totale des raisins frais (*Var. Cardinal* ou *Var. Sabel*).

#### **1.2.4. Digestion gastro-intestinale *in vitro***

La digestion gastro-intestinale *in vitro* a été réalisée selon le modèle de Minekus *et al.* (2014), avec de légères modifications. Trois étapes de digestion ont été prises en considération, à savoir: la fraction de la phase orale libérée de chaque matrice dans la bouche, la fraction de la phase gastrique ou stomacale libérée dans l'estomac et la fraction de la phase intestinale libérée dans l'intestin. La fraction de la phase intestinale a été séparée en deux fractions, une représentant le matériel qui a pénétré dans le sérum (membrane de dialyse remplie de 4% de NaHCO<sub>3</sub>); appelée fraction dialysable (IN fraction) et l'autre représentant le matériel qui est resté dans le tractus gastro-intestinal (GI) appelée fraction non dialysable (OUT fraction).

Dans le protocole, 1g de chaque échantillon (lyophilisat) a été pesé dans des tubes de centrifugation et mélangé avec 3,5ml de la solution salivaire simulée (SSF), puis une solution d'amylase salivaire humaine (1500 U/ml, Sigma-Aldrich A1031) a été ajoutée à chaque échantillon. Le pH du mélange a été ensuite ajusté à 7 et incubé à 37°C dans un bain-marie agitateur à 100 rpm pendant 2 minutes.

Pour la phase orale, des aliquotes de 2ml ont été recueillies pour chaque échantillon. Puis 7,5ml de la solution gastrique simulé (SGF) a été ajouté au liquide de la phase orale. Ensuite, une solution de pepsine porcine (25 000U/ml, Sigma-Aldrich P7012) a été ajoutée. Le mélange est ajusté à pH 3 et incubé à 37°C dans un bain-marie agitateur à 100rpm pendant 2 heures.

Pour la phase gastrique, des aliquotes de 2ml ont été recueillies pour chaque échantillon. Puis, 20ml du mélange post-gastrique ont été mélangés avec 11ml de la solution intestinale simulée (SIF), une solution de pancréatine (800U/ml, Sigma-Aldrich P7545) et une solution de bile (160mM), respectivement. Par la suite, le pH a été ajusté à 7 et les échantillons ont été

***Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante***

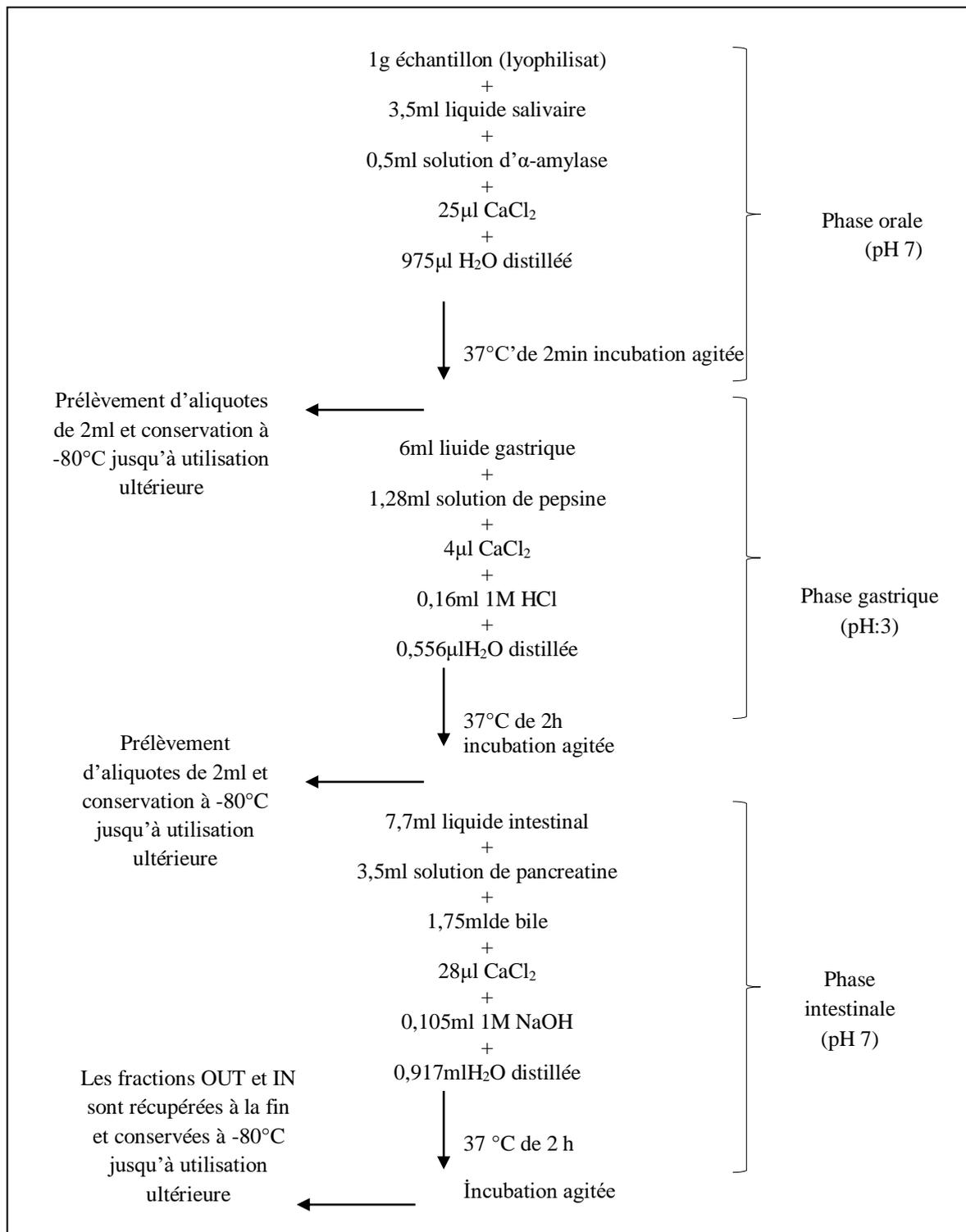
---

incubés à 37°C dans un bain-marie agitateur à 100rpm pendant 2 heures. Après la phase intestinale, des échantillons ont été collectés pour être conservés à -80C. Une centrifugation à 18000 tr/min a été indispensable avant les analyses spectrophotométriques qui ont concerné:

- Le dosage de polyphénols et flavonoïdes totaux (PT et FT) pour chaque étape : fraction orale, fraction gastrique et fractions intestinales (IN et OUT) suivant les mêmes protocoles détaillés dans le volet 3.
- L'évaluation de la capacité antioxydante totale en utilisant les mêmes tests (ABTS, DPPH, CUPRAC et FRAP) comme décrits précédemment.

Le diagramme récapitulatif du protocole de la digestion simulée *in vitro* est présenté dans la figure 39.

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion *in vitro* des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**



**Figure 39.** Schéma récapitulatif des étapes clé du protocole de la digestion gastro-intestinale *in vitro*

### **1.2.5. Analyse statistique**

Toutes les analyses ont été effectuées en triplicata, et les valeurs ont été données en moyennes plus ou moins écart type (Excel 2010).

Les valeurs moyennes du coefficient de bioaccessibilité (CB%) ont été calculées en divisant les valeurs moyennes obtenues pour la fraction (IN) par les valeurs initiales moyennes (avant digestion).

Le logiciel (XL-STAT 2009, 1.01, AddinsoftInc Long Island, USA) a été utilisé pour l'analyse de la variance (ANOVA). Le test de plage multiple de Tukey à ( $P \leq 0,05$ ) a été appliqué pour les tests post hoc.

Le coefficient de corrélation Pearson (r) a été utilisé pour déterminer les relations entre les polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et la capacité antioxydante.

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

## 2. Résultats et Discussions

### 2.1. Capacité antioxydante totale des extraits de raisins et leurs dérivés (raisins séchés et confitures de raisins)

Nous rappelons que l'activité antioxydante totale (CAT) des échantillons de raisins a été réalisée par quatre tests (ABTS, DDPH, CUPRAC et FRAP). Théoriquement, vu les différences en termes de principe et de conditions réactionnelles, la combinaison d'au moins deux ou tous les tests est recommandée afin de fournir un profil antioxydant intégral de la denrée alimentaire étudiée (Pérez-Jiméneza *et al.*, 2008).

Les valeurs moyennes de l'activité antioxydante totale évaluée par les tests précités des deux variétés de raisins frais (*Cardinal* et *Sabel*) ainsi que de leurs produits dérivés sont conciliées dans le tableau 15.

**Tableau 15.** Capacité antioxydante totale des extraits de raisins frais, raisins séchés et confitures de raisins (mg Eq.T/100g ps)

Variétés	Echantillons	Test DPPH	Test CUPRAC	Test ABTS	Test FRAP
<i>Var. Cardinal</i> (Raisins Rouges)	<b>RRF</b>	2743,7 ± 130,5 <sup>a</sup>	3372,6 ± 110,7 <sup>a</sup>	1600 ± 24,1 <sup>a</sup>	1033,7 ± 35,5 <sup>a</sup>
	<b>RRS</b>	1014,5 ± 42,1 <sup>d</sup>	1162,8 ± 49,4 <sup>d</sup>	989,2 ± 79,5 <sup>c</sup>	644,3 ± 42,6 <sup>d</sup>
	<b>CRR</b>	817,6 ± 56,2 <sup>c</sup>	933,7 ± 75,7 <sup>c</sup>	877,4 ± 57,1 <sup>d</sup>	599,6 ± 44,3 <sup>d</sup>
	<b>MCR</b>	1285,1 ± 97,5 <sup>c</sup>	1548,2 ± 87,9 <sup>c</sup>	1197,2 ± 72,4 <sup>b</sup>	925 ± 64,4 <sup>b</sup>
<i>Var. Sabel</i> (Raisins Blancs)	<b>RBF</b>	2295,8 ± 111,5 <sup>b</sup>	2885,4 ± 188,9 <sup>b</sup>	1568,5 ± 37,1 <sup>a</sup>	907,4 ± 31,5 <sup>b</sup>
	<b>RBS</b>	1037,3 ± 29,1 <sup>d</sup>	1109,7 ± 95,8 <sup>d</sup>	865,7 ± 62,4 <sup>d</sup>	487,2 ± 35,4 <sup>e</sup>
	<b>CRB</b>	534,7 ± 20,6 <sup>f</sup>	830,5 ± 37,7 <sup>e</sup>	581,5 ± 65 <sup>e</sup>	412,1 ± 18 <sup>f</sup>
	<b>MCB</b>	1389,9 ± 96,7 <sup>c</sup>	1552,5 ± 96,6 <sup>c</sup>	1058,8 ± 87,2 <sup>c</sup>	780,3 ± 65,9 <sup>c</sup>

**RRF:** Raisins Rouges Frais; **RRS:** Raisins Rouges Séchés; **CRR:** Confiture Raisins Rouges; **MCR:** Marcs de Confiture de Raisins Rouges; **RBF:** Raisins Blancs Frais; **RBS:** Raisins Blancs Séchés; **CRB:** Confiture Raisins Blancs; **MCB:** Marcs de Confiture de Raisins Blancs  
Les différentes lettres en colonne représentent des différences statistiquement significatives ( $p < 0,05$ ) pour chaque test, individuellement.

#### 2.1.1 Raisins frais

A la lecture du tableau 15, les différents tests utilisés pour l'évaluation de l'activité antioxydante n'ont pas généré des résultats similaires. Les raisins *Var. Cardinal* et *Var. Sabel* ont révélé une capacité antioxydante totale considérable variant de 1033,7 à 3372,6 mg Eq.T/100g ps pour les raisins rouges (*Var. Cardinal*) et de 907,4 à 2885,4 mg Eq.T/100g ps pour les raisins blancs (*Var. Sabel*). Il semble que les valeurs moyennes de la CAT diffèrent d'un test à l'autre. Ce constat est dû probablement au mécanisme réactionnel de chaque réactif et à sa spécificité vis-à-vis du groupement réactionnel du polyphénol en question.

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

Il à remarquer aussi que le test CUPRAC a révélé la meilleur CAT par rapport aux trois tests réalisés pour les deux variétés. L'ordre de leur classement vis-à-vis du potentiel antioxydant le plus puissant révélé est le suivant: CUPRAC > DPPH > ABTS > FRAP. L'activité antioxydante des composés phénoliques peut être à la fois dose-dépendante et structure-dépendante ou seulement structure-dépendante.

Dans la présente étude, des corrélations négatives hautement significatives ont été enregistrées entre la teneur en composés phénoliques (PT, FT) et le test CUPRAC pour les raisins frais *Var. Cardinal* ( $r = -0,767$  et  $-0,676$ ) respectivement. Pour expliquer ce constat, nous suggérons que l'activité antioxydante est structure-dépendante et non dose dépendante.

En parallèle, le même constat a été soulevé pour les raisins frais *Var. Sabel*, où une corrélation négative hautement significative et été aussi enregistrée entre la teneur en PT et ce test (CUPRAC) ( $r = -0,902$ ). Donc, il est suggéré que l'activité antioxydante de ces composés est toujours structure-dépendante. Par contre, l'activité antioxydante des FT pourrait être à la fois dose-dépendante et structure-dépendante ( $r = 0,749$ ).

Concernant le test DPPH, des corrélations positives hautement significatives ont été enregistrées entre la teneur en composés phénoliques (PT, FT) et ce test, pour les raisins frais *Var. Cardinal* ( $r = 0,967$  et  $0,992$ ) respectivement. Par conséquent, l'activité antioxydante de ces composés est à la fois dose-dépendante et structure-dépendante. De fortes corrélations ont été enregistrées entre les anthocyanes monomères et tous les tests réalisés, excepté le test FRAP, pour les raisins séchés frais de la variété *Cardinal*.

Quant à la variété *Sabel*, une corrélation négative significative ( $r = -0,653$ ) a été enregistrée entre la teneur en PT et ce test (DPPH), donc l'activité antioxydante de ces composés est structure-dépendante. En parallèle, une corrélation positive hautement significative ( $r = 0,836$ ) a été notée entre la teneur en FT et ce test, donc ces derniers ont une activité antioxydante à la fois dose-dépendante et structure- dépendante.

Dans le même axe de recherche, les résultats de l'étude de Capanoglu *et al.* (2013) sur la variété de raisins rouges *Nevsehir Patlaka*, en utilisant les mêmes tests que ceux de notre étude, ont montré que les valeurs de la TAC varient de 320,62 à 1992, 31mg Eq.T/100g ps. L'ordre de classement des valeurs de la TAC enregistré a été CUPRAC > DPPH > ABTS >

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

FRAP. Ces résultats sont similaires aux nôtres, avec des valeurs de la CAT plus hautes pour le test CUPRAC (1992, 31mg Eq.T/100g ps) suivi du test DPPH (1729,50mg Eq.T/100g ps).

A l'égard des différences des valeurs de la CAT d'un test à l'autre, nos résultats sont aussi similaires à ceux rapportés par Samoticha *et al.* (2017) pour la variété de raisins blancs *Var. Jutrzenka* dont l'activité antioxydante a été de 1103,78 et 2227,58mg Eq.T/100g ps, pour les tests ABTS et FRAP, respectivement; et pour la variété de raisins rouges *Bolero* de 3003,48 et 1902,20mg Eq.T/100g ps pour les tests ABTS et FRAP, respectivement. Par contre, par rapport à l'ordre de classement des valeurs de la CAT, leurs valeurs ont été fluctuantes et donc non concluantes d'une variété à l'autre.

Il semble que la variété *Cardinal* a présenté pour les trois tests (DPPH, CUPRAC et FRAP) la plus grande CAT ( $p < 0,05$ ) comparativement à la variété *Sabel*. A l'exception du test ABTS, où aucune différence significative ( $p > 0,05$ ) n'a été décelée entre les deux variétés. Selon Samoticha *et al.* (2017), ces différences sont d'ordre variétal et donc génétique, où la plupart des variétés rouges ont montré une activité antioxydante plus élevée que les variétés blanches.

Toutefois, Kurt-Celebi *et al.* (2020) ont rapporté que la capacité antioxydante des composés phénoliques de raisins noirs *Var. Isabel (Vitis vinifera L. x Vitis labrusca L.)* a été significativement affectée par le développement et la maturation des baies. En effet, selon Doshi *et al.* (2015) et Gonzalez-Centeno *et al.* (2015), le potentiel antioxydant ne dépend pas seulement de la teneur en composés bioactifs, mais il dépend également de la classe et la structure chimique.

Dans la même optique, Xu *et al.* (2011) ont évoqué l'importance de la variation des composés phénoliques et donc de la CAT par rapport aux différentes fractions du raisin et à la saison. Ils ont rapporté que la variation des valeurs de la CAT est étroitement corrélée à la variation des composés phénoliques totaux dans les baies de raisins (pépins et pellicules particulièrement). De même, elle fluctue d'une saison à l'autre. Dans le même contexte, Doshi *et al.* (2015) ont confirmé que l'activité antioxydante de raisins a été plus élevée dans les pépins que dans d'autres fractions du fruit. Cela est dû à la teneur élevée en flavan-3-ols et proanthocyanidines présents dans les pépins et pouvant exercer un effet synergique avec d'autres composés comme la Vitamine E. Ce constat nous laisse suggérer que pour les deux variétés de raisins analysées (*Cardinal* et *Sabel*), la présence de divers flavan-3-ols et des proanthocyanidines pourraient être attributaires de leurs puissantes propriétés antioxydantes.

### **2.1.2. Raisins séchés**

Pour les raisins séchés *Var. Cardinal*, les tests DPPH et CUPRAC ont enregistré les valeurs de la CAT les plus élevées ( $2743,7 \pm 130,5$  et  $3372,6 \pm 110,7$  mg Eq.T/100g ps, respectivement) par rapport aux tests ABTS et FRAP ( $644,3 \pm 42,6$  et  $989,2 \pm 79,57$  mg Eq.T/100g ps respectivement) (Tableau 15).

Cependant, malgré la prédominance du test DPPH, des faibles corrélations négatives ont été enregistrées entre la teneur en composés phénoliques (PT, FT) et ce test (DPPH) ( $r = -0,215$ ). Cela peut être expliqué par un effet de synergie entre des composés phénoliques existants en faible teneurs. Par contre des corrélations positives moyennes ont été enregistrées entre la teneur en ces mêmes composés phénoliques (PT, FT) et le test CUPRAC pour les raisins frais *Var. Cardinal*. ( $r = 0,569$ ). Pour expliquer ce constat, nous suggérons que l'activité antioxydante révélée par ce test (CUPRAC) est à la fois dose-dépendante et structure-dépendante. Ce constat est cohérent avec celui de De Quirós Rodriguez *et al.* (2009) qui stipule que l'effet antioxydant n'est pas seulement dose-dépendant mais également structure-dépendant. Par ailleurs, des corrélations négatives hautement significatives ont été enregistrées entre la teneur en composés phénoliques (PT, FT) et le test FRAP ( $r = -0,996$ ). Cependant, cette activité n'a pas été révélée par dosage (Tableau 15). Cela peut s'expliquer probablement par le fait que, malgré la teneur élevée en ces composés phénoliques, ces derniers ne possèdent pas d'activité antioxydante importante. Cependant de fortes corrélations ont été enregistrées entre les anthocyanes monomères et tous les tests réalisés pour les raisins séchés de la variété *Cardinal*.

Des résultats similaires ont été soulevés pour les raisins séchés *Var. Sabel* qui a présenté les valeurs de la TAC les plus élevées ( $1037,3 \pm 29,1$  et  $1109,7 \pm 95,8$  mg Eq.T/100g ps, respectivement pour les tests DPPH et CUPRAC, tandis que les valeurs de la TAC évaluée par les tests FRAP et ABTS ont été équivalentes à  $487,2 \pm 35,4$  et  $865,7 \pm 62,4$  mgEq.T/100g ps, respectivement (Tableau 15).

Des corrélations positives hautement significatives ont été enregistrées entre la teneur en composés phénoliques (PT, FT) et les tests DPPH et CUPRAC pour les raisins séchés *Var. Sabel* ( $r = 0,956$ ;  $0,975$ ;  $0,711$  et  $0,655$ ), respectivement. Pour expliquer ce constat, nous suggérons que l'activité antioxydante est à la fois dose dépendante et structure-dépendante.

#### **Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion *in vitro* des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

Nos résultats ne concordent pas avec ceux de Bennett *et al.* (2011) et Kim *et al.* (2019) qui ont enregistré des corrélations positives qu'entre la teneur en polyphénols totaux et le test FRAP ( $r = 0,81$ ) pour les raisins secs.

Dans la littérature, les raisins secs ont été souvent cités comme source intéressante d'antioxydants naturels. En l'occurrence, Williamson et Carughi (2010), Bennett *et al.* (2011) et Jeszka-Skowron *et al.* (2017) ont mentionné que parmi les fruits secs, les raisins secs ont révélé une activité antioxydante considérable dans plusieurs expériences *in vitro*. Sur le même axe de recherche, Kamiloglu *et al.* (2014b), en utilisant les mêmes tests (ABTS, CUPRAC, DPPH et FRAP) pour déterminer la CAT des abricots secs, figues sèches et raisins secs Turques, ont enregistré une importance des valeurs de la CAT dans l'ordre suivant: raisins secs > abricots secs > figues sèches.

Récemment, Ouchemoukh *et al.* (2019) ont montré, en comparant la CAT de quelques fruits secs consommés en Algériens, que l'extrait polyphénolique des raisins secs avait la meilleure activité radicalaire (DPPH) par rapport à d'autres fruits secs dont les figues sèches.

A titre comparatif, les différences entre les valeurs de la CAT des raisins séchés des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*) n'ont pas été significatives ( $p > 0,05$ ), à l'exception des tests ABTS et FRAP. Les valeurs moyennes de la CAT évaluées par ces derniers ont été élevées pour les raisins séchés *Var. Cardinal* par rapport aux raisins séchés *Var. Sabel*. Ces différences peuvent être liées à l'effet variétal, la teneur initiale en composés antioxydants, et aussi à d'autres facteurs ayant un impact sur le comportement et le changement du profil phénolique après séchage solaire.

##### **2.1.3. Confiture traditionnelle de raisins**

Les valeurs de la CAT varient de  $599,6 \pm 44,3$  à  $933,7 \pm 75,7$  mg Eq.T/100g ps pour la confiture à base de raisins *var. Cardinal* et de  $412,1 \pm 18$  à  $534,7 \pm 20,6$  mg Eq.T/100g ps, pour la confiture à base de raisins *var. Sabel* (Tableau 15).

Les valeurs moyennes de la CAT ont été variables d'un test à l'autre et similairement pour les confitures des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*). En fonction des valeurs de la CAT révélée, l'ordre d'importance est le suivant: CUPRAC > ABTS > DPPH > FRAP (Tableau 15).

Des corrélations positives hautement significatives ont été enregistrées entre la teneur en composés phénoliques (PT, FT) et le test DPPH pour la confiture à base de raisins *Var. Sabel*

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

( $r = 0,934$  et  $0,941$ ). Dans ce cas, il est suggéré que l'activité antioxydante est à la fois structure-dépendante et dose dépendante. En parallèle, le constat soulevé a été différent pour la confiture à base de raisins *Var. Cardinal*, où une corrélation négative hautement significative a été aussi enregistrée entre la teneur en PT et ce le test (CUPRAC) ( $r = 0,803$ ) donc l'activité antioxydante de ces composés est toujours dose-dépendante et structure-dépendante. Par contre, l'activité antioxydante des FT a été seulement structure-dépendante. De fortes corrélations positives ont été enregistrées entre les anthocyanes monomères et tous les tests réalisés pour la confiture à base de la variété *Cardinal*.

Il est à remarquer qu'à l'exception du test CUPRAC, les différences entre les valeurs de la CAT des deux confitures de raisins traditionnelles ont été significatives ( $p < 0,05$ ) pour la plupart des tests (DPPH, ABTS et FRAP), avec des teneurs plus élevées pour la confiture à base de raisins rouges (*Var. Cardinal*). En plus de la différence de principes des différents tests, ceci pourrait être dû probablement à la composition et la structure des antioxydants de la confiture.

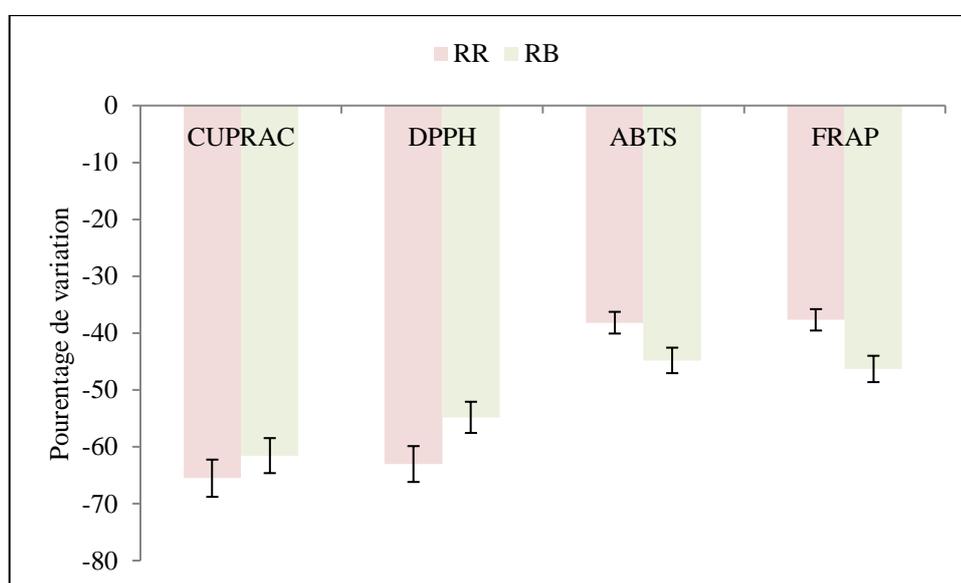
Il est à signaler aussi que les marcs des confitures de raisins des deux variétés (MCR et MCB) ont présenté des valeurs de la CAT considérables, et même supérieures à leurs confitures (Tableau 15). Le marc (MCR) a présenté des valeurs remarquables de la CAT variant de  $925 \pm 64,4$  à  $1548,2 \pm 87,9$  mg Eq.T/100g ps vs des valeurs de  $599,6 \pm 44,3$  à  $933,7 \pm 75,7$  mg Eq.T/100g ps pour sa confiture (CRR). De même le marc (MCB) a présenté à son tour des valeurs de la CAT notables variant de  $780,3 \pm 65,9$  à  $1552,5 \pm 96,6$  mg Eq.T/100g ps. Les différences ont été significatives entre les valeurs de la CAT des marcs uniquement pour les tests FRAP et ABTS. Toutefois, les différences entre les valeurs de la CAT des deux confitures et celles de leurs marcs ont été hautement significatives pour tous les tests. Il semble qu'une grande capacité antioxydante a été retenue dans les pellicules et les pépins séparés à la fin du procédé confiture.

En revanche, Rababah et Brewer (2015), ont montré l'existence d'un pourcentage d'inhibition (DPPH) équivalent à 28%. Par comparaison à d'autres confitures, Kamiloglu *et al.* (2015) ont cité des valeurs plus élevées de la CAT pour la confiture de la carotte noire (riche en anthocyanes); elles ont été de l'ordre de  $1670 \pm 138$  mg Eq.T/100g ps (test ABTS) et de  $1544 \pm 32$  mg Eq.T/100g ps (test CUPRAC).

Enfin, il est à signaler que la comparaison des résultats de la présente étude avec la littérature demeure difficile et critique. En effet, en plus de l'effet variétal, des contraintes d'ordre technique peuvent se rencontrer dont la différence des méthodes employées et l'expression des résultats et y compris la nature du standard choisi.

## **2.2. Effet du séchage traditionnel sur la capacité antioxydante totale des composés phénoliques de raisins**

Les résultats illustrant les variations des valeurs de la CAT sont renseignées dans la figure 40.



**Figure 40.** Pourcentage de variations de la CAT des raisins (Var. *Cardinal* ou RR et Var. *Sabel* ou RB) sous l'effet du séchage traditionnel

Le séchage semble avoir exercé un effet négatif sur les valeurs de la CAT des deux variétés de raisins (*Cardinal* et *Sabel*). Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) ont été soulevées entre les valeurs de la CAT des raisins frais et celles des raisins séchés pour les quatre tests (DPPH, CUPRAC, ABTS et FRAP) (Tableau 15).

Des réductions variant de 37 à 65% et de 44 à 61% ont été enregistrées pour les raisins séchés des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*), respectivement. Les grands pourcentages de variation ont été enregistrés pour les tests CUPRAC (61 à 65%) et DPPH (54 à 63%), pour les raisins séchés des deux variétés (*Sabel* et *Cardinal*), respectivement.

#### **Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

Nos résultats ont été similaires avec ceux de Çoklar et Akbulut (2017), ayant étudié l'effet du séchage solaire sur les raisins noirs *Var. Ekşikara*. Ces auteurs ont enregistré des réductions des valeurs de la CAT estimées à 50%, 54%, et 58% pour les tests DPPH, ABTS et FRAP, respectivement. En modifiant le mode du séchage (séchage à l'étuve à 60°C pendant 17 heures) pour la même variété de raisins, les mêmes auteurs ont rapporté des réductions plus faibles des valeurs de la CAT, d'environ 13%, 26% et 37% pour les tests FRAP, DPPH et ABTS, respectivement.

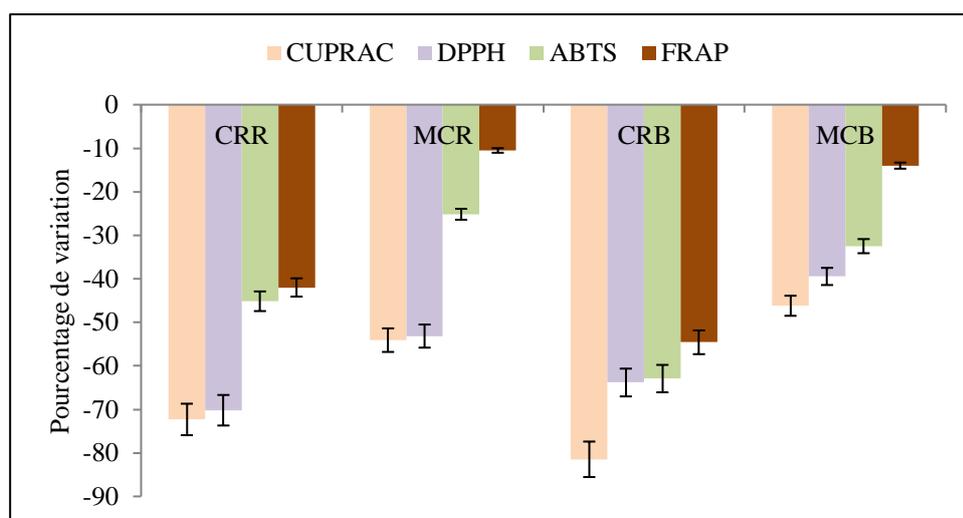
Comparativement à d'autres fruits (pomme, papaye et mangue), les études de Chong *et al.* (2013) et d'Annegowda *et al.* (2014) sur l'impact de différentes techniques du séchage sur leur activité antioxydante concordent avec nos résultats.

D'après Nicoli *et al.* (1999), la réduction des valeurs de la CAT pourraient être expliquées par la dégradation biochimique ou la réduction de la teneur des composés phénoliques sous l'effet du séchage solaire et ses conditions (durée d'exposition, température, etc) et/ou la dégradation enzymatique. Chong *et al.* (2013) explique cette réduction par l'effet du séchage solaire sur la rétention de l'activité antioxydante, qui est étroitement dépendante du groupe des composés polyphénoliques. Çoklar et Akbulut (2017) ajoutent que la variation des valeurs de la CAT pourrait être également due à la qualité des composés phénoliques générés après séchage. Ils confirment l'hypothèse de l'existence d'une corrélation étroite entre le profil en composés phénoliques et la CAT des raisins.

Il est à noter que certains résultats contredisant ceux de la présente étude, où le séchage peut impacter positivement l'activité antioxydante. Selon Panceri *et al.* (2013), une déshydratation lente associée à une humidité relative de 35% a conduit à l'augmentation de l'activité antioxydante des raisins *Var. Cabernet Sauvignon* et *Var. Merlot*. Ces auteurs ont lié cette augmentation à celle de la concentration en certains composés phénoliques individuels.

### **2.3. Effet de la préparation traditionnelle de confiture sur la capacité antioxydante totale des composés phénoliques de raisins**

Les résultats de l'effet de la préparation traditionnelle de confiture des raisins à base des variétés *Cardinal* et *Sabel* séparément sont illustrés dans la figure 33.



**Figure 41.** Pourcentage de variation de la CAT des raisins sous l'effet du procédé "Confiture traditionnelle"

Le procédé "confiture traditionnelle" semble impacter négativement les valeurs de la CAT des deux variétés de raisins. Des réductions remarquables en termes de la CAT ont été constatées pour chaque test. Elles varient de 41 à 72% et de 54 à 81% pour les CRR et CRB, respectivement (Figure 41).

Ces résultats concordent avec ceux de Rababah et Brewer (2015), qui ont étudié la CAT des confitures des raisins frais et des raisins secs exprimées en pourcentage d'inhibition. Ces auteurs ont enregistré des diminutions significatives des valeurs de la CAT dans les deux confitures. Les pourcentages d'inhibition (DPPH) des confitures à base de raisins frais ont été de 28,1% vs 36,2% pour les raisins frais, et de 19,9% pour la confiture à base des raisins secs vs 26,5% pour les raisins secs.

Antérieurement, Kim et Padilla-zakour (2004) ont rapporté que la cuisson pour la préparation des confitures a affecté négativement les valeurs de l'activité antioxydante des cerises, prunes et framboises, à l'exception de certaines variétés de cerises (*Var. Balaton*) et de prunes (*Var. Methley*) dont la CAT s'est révélée constante dans leurs confitures.

Selon Dekker *et al.* (2000), l'effet négatif du procédé confiture sur les valeurs de la CAT pourrait être dû au mode de traitement thermique appliqué. Il est à signaler que la cuisson des raisins des deux variétés de raisins étudiées a été effectuée à feu doux et a duré quelques heures. En effet, l'exposition lente à la chaleur peut augmenter la volatilisation et la

destruction des composés antioxydants, provoquant ainsi la réduction de leur potentiel antioxydant.

Cependant, des résultats controversés ont été rapportés par Pop *et al.* (2015). Ces auteurs ont enregistré une augmentation du pourcentage d'inhibition (DPPH) (de 12%) dans la confiture à base des raisins *Var. Concord* par rapport aux raisins frais. De même, Dewanto *et al.* (2002) et Kim *et al.* (2006) ont rapporté, antérieurement, une augmentation de l'activité de piégeage des radicaux libres sous l'effet du traitement thermique (100°C) des pépins de raisins torréfiés. Une telle augmentation a été attribuée à la libération de composés phénoliques de la matrice cellulaire fragilisée et à la formation d'autres composés nouveaux, à potentiel antioxydant tels que les produits résultant des réactions de Maillard (Gahler *et al.*, 2003).

Comparativement aux pourcentages de variations de la CAT des confitures (CRR et CRB), les pourcentages de variation de la CAT des marcs (MCR et MCB) ont été moins faibles, variant de 10 à 54% et de 14 à 46%, respectivement. Ceci peut être associé à la composition phénolique de ces marcs (pépins et pellicules). Chamorro *et al.* (2012) ont indiqué que les composés phénoliques des matrices végétales se présentent sous différentes formes liées selon les espèces. Ainsi, l'effet variétal et l'effet du traitement thermique sur les composés antioxydants dépendent des différentes manières de leur libération, au cours des procédés qui ne peuvent pas être les mêmes pour toutes les matrices. Le profil phénolique des marcs (pépins et pellicules), constitué majoritairement des flavonoïdes peut à son tour affecter les caractéristiques antioxydantes.

#### **2.4. Digestion gastro-intestinale *in vitro* des raisins frais et leurs produits dérivés**

Les valeurs du coefficient de bioaccessibilité (CB%) ont été déterminées à la fin de la digestion *in vitro* simulée pour les raisins frais, les raisins séchés et les confitures de raisins (Tableau 16). Nous rappelons que le CB représente le pourcentage des PT et FT libérés de la matrice alimentaire dans le tractus gastro-intestinal ainsi que leur CAT. Leur libération de la matrice alimentaire, leurs permet d'être disponibles pour l'absorption intestinale et actifs biologiquement.

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

**Tableau 16.** Coefficients de bioaccessibilité (CB) des PT, FT et de la CAT des raisins frais et de leurs produits dérivés (raisins séchés et confitures)

Analyses	Initial (AD)	F. orale	F. gastrique	F. intestinale		CB (%)
				IN	OUT	
<b>TP</b>						
<b>RRF</b>	1753±20,7	172,9±6,4	553,7±8,6	228,9±11,3	890,7±33,3	13± 0,8 <sup>b</sup>
<b>RRS</b>	561,8±20	163,1±13,2	477,1±20,8	157,1±9,8	451,4±33,2	27,9± 0,8 <sup>a</sup>
<b>CRR</b>	512,1±21,4	180,9±3,9	472,5±41,1	147±34,5	409,3 ±26,1	28,6± 6,4 <sup>a</sup>
<b>RBF</b>	1474,9±21	103,8±7,1	277,6±26,6	139,8±11,8	788,3±26,4	9,5± 1,1 <sup>b</sup>
<b>RBS</b>	496,7± 17,8	154,6±12,9	452,4±84,6	124,1±18,8	397,5±8,1	24,9± 3 <sup>a</sup>
<b>CRB</b>	428,8±4,2	197±12,6	341,2±4,2	107,4±11,9	406±30,9	25± 2,5 <sup>a</sup>
<b>TF</b>						
<b>RRF</b>	497,7±15,5	93,4±4,8	336,2±42,7	41,3±4,3	267,4±18,3	8,3± 0,6 <sup>b</sup>
<b>RRS</b>	160,7±1,3	35,3±2,8	98,8±4,4	71,1±3	119,5±16,6	44,2± 1,5 <sup>a</sup>
<b>CRR</b>	192±6,3	64,6±7,8	157,7±5,5	77,1±10,9	106,9±6,3	40,3± 6,8 <sup>a</sup>
<b>RBF</b>	455,3±13,7	50,7±7,4	224,6±8,3	32±0,4	267,4±18,3	7±0,1 <sup>b</sup>
<b>RBS</b>	215,5±35,8	33,7±5,8	98,8±4,4	87,7±8,6	119,5±16,6	41,1±4,8 <sup>a</sup>
<b>CRB</b>	229,7±25,7	61±2,5	112,14±17,5	33,9±2,1	81,5±6,3	14,9±2,4 <sup>b</sup>
<b>Test DPPH</b>						
<b>RRF</b>	2706±37,5	201,1±13,2	642,2±40,6	405,7±40,6	503,7±47,4	15± 1,6 <sup>d</sup>
<b>RRS</b>	1001±5,2	181±6,4	230,7±7,9	344,4±21,2	430,2±39,7	34,4± 2 <sup>c</sup>
<b>CRR</b>	817,7±41,7	215,9±10,4	263,14±27,8	364,2±12,5	403,9±39,9	44,6± 3,6 <sup>b</sup>
<b>RBF</b>	2296±20,7	265,3±20,7	503,7±44,5	357,7±62,3	455,9±27	15,5± 1,9 <sup>d</sup>
<b>RBS</b>	1037,5±24,1	207,2±39,9	222,4±33,9	358±47	430,2±39,7	34,4± 5,3 <sup>c</sup>
<b>CRB</b>	533,8±11,7	107,3±5,4	233,8±9,1	300,9±27,7	403,9±39,9	56,3± 4,8 <sup>a</sup>
<b>Test CUPRAC</b>						
<b>RRF</b>	3359,4±101,8	328±24,4	1379,2±81,7	433,7±35,1	2728,6±94,5	12,9± 1,4 <sup>b</sup>
<b>RRS</b>	1160,5±51,7	212,5±20	529,4±35,9	342,4±44,1	1022±122,7	29,4± 2,5 <sup>a</sup>
<b>CRR</b>	933,4±68,4	319,9±16,9	925,7±76,1	318,7±36,8	1004±75,4	34,2± 4,3 <sup>a</sup>
<b>RBF</b>	2884±14,8	244,8±28,1	985±64,9	396,5±19	908,7±57,4	13,7± 0,6 <sup>b</sup>
<b>RBS</b>	1110,4±34	268,6±33,8	731,5±28,2	367,4±48,9	847,4±53,6	33± 3,3 <sup>a</sup>
<b>CRB</b>	837,5±67	403,3±19,8	805±18,4	239,3±3,1	579±36,6	28,7± 2,7 <sup>a</sup>
<b>Test ABTS</b>						
<b>RRF</b>	1581,2±27,2	242,6±5	899,8±59	126,3±5,8	439,3±61,7	7,9± 0,5 <sup>c</sup>
<b>RRS</b>	980,2±67,6	110,8±6,5	264,4±14,9	101,3±14,5	258±15,3	10,3± 1,3 <sup>bc</sup>
<b>CRR</b>	875,9±67,4	239,5±6,9	681,2±18,9	109,5±11,8	253,4±13	12,5± 1,8 <sup>b</sup>
<b>RBF</b>	1566,5±15,2	238,7±12,3	472,3±59	106,6±16,2	166,3±28,3	6,8± 0,9 <sup>c</sup>
<b>RBS</b>	867,4±23,8	250,6±8,3	383,6±5,2	106,9±8,7	239,8±31,1	12,3± 1,2 <sup>b</sup>
<b>CRB</b>	587,7±19	320,6±10,5	524±21,6	100,3±13,2	213,3±15,9	17±2,3 <sup>a</sup>
<b>Test FRAP</b>						
<b>RRF</b>	944,1±21,9	91,1±7	608,1±32,8	101±3,7	197,5±17,8	10,1 ± 0,5 <sup>b</sup>
<b>RRS</b>	644,2±36	87,8±7,2	572,3±66,9	82,1±4,7	188,1±30,3	12,7 ± 1 <sup>a</sup>
<b>CRR</b>	596,3±15,3	125,7±16	367,5±62,1	78,8±3,7	103,3±13,2	13,2 ± 0,5 <sup>a</sup>
<b>RBF</b>	907,6±14,9	40,2±1,7	348±15,1	76,4±9,7	162,9±6,1	8,4 ± 1,1 <sup>b</sup>
<b>RBS</b>	488,9±24,8	97,3±7,9	235,2±9	61,6±1,7	141,7±5,5	12,6 ± 0,3 <sup>a</sup>
<b>CRB</b>	412,6±8,4	134,4±8,1	383,2±52,8	52,5±2,7	96,2±7,6	12,7 ± 0,6 <sup>a</sup>

**AD** : Avant Digestion, **CB**: Coefficient de bioaccessibilité, **F**: Fraction, **IN**: Fraction intestinale dialysable, **OUT**: Fraction intestinale non dialysable, **RRF**: Raisins Rouges Frais, **RRS**: Raisins Rouges Séchés, **CRR**: Confiture de Raisins Rouges, **RBF**: Raisins Blancs Frais, **RBS**: Raisins Blancs Séchés, **CRB**: Confiture de Raisins Blancs, **PT**: Polyphénols Totaux, **FT**: Flavonoïdes Totaux.

Les différentes lettres en colonne représentent des différences statistiquement significatives (p <0,05) entre les CB de chaque échantillon.

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion *in vitro* des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

Selon le tableau 16, il est à noter que les valeurs moyennes des PT, FT et de la CAT ont varié avant et après digestion pour les raisins frais et leurs dérivés (raisins séchés et confitures de raisins). Ces valeurs ont été réduites après le passage gastro-intestinal pour tous les échantillons. Ce constat concorde avec ceux de Lingua *et al.* (2018) et Lingua *et al.* (2019) qui ont enregistré des diminutions significatives des teneurs en PT et des valeurs de la CAT des raisins rouges et blancs ainsi que leur produit dérivé (le vin) après la digestion *in vitro*. Ces auteurs ont signalé que les pourcentages de coefficient de bioaccessibilité des PT ont été moyennement de l'ordre de 6% et 21%; et ceux de la CAT ont été de l'ordre de 21% et 39%, pour les raisins frais et leurs vins, respectivement.

Wang *et al.* (2016) ont étudié la digestion *in vitro* des marcs des raisins rouges. Ils ont rapporté des réductions de 35%, 28% et 31% des teneurs en PT et des valeurs de la CAT évaluée par les tests ABTS et FRAP, respectivement. Ces mêmes auteurs ont signalé que les réductions enregistrées au stade de la digestion pancréatique ont été principalement dues au pH alcalin lors de la digestion pancréatique et que les enzymes et les sels biliaires n'ont aucune influence sur la réduction de la CAT et de la teneur en polyphénols totaux. Ils ont signalé que le taux de la réduction en termes des composés phénoliques a été différent d'une classe à l'autre durant la digestion intestinale (9% pour les acides phénoliques, 34% pour les flavonols et 100% pour les anthocyanes).

Dhekney (2016) a précisé que la bioaccessibilité des composés phénoliques, dans les vins rouges et blancs, concerne un certain nombre de polyphénols. Ces composés peuvent être absorbés et métabolisés durant la digestion. Leur coefficient de bioaccessibilité est influencé par leur structure chimique, la quantité ingérée et les sources alimentaires.

A leur tour, Han *et al.* (2019) ont rapporté que pour certains polyphénols, ce sont leurs produits de décomposition dans le tractus gastro-intestinal qui sont absorbés. C'est le cas des anthocyanes des raisins rouges qui sont dégradés en acides phénoliques et aldéhydes phénoliques qui peuvent être absorbés par diffusion passive ou par transport actif.

Concernant la diminution des valeurs de la CAT après digestion des raisins frais, raisins séchés et confitures de raisins, Tavares *et al.* (2012) ont rapporté les mêmes résultats que ceux pour d'autres fruits (mûres noires) avec une perte de 84% de la CAT après la digestion. Ces résultats peuvent être probablement expliqués par la diversité des métabolites issus des polyphénols digérés, notamment les produits de leur décomposition y compris les isomères,

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion *in vitro* des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

les polysaccharides et autres, etc. De même, les interactions entre ces métabolites peuvent être à l'origine de la réduction de leur CAT.

Quant aux raisins frais des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*), aucune différence significative n'a été enregistrée entre les coefficients de bioaccessibilité (CB) des PT, FT et de leur CAT. Ainsi le même résultat a été constaté entre les deux variétés de raisins séchés et leurs confitures, à l'exception des CB des FT des confitures (CB= 14,9%  $\pm$ 2,4 vs 40,3%  $\pm$ 6,8, pour la CRB et CRR, respectivement) et ceux de la TAC (DPPH: CB= 44,6% $\pm$ 3,6 vs 56,3%  $\pm$ 4,8 pour la CRB et CRR, respectivement).

Par contre, comparativement aux raisins frais, les coefficients de bioaccessibilité des PT et FT ainsi que de la CAT des raisins séchés et des confitures issus des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*) ont été significativement plus élevés. À l'exception du coefficient de bioaccessibilité des FT pour la confiture de raisins blancs et celui de la CAT (ABTS) pour les raisins séchés rouges qui ont augmenté, mais sans aucune différence significative ( $p>0,05$ ).

En tenant compte de la moyenne des deux variétés (*Cardinal* et *Sabel*), les valeurs des coefficients de bioaccessibilité des PT et FT et de la CAT des raisins séchés ont été équivalentes à 26,4%, 42,65% et 22,38%, respectivement et celles des confitures ont été de l'ordre de 26,8%, 27,6% et 27,4%, respectivement. Ces valeurs sont considérées relativement supérieures à celles des raisins frais (11,25%, 7,65% et 11,28%, respectivement).

Ces différences entre les échantillons de raisins frais, raisins séchés et confitures sont probablement dues à des profils phénoliques distincts résultant après application des procédés traditionnels. Gijom *et al.* (2011) ont rapporté que selon la structure chimique des composés phénoliques, ces derniers réagissent différemment dans les essais *in vitro* selon les différents mécanismes mis en jeu.

Il est à suggérer que les deux procédés traditionnels peuvent entraîner une amélioration de la bioaccessibilité des PT, FT et de la CAT. Cette amélioration pourrait ainsi compenser les pertes en ces composés suite à leur décomposition et/ou dégradation au cours de ces procédés. En ce sens, il existe des preuves d'effets positifs d'augmentation de la bioaccessibilité des aliments traités thermiquement et/ou une augmentation de l'extractibilité des composés bioactifs (Fernandez-Garcia *et al.*, 2008).

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion *in vitro* des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

Le même constat a été soulevé par Colle *et al.* (2010) mais en étudiant la bioaccessibilité du lycopène de la tomate où un impact positif des traitements thermiques associés ou non à des traitements mécaniques (broyages, homogénéisation) a été enregistré.

Bennett *et al.* (2011) ont soulevé le problème de détectabilité de ces composés par HPLC ou par des méthodes spectrophotométriques. Ces auteurs ont expliqué que le non détectabilité de ces composés ne signifie pas réellement leur perte à cause des procédés, mais ils évoquent probablement la possibilité de leur conversion chimique.

Vinson *et al.* (2005) ont antérieurement confirmé que les fruits secs sont bioaccessibles et biodisponibles malgré l'oxydation de leurs polyphénols.

Lingua *et al.* (2016) ont rapporté que la CAT d'un aliment est le résultat de l'action synergique et/ou des effets antagonistes de l'interaction des différents composés polyphénoliques entre eux et avec d'autres composants de la matrice alimentaire (protéines, glucides et lipides) ou avec l'organisme. Borel (2014) et Lingua *et al.* (2018) ont ajouté que la bioaccessibilité des polyphénols et de leur CAT dépend de leur stabilité et de la matrice alimentaire. En effet la stabilité des composés phénoliques dépend, à son tour, d'un certain nombre de facteurs dont les propriétés physicochimiques de la matrice alimentaire, les traitements et/ou le procédé qu'elle ait subie avant d'être ingérée.

En outre, Lingua *et al.* (2018) ont démontré que les aliments sont physiquement et chimiquement décomposés tout au long du tractus gastro-intestinal, suite aux mouvements et aux réactions d'hydrolyse enzymatiques ou chimiques, d'une part. D'autre part, dépendamment des conditions physico-chimiques de la digestion gastro-intestinale, une influence particulière des changements du pH et des enzymes digestives, est susceptible d'affecter la stabilité phénolique et d'améliorer la bioaccessibilité, à partir des matrices alimentaires liquide et solide.

Il est à remarquer que pour les raisins frais, les raisins séchés et les confitures des deux variétés, des niveaux de PT, FT et de leur CAT ont été considérablement retenus au niveau de la fraction non dialysable (OUT). Ces derniers peuvent être simulants ceux potentiellement disponibles dans le côlon, du fait que celui-ci contient un écosystème diversifié de micro-organismes qui dégradent et transforment les composants non digérés en métabolites microbiens. Par conséquent, les composés phénoliques présents dans la fraction non

**Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion *in vitro* des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante**

---

dialysable peuvent construire un substrat pour la flore microbienne utile du côlon *in vivo* (Possemiers *et al.*, 2011).

Dans la même optique, Alqurashi *et al.* (2017) ont mentionné que le métabolisme microbien des polyphénols comprend de nombreuses réactions ou clivages donnant naissance à des phénols de faible poids moléculaire et des acides phénoliques, qui peuvent eux-mêmes avoir des effets bioactifs bénéfiques.

A l'issue de ces constats, il est à suggérer que la digestion des composés phénoliques des raisins frais et leurs dérivés, en particulier les mécanismes moléculaires de leur biaccessibilité devraient être encore profondément clarifiés afin de mieux évaluer la digestion, l'absorption et la biodisponibilité et leur bioactivité réelle *in vivo*.

### **Conclusion**

Des valeurs de la CAT remarquables ont été enregistrées pour tous les échantillons de raisins frais, séchés et confitures de raisins. Pour les deux variétés de raisins analysées, il s'est avéré que les deux procédés traditionnels ont des effets négatifs sur la CAT des composés phénoliques. Toutefois, les raisins séchés et les confitures de raisins ont pu conserver une partie de leur potentiel antioxydant. La CAT enregistrée peut être due soit aux composés phénoliques n'ayant pas été totalement affectés par les procédés; soit aux métabolites de dégradation des composés phénoliques, qui peuvent à leur tour avoir un propre potentiel antioxydant ou encore à la synergie de différents antioxydants. Il s'avère que certains composés phénoliques ont un potentiel antioxydant dose-dépendant et structure-dépendant alors que d'autres ont un potentiel antioxydant seulement structure-dépendant. De fortes corrélations ont été enregistrées entre les anthocyanes monomères et tous les tests réalisés pour les raisins de la variété *Cardinal* et leurs dérivés (raisins séchés et confiture).

Il semble qu'une grande CAT a été retenue dans les pellicules et les pépins séparées à la fin du procédé confiture

Quant à la digestion simulée *in vitro*, bien que cette dernière ait eu un effet réducteur sur la teneur en PT, FT et la CAT, les fractions digérées ont continué à conserver une certaine CAT.

*Volet 4. Effet des procédés traditionnels (séchage au soleil et préparation de confiture) sur la capacité antioxydante et étude de la digestion in vitro des composés phénoliques de raisins et de leur activité antioxydante*

---

Les différences entre les coefficients de bioaccessibilité des composés phénoliques des raisins frais et leurs dérivés peuvent suggérer la contribution différemment des fractions bioaccessibles au potentiel bioactif de ces aliments.

Il s'est avéré aussi que les dérivés des raisins ont présenté les des coefficients améliorés de bioaccessibilité par rapport à leurs matrices fraîches. La première suggestion est que les polyphénols soient libérés dans le tractus gastro-intestinal et uniquement ces derniers sont réellement bioaccessibles dans l'intestin et donc potentiellement biodisponibles. La deuxième suggestion, la probable, est que les procédés traditionnels pouvaient avoir un effet positif sur la bioaccessibilité des composés phénoliques des raisins, en les rendant plus accessibles.

Enfin, puisque les deux fractions intestinales ont retenu un certain niveau de composés phénoliques bioactifs, l'intestin reste le principal site d'action des antioxydants. Ainsi, il serait intéressant d'étudier les propriétés antioxydantes post-digestives des aliments au niveau cellulaire par d'autres modèles appropriés.

---

*Conclusion générale et  
perspectives*

---

Ce présent travail de thèse a été focalisé sur deux activités traditionnelles de conservation de raisins (séchage au soleil et confiture traditionnelle). Il a pour principaux objectifs l'étude de l'effet de ces procédés sur les composés d'intérêt en l'occurrence les composés phénoliques ainsi que leur capacité antioxydante totale. Il peut être aussi inclus dans le cadre de la valorisation du surplus de la production des raisins de table et/ou des raisins de faible valeur marchande.

Dans une première étape, les résultats de l'enquête réalisée ont montré un savoir-faire local important en matière du séchage et de préparation traditionnelle de confitures à base de raisins. Ils nous ont permis d'établir les diagrammes correspondants aux procédés en question. Il ressort que, dans la région de Tadmaït (Tizi Ouazou), les deux variétés de raisins *Cardinal* et *Sabel* sont les plus concernées par ces procédés traditionnels et par conséquent elles ont fait l'objet de la suite de cette étude.

Dans une deuxième étape, nous avons procédé à l'étude de l'effet de ces procédés traditionnels sur les teneurs et le profil des composés phénoliques des raisins des variétés (*Cardinal* et *Sabel*) et leur capacité antioxydante totale avant et après digestion simulée *in vitro*.

Bien que la teneur totale en composés phénoliques et la capacité antioxydante totale aient été importantes pour les deux variétés de raisins frais, les deux procédés traditionnels ont conduit à des pertes élevées en polyphénols totaux et flavonoïdes totaux pour les deux variétés de raisins (*Cardinal* et *Sabel*), et en anthocyanes totales pour la variété *Cardinal*.

Dans ces diagrammes traditionnels du séchage et de préparation de confitures des raisins, les étapes critiques qui causent des pertes considérables en composés phénolique sont l'exposition directe au soleil des raisins pendant une longue durée pour le séchage et l'étape de séparation de la pellicule et pépins pour la confiture. Certainement, l'identification de ces étapes va nous permettre de réduire ces pertes dans les travaux ultérieurs, par le contrôle ou l'amélioration de ces activités traditionnelles et qui aurait un effet directe sur les teneurs, le profil et l'activité antioxydante des composés phénoliques.

Toutefois, il est à signaler que malgré ces pertes en composés phénoliques, les raisins séchés des deux variétés ainsi que les confitures de raisins préparées ont retenu quand mêmes certains acides phénoliques, flavan-3-ols, flavonols et procyanidines connus pour leur propriété bioactive importante.

Quant à la digestion, il s'est avéré que le coefficient de bioaccessibilité pour les polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et la capacité antioxydante a été plus ou moins amélioré d'une manière significative par ces procédés traditionnels.

Dans la perspective de développer ces activités traditionnelles dans la région du Tadmait et de les généraliser dans les régions viticoles du pays, nous proposons de sensibiliser et d'encourager les auteurs concernés par ce genre d'activités familiales, qui sollicitent à la fois l'intervention des femmes et des hommes pour une bonne complémentarité de travail; ainsi que le groupement villageois qui est une forme d'union et d'organisation intéressante.

De même, l'organisation de la filière viticole par la création d'organisations professionnelles en relation directe avec les secteurs agricoles est capable de valoriser ce domaine afin d'assurer une bonne maîtrise du séchage solaire et de préparation traditionnelle de confiture et des conditions de stockage des produits dérivés. Une fois maîtrisés, ces procédés traditionnels vont permettre d'une part la valorisation des surplus de raisins et des raisins de faible valeur marchande, et d'autre part la création des marchés pour la vente de tels produits du terroir traditionnels.

Cependant, de tels nouveaux produits issus des préparations traditionnelles méritent d'être profondément étudiés et des informations supplémentaires sur leurs caractéristiques sensorielles et d'autres paramètres de la qualité nutritionnelle pourraient être nécessaires avant toute application à large échelle.

De plus, en se basant sur les résultats de la présente étude les étapes critiques des diagrammes traditionnels (séchage et cuisson domestique) peuvent être modifiées à des fins promotrices, sur le plan de profil des composés phénoliques et leur bioactivité.

Des études portant sur la biodisponibilité des composés phénoliques des raisins et de leurs coproduits traditionnels ainsi que sur les métabolites polyphénoliques sont d'une nécessité impérieuse afin d'établir si ces métabolites pourraient encore conserver leur rôle bioactif.

---

## *Références bibliographiques*

---

A

- Adams D.O. (2006).** Phenolics and ripening in grapeberries. *American Journal of Enology and Viticulture*, 57 (3), 249-256.
- Adiletta G., Russo P., Senadeera W. & Di Matteo M. (2016).** Drying characteristics and quality of grape under physical pretreatment. *Journal of Food Engineering*, 172, 9-18.
- Aguilera Y., Martin-Cabrejas M.A. & de Mejia E. G. (2016).** Phenolic compounds in fruits and beverages consumed as part of the mediterranean diet: their role in prevention of chronic diseases. *Phytochemistry reviews*, 15(3), 405-423.
- Alegria A., Garcia-Llatas G. & Cilla A. (2015).** Static digestion models: General introduction. *The impact of food bioactives on health*, 3-12.
- Algarra M., Fernandes A., Mateus N., de Freitas V., da Silva J.C.E. & Casado J. (2014).** Anthocyanin profile and antioxidant capacity of black carrots (*Daucus carota* L. ssp. *sativus* var. *atrorubens* Alef.) from Cuevas Bajas, Spain. *Journal of Food Composition and Analysis*, 33 (1), 71-76.
- Ali K., Maltese F., Choi Y.H. & Verpoorte R. (2010).** Metabolic constituents of grapevine and grape-derived products. *Phytochem. Rev.* 9, 357-378.
- Alqurashi R.M., Alarifi S. N., Walton G.E., Costabile A., Rowland I.R. & Commane D. M. (2017).** *In vitro* approaches to assess the effects of açai (*Euterpe oleracea*) digestion on polyphenol availability and the subsequent impact on the faecal microbiota. *Food Chemistry*, 234, 190-198.
- Amakura Y., Umino Y., Tsuji S. & Tonogai Y. (2000).** Influence of jam processing on the radical scavenging activity and phenolic content in berries. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 (12), 6292-6297.
- Amran Hidayat M., Fitri A. & Kuswandi B. (2017).** Scanometry as microplate reader for high throughput method based on DPPH dry reagent for antioxidant assay. *Acta pharmaceutica sinica B*, 7 (3), 395-400.
- Anastasiadi M., Chorlianopoulos N.G., George-John E.N. & Haroutounian S.A. (2009).** Antilisterial activities of polyphenol-rich extracts of grapes and vinification byproducts. *J. Agric. Food Chem.* 57, 457-463.
- Andrade P.B., Mendes G., Falco V., Valentao P. & Seabra R.M. (2001).** Preliminary study of flavonols in port wine grape varieties. *Food Chemistry*, 73 (4), 397-399.
- Annegowda H.V., Bhat R., Yeong K.J., Liong M.T., Karim A.A. & Mansor S.M. (2014).** Influence of drying treatments on polyphenolic contents and antioxidant properties of raw and ripe papaya (*Carica papaya* L.). *International Journal of Food Properties*, 17 (2), 283-292.
- A.O.A.C. (1990).** Official Methods of Analysis. 15th Edition, Association of Official Analytical Chemist, *Washington DC*.
- Arnous A., Makris D.P. & Kefalas P. (2002).** Correlation of pigment and flavanol content with antioxidant properties in selected aged regional wines from Greece. *J. Food Compos. Anal.* 15, 655-665.
- Aschoff J.K., Knoblauch K. Hüttner C., Vásquez-Caicedo A.L., Carle R. & Schweiggert R.M. (2016).** Non-thermal pasteurization of orange (*Citrus sinensis* L.) Osbeck juices using continuous pressure change technology (PCT): a proof-of-concept. *Food and Bioprocess Technology*, 9, 1681-1691.

**Auger C., Teissedre P.L., Gerain P., Lequeux N., Bornet A., Serisier S., Besançon P., Caporiccio B., Cristol J.P. & Rouanet J.M. (2005).** Dietary wine phenolics catechin, quercetin, and resveratrol efficiently protect hypercholesterolemic hamsters against aortic fatty streak accumulation. *J. Agric. Food Chem.* 53, 2015-2021.

**Azuma A. (2018).** Genetic and environmental impacts on the biosynthesis of anthocyanins in grapes. *The Horticulture Journal*, OKD-IR 02.

## B

**Babbar N., Oberoi H.S. & Sandhu S.K. (2015).** Therapeutic and nutraceutical potential of bioactive compounds extracted from fruit residues. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 55 (3), 319-337.

**Bagchi D., Bagchi M., Stohs S.J., Das D.K., Ray C.A., Kuszynski S.S., Joshi H.G. (2000).** Free radicals and grape seed proanthocyanidin extract: importance in human health and disease prevention. *Toxicology* 148, 187-197.

**Bai J.W., Sun D.W., Xiao H.W., Mujumdar A.S. & Gao Z.J. (2013).** Novel high-humidity hot air impingement blanching (HHAIB) pretreatment enhances drying kinetics and color attributes of seedless grapes. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 20, 230.

**Barba F.J., Esteve M.J. & Frígola A. (2014).** Bioactive components from leaf vegetable products. In *Studies in natural products chemistry* . Vol. 41, p.321-346. Elsevier.

**Barcia M.T., Pertuzatti P.B. Rodrigues D., Bochi V.C., Hermosín-Gutiérrez I. & Godoy H.T. (2015).** Effect of drying methods on the phenolic content and antioxidant capacity of Brazilian winemaking byproducts and their stability over storage. *International journal of food sciences and nutrition*, 66 (8), 895-903.

**Bavaresco L., De Rosso M., Dalla Vedova A., Panighel A., Gardiman M., Ostan M. & Flamini R. (2014).** Characterization of some Italian *V. vinifera* L. grape varieties on the basis of their flavonol profile. In *BIO Web of Conferences*. Vol. 3, p.01006. EDP Sciences.

**Bavaresco L., Fregoni M.A.R.I.O., Trevisan M.A.R.C.O., Mattivi F., Vrhovsek U. & Falchetti, R. (2002).** The occurrence of the stilbene piceatannol in grapes *Vitis*, 41 (3), 133-136.

**Beara I.N., Torović L. D., Pintac D.Đ., Majkić T.M., Orčić D.Z., Mimica-Dukić N.M., & Lesjak M.M. (2018).** Polyphenolic profile, antioxidant and neuroprotective potency of grape juices and wines from Fruška Gora region (Serbia). *International journal of food properties*, 20 (sup3), S2552-S2568.

**Begic-Akagic A., Drkenda P., Vranac A., Orazem P. & Hudina M. (2013).** Influence of growing region and storage time on phenolic profile of cornelian cherry jam and fruit. *Eur. J. Hort. Sci*, 78, 30-39.

**Belitz H. D. & Grosch W. P. Schieberle (2009).** Food Chemistry. 4th revised and extended edition. ISBN: 978-3-540-69934-7

**Benlloch-Tinoco M., Carranza-Concha J., Camacho M.M. & Martínez-Navarrete N. (2015).** Production of raisins and its impact on active compounds. In *Processing and impact on active components in food* (pp. 181-187). Academic Press.

**Benmeziane F. Cadot Y. Soltane M. & Djermoune-Arkoub L. (2016).** Identification quantitative et qualitative des flavonoïdes de trois variétés de raisin de table cultivés sous un climat méditerranéen par HPLC-DAD. *Algerian Journal of Natural Products*, 4 (2), 261-270.

- Bennett L.E., Jegasothy H., Konczak I., Frank D., Sudharmarajan S. & Clingeleffer P. R. (2011).** Total polyphenolics and anti-oxidant properties of selected dried fruits and relationships to drying conditions. *Journal of functional foods*, 3 (2), 115-124.
- Benzie I.F. & Strain J.J. (1996).** The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of “antioxidant power”: the FRAP assay. *Analytical biochemistry*, 239 (1), 70-76.-237.
- Bertoni G. (1982).** Influence des interactions cationiques sur la nutrition minérale et la qualité de *Chasselas de Moissac*. Raisin de table. Thèse docteur ingénieur, INP ENSA, Toulouse 146p.
- Bioletti F. (1938).** Outline of ampelography for the *vinifera* grapes in California. *Hilgardia*, 11 (6), 227-293.
- Bonghi C., Rizzini F.M., Gambuti A., Moio L., Chkaiban L. & Tonutti P. (2012).** Phenol compound metabolism and gene expression in the skin of wine grape (*Vitis vinifera L.*) berries subjected to partial postharvest dehydration. *Postharvest Biology and Technology*, 67, 102-109.
- Bordignon-Luiz M.T., Gauche C., Gris E.F. & Falcao L.D. (2007).** Colour stability of anthocyanins from Isabel grapes (*Vitis labrusca L.*) in model systems. *LWT-Food Science and Technology*, 40 (4), 594-599.
- Borel P. (2014).** Biodisponibilité des phytomicronutriments: Mécanismes impliqués et stratégies d'amélioration. *Innovations Agronomiques*, 42, 27-37.
- Borges G., Degeneve A., Mullen W. & Crozier A. (2010).** Identification of flavonoid and phenolic antioxidants in black currants, blueberries, raspberries, red currants, and cranberries. *Journal of agricultural and food chemistry*, 58(7), 3901-3909.
- Bouquet A. (1982).** Origine et évolution de l'encépagement français à travers les siècles. *Progrès Agricole et Viticole* 99 (5), 110-121.
- Boursiquot J.M. et This P. (1999).** Essai de définition du cépage. *Progrès Agricole et Viticole* 116 (17), 359-361.
- Brar H. S., Singh Z. & Swinny E. (2008).** Dynamics of anthocyanin and flavonol profiles in the ‘Crimson Seedless’ grape berry skin during development and ripening. *Scientia horticulturae*, 117 (4), 349-356.
- Brat P. & Cuq B. (2007).** Transformation et conservation des fruits avec perte de la structure initiale (Ref F6273): Transformation et conservation des fruits avec perte de la structure initiale (Ref F6273).
- Breksa A.P., Takeoka G.R., Hidalgo M.B., Vilches A., Vasse J. & Ramming D.W. (2010).** Antioxidant activity and phenolic content of 16 raisin grape (*Vitis vinifera L.*) cultivars and selections. *Food Chemistry*, 121 (3), 740-745.
- Brownmiller C.I., Howard L.R. & Prior R.L. (2008).** Processing and storage effects on monomeric anthocyanins, percent polymeric color, and antioxidant capacity of processed blueberry products. *Journal of food science*, 73 (5), 72-79.
- Brummell D.A., Dal Cin V., Crisosto C.H. & Labavitch J.M. (2004).** Cell wall metabolism during maturation, ripening and senescence of peach fruit. *Journal of Experimental Botany* 55 (405), 2029-2039.
- Bruno G. & Sparapano L. (2006).** Effects of three esca-associated fungi on *Vitis vinifera L.*: I. Characterization of secondary metabolites in culture media and host responses to the pathogens in calli. *Physiological and Molecular Plant Pathology*, 69 (4-6), 209-223.

**Burin V.M., Falcão L.D., Gonzaga L.V., Fett R., Rosier J.P. & Bordignon-Luiz M.T. (2010).** Colour, phenolic content and antioxidant activity of grape juice. *Food science and technology*, 30 (4), 1027-1032.

**Burns J., Gardner P.T., Matthews D., Duthie G.G., Lean J. & Crozier A. (2001).** Extraction of phenolics and changes in antioxidant activity of red wines during vinification. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49 (12), 5797-5808.

## C

**Cabrera S.G., Jang J.H., Kim S.T., Lee Y.R., Lee H.J. & Chung H.S (2009).** Effects of processing time and temperature on the quality components of campbell grape juice. *Journal of Food Processing and Preservation*, 33 (3), 347-360.

**Cacho J., Fernández P., Ferreira V. & Castells J.E. (1992).** Evolution of five anthocyanidin-3-glucosides in the skin of the Tempranillo, Moristel, and Garnacha grape varieties and influence of climatological variables. *American journal of enology and viticulture*, 43 (3), 244-248.

**Çapanoglu E. (2014).** Investigating the antioxidant potential of Turkish dried fruits. *International Journal of Food Properties*, 17 (3), 690-702.

**Çapanoglu E., de Vos R.C., Hall R.D., Boyacioglu D. & Beekwilder J. (2013).** Changes in polyphenol content during production of grape juice concentrate. *Food chemistry*, 139 (1-4), 521-526.

**Carbonell-Capella J.M., Barba F.J., Esteve M.J. & Frígola A. (2014).** Quality parameters, bioactive compounds and their correlation with antioxidant capacity of commercial fruit-based baby foods. *Food Science and Technology International*, 20 (7), 479-487.

**Cardoso C., Afonso C., Lourenço H., Costa S. & Nunes M.L. (2015).** Bioaccessibility assessment methodologies and their consequences for the risk benefit evaluation of food. *Trends Food Science and Technology*, 41, 5-23.

**Carlson S., Peng N., Prasain J. K. & Wyss J. M. (2008).** Effects of botanical dietary supplements on cardiovascular, cognitive, and metabolic function in males and females. *Gender medicine*, 5, S76-S90.

**Carranza-Concha J., Benlloch M., Camacho M.M. & Martínez-Navarrete N. (2012).** Effects of drying and pretreatment on the nutritional and functional quality of raisins. *Food and Bioproducts Processing*, 90 (2), 243-248.

**Carrillo C., Buvé C., Panozzo A., Grauwet T. & Hendrickx M. (2017).** Role of structural barriers in the in vitro bioaccessibility of anthocyanins in comparison with carotenoids. *Food chemistry*, 227, 271-279.

**Castellarin S.D., Bavaresco L., Falginella L., Gonçalves M.I.V.Z., di Gaspero G. (2011).** Phenolics in Grape Berry and Key Antioxidants. In *The Biochemistry of the Grape Berry*. Eds.; Bentham Science Publishers: Bussum, The Netherlands.

**Castillo-Muñoz N., Gómez-Alonso S., García-Romero E. & Hermosín-Gutiérrez I. (2007).** Flavonol profiles of *Vitis vinifera* red grapes and their single-cultivar wines. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55 (3), 992-1002.

**Castillo-Muñoz N., Fernandez-Gonzalez M., Gomez-Alonso S., Garcia-Romero E., Hermosin-Gutierrez I. (2010).** Red-color related phenolic composition of Garnacha tintorera (*Vitis vinifera* L.) grapes and red wines. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 57, 7883–7891.

**CEE-ONU (2015).** Norme CEE-ONU DDP- 11 concernant la commercialisation et le contrôle de la qualité commerciale des raisins secs. *Nations unies new york et Genève*.1-9.

- Celep E., Charehsaz M., Akyüz S., Acar E.T. & Yesilada E. (2015).** Effect of *in vitro* gastrointestinal digestion on the bioavailability of phenolic components and the antioxidant potentials of some Turkish fruit wines. *Food Research International*, 78, 209-215.
- Cerda B., Periago P., Espín J.C. & Tomás-Barberán F.A. (2005).** Identification of urolithin A as a metabolite produced by human colon microflora from ellagic acid and related compounds. *Journal of agricultural and food chemistry*, 53 (14), 5571-5576.
- Çetin E.S., Altinöz D., Tarçan E. & Baydar N.G. (2011).** Chemical composition of grape canes. *Industrial Crops and Products*, 34 (1), 994-998.
- Chamorro S., Goñi I., Viveros A., Hervert-Hernández D. & Brenes A. (2012).** Changes in polyphenolic content and antioxidant activity after thermal treatments of grape seed extract and grape pomace. *European Food Research and Technology*, 234 (1), 147-155.
- Chang S.K., Alasalvar C. & Shahidi F. (2016).** Review of dried fruits: Phytochemicals, antioxidant efficacies, and health benefits. *Journal of Functional Foods*, 21, 113-132.
- Chedea V.S., Braicu C. & Socaciu C. (2010).** Antioxidant/prooxidant activity of a polyphenolic grape seed extract. *Food Chemistry*, 121 (1), 132-139.
- Cheng G., He Y.N., Yue T.X., Wang J. & Zhang Z.W. (2014).** Effects of climatic conditions and soil properties on Cabernet Sauvignon berry growth and anthocyanin profiles. *Molecules*, 19 (9), 13683-13703.
- Cheyrier V. & Rigaud J. (1986).** HPLC separation and characterization of flavonols in the skins of *Vitis Vinifera* var. Cinsault. *American Journal of Enology and Viticulture*, 37, 248-252.
- Cheyrier V. (2012).** Phenolic compounds: from plants to foods. *Phytochemistry reviews*, 11 (2), 153-177.
- Chira K., Suh J.H., Saucier C., & Teissèdre P.L. (2008).** Les polyphénols du raisin. *Phytothérapie*, 6 (2), 75-82.
- Chong C.H., Law C.L., Figiel A., Wojdyło A. & Oziembłowski M. (2013).** Colour, phenolic content and antioxidant capacity of some fruits dehydrated by a combination of different methods. *Food chemistry*, 141 (4), 3889-3896.
- Cilla A., Alegría A., Barberá R. & Lagarda M.J. (2013).** Foods or bioactive constituents of foods as chemopreventives in cell lines after simulated gastrointestinal digestion: A review. In *Oxidative stress and chronic degenerative diseases-a role for antioxidants*, José Antonio Morales-González Ed., (p. 131-151). Rijeka, Croatia: InTech.
- Cilla A., Bosch L., Barberá R., & Alegría A. (2017).** Effect of processing on the bioaccessibility of bioactive compounds—a review focusing on carotenoids, minerals, ascorbic acid, tocopherols and polyphenols. *Journal of Food Composition and Analysis*, 68, 3-15.
- Codex STAN (2007).** CODEX STAN 255-Norme pour les raisins de table, 1-14.
- Codex Stan (2009).** Norme Codex-Stan-296 pour les confitures, gelées et marmelades, 1-9.
- Coelho E., Rocha S.M., Barros A.S., Delgado I. & Coimbra, M. A. (2007).** Screening of variety- and pre-fermentation-related volatile compounds during ripening of white grapes to define their evolution profile. *Anal. Chim. Acta* 597, 257-264.
- Çoklar H. & Akbulut M. (2017).** Effect of sun, oven and freeze-drying on anthocyanins, phenolic compounds and antioxidant activity of black grape (*Eksikara*) (*Vitis vinifera* L.). *South African Journal of Enology and Viticulture*, 38 (2), 264-272.

**Colle I., Lemmens L., Van Buggenhout S., Van Loey A., Hendrickx M. (2010).** Effect of thermal processing on the degradation, isomerization, and bioaccessibility of lycopene in tomato pulp. *Journal of Food Science* 75, C753-759.

**Collin S. & Crouzet J. (2011).** Polyphénols et procédés: Transformation des polyphénols au travers des procédés appliqués à l'agro-alimentaire (Lavaoisière ed.): Ed. *Tec & Doc*.

**Colombo F., Di Lorenzo C., Regazzoni L., Fumagalli M., Sangiovanni E., de Sousa L.P. & Dell'Agli M. (2019).** Phenolic profiles and anti-inflammatory activities of sixteen table grape (*Vitis vinifera* L.) varieties. *Food & function*, 10 (4), 1797-1807.

**Colombo R.C., Roberto S.R., Nixdorf S.L., Pérez-Navarro J., Gómez-Alonso S., Mena-Morales A. & Hermosín-Gutiérrez I. (2020).** Analysis of the phenolic composition and yield of 'BRS Vitoria' seedless table grape under different bunch densities using HPLC–DAD–ESI-MS/MS. *Food Research International*, 130, 108955.

**Conde C., Silva P., Fontes N., Dias A.C.P., Tavares R.M., Sousa M.J., Agasse A., Delrot S. & Gerós H. (2007).** Biochemical changes throughout grape berry development and fruit and wine quality. In: *Global Science Books, Food. 1*, 1–22.

**Constantin O.E., Skrt M., Ulrih N.P. & Râpeanu G. (2015).** Anthocyanins profile, total phenolics and antioxidant activity of two Romanian red grape varieties: Fetească neagră and Băbească neagră (*Vitis vinifera*). *Chemical Papers*, 69 (12), 1573-1581.

**Coombe B.G. (1992).** Research on Development and Ripening of the Grape Berry. *Am J Enol Vitic*, 43 (1), 101-110.

**Coombe B.G. (1987).** Distribution of Solutes within the Developing Grape Berry in Relation to Its Morphology. *American Journal of Enology and Viticulture*, 38, 120-127.

**Coombe B.G. & McCarthy M.G. (2000).** Dynamics of grape berry growth and physiology of ripening. *Australian journal of grape and wine research*, 6 (2), 131-135.

**Çopur Ö.U. & Tamer C.E. (2014).** Fruit processing. In *Food processing: Strategies for quality assessment* (p.9-35). Springer, New York, NY.

**Cristina-Gabriela G., Emilie D., Gabriel L. & Claire E. (2012).** Bioactive compounds extraction from pomace of four apple varieties. *Journal of Engineering Studies and Research*, 18 (1), 96.

**Crozier A., Jaganath I. & Clifford M. N. (2006).** Phenols, polyphenols and tannins: an overview. In *Plant Secondary Metabolites : Occurrence, Structure and Role In the Human Diet*, 1-24. Crozier, A., Clifford M. N. and Hiroshi A., Oxford, Blackwell Publishing.

**Cueva C., Jiménez-Girón A., Muñoz-González I., Esteban-Fernández A., Gil-Sánchez I., Dueñas M., Martín-Álvarez P.J., Pozo-Bayón M.A., Bartolomé B., Moreno-Arribas M.V. (2015).** Application of a new dynamic gastrointestinal simulator (SIMGI) to study the impact of red wine in colonic metabolism. *Food Research International*, 72, 149-159.

## D

**Davies C., Boss P.K., Gero's H., Lecourieux F. & Delrot S. (2012).** Source/sink relationships and molecular biology of sugar accumulation in grape berries. In *The biochemistry of the grape berry* Gero's H.M.M. Chaves & S. Delrot (Eds.), (44-66). Bussum, The Netherlands: Bentham Science.

**De Carvalho Tavares I.M., de Castilhos M.B.M., Mauro M.A., Ramos A.M., de Souza R.T., Gómez-Alonso S., Gomes E., Da-Silva R. Hermosín-Gutiérrez I., Lago-Vanzela S.E. & Lago-Vanzela E.S. (2019).** BRS Violeta (BRS Rúbea× IAC 1398-21) grape juice powder produced by foam

mat drying. Part I: Effect of drying temperature on phenolic compounds and antioxidant activity. *Food chemistry*, 298, 124971.

**De Quirós Rodríguez A.B., Lage-Yusty M.A. & López-Hernández J. (2009).** HPLC-analysis of polyphenolic compounds in Spanish white wines and determination of their antioxidant activity by radical scavenging assay. *Food Research International*, 42 (8), 1018-1022.

**De Villiers A., Majek P., Lynen F., Crouch A., Lauer H. & Sandra P. (2005).** Classification of South African red and white wines according to grape variety based on the non-coloured phenolic content. *European Food Research and Technology*, 221(3), 520-528.

**Dekker M., Verkerk R., Jongen W.M.F. (2000).** Predictive modelling of health aspects in the food production chain: a case study on glucosinolates in cabbage. *Trends Food Sci Technol* 11:174-181.

**Del Caro A., Piga A., Pinna I., Fenu P.M. & Agabbio M. (2004).** Effect of drying conditions and storage period on polyphenolic content, antioxidant capacity, and ascorbic acid of prunes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52 (15), 4780-4784.

**Dell Agli M., Galli G.V., Vrhovsek U., Mattivi F. & Bosisio E. (2005).** *In vitro* inhibition of human cGMP-specific phosphodiesterase-5 by polyphenols from red grapes. *J. Agric. Food Chem.* 53, 1960-1965.

**Dewanto V., Wu X., Adom K.K. & Liu R.H. (2002).** Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50 (10), 3010-3014.

**Dhekney S.A. (2016).** Grapes.Elsevier Ltd. p.261-265.

**Di Lecce G., Arranz S., Jáuregui O., Tresserra-Rimbau A., Quifer-Rada P. & Lamuela Raventós R.M. (2014).** Phenolic profiling of the skin, pulp and seeds of Albariño grapes using hybrid quadrupole time-of-flight and triple-quadrupole mass spectrometry. *Food Chemistry*, 145, 874-882.

**Donovan J.L., Meyer A.S. & Waterhouse A.L. (1998).** Phenolic composition and antioxidant activity of prunes and prune juice (*Prunus domestica*). *Journal of agricultural and food chemistry*, 46 (4), 1247-1252.

**Dopico-García M.S., Figue A., Guerra L., Afonso J.M., Pereira O., Valentão P., Seabra R.M. & al ., (2008).** Principal components of phenolics to characterize red Vinho Verde grapes: Anthocyanins or non-coloured compounds?. *Talanta*, 75 (5), 1190-1202.

**Doshi P., Adsule P., Banerjee K. & Oulkar D. (2015).** Phenolic compounds, antioxidant activity and insulinotropic effect of extracts prepared from grape (*Vitis vinifera* L) byproducts. *Journal of food science and technology*, 52 (1), 181-190.

**Downey M.O., Harvey J.S. & Robinson S.P. (2004).** The effect of bunch shading on berry development and flavonoid accumulation in Shiraz grapes. *Australian Journal of Grape and Wine Research*, 10 (1), 55-73.

**Dragovic-Uzelac V., Pospšil J., Levaj B. & Delonga K. (2005).** The study of phenolic profiles of raw apricots and apples and their purees by HPLC for the evaluation of apricot nectars and jams authenticity. *Food chemistry*, 91 (2), 373-383.

**Dufour C., & Dangles O. (2013).** Devenir digestif des polyphénols des fruits et légumes. *Edition Quae*. 461p.

**Dutra P.M.D.C., Viana A.C., Pereira G.E., Nassur R.D.C.M.R. & dos Santos Lima M. (2020).** Whole, concentrated and reconstituted grape juice: Impact of processes on phenolic composition, “foxy” aromas, organic acids, sugars and antioxidant capacity. *Food Chemistry*, 343, 128399.

**Dziezak J.D. (1986).** Preservative systems in foods, antioxidants and antimicrobial agents. *Food Technol* 40:94–136

#### E

**El-Kassas F.B., Ali A.M. & Mostafa S.E. (2014).** Phenolic compounds as antioxidants of some products manufactured from two cultivated Egyptian varieties of seedless grapes. *Annals of Agricultural Sciences*, 59 (2), 195-199.

#### F

**Fabani M.P., Baroni M.V., Luna L., Lingua, M.S., Monferran M.V., Paños H., Tapia A., Wunderlin D.A. & Feresin G.E. (2017).** Changes in the phenolic profile of Argentinean fresh grapes during production of sun-dried raisins. *Journal of Food Composition and Analysis*, 58, 23-32.

**Falchi M., Bertelli A., Scalzo R.L., Morassut M., Morelli R., Das S., Cui J.H. & Das D.K. (2006).** Comparison of cardioprotective abilities between the flesh and skin of grapes. *J. Agric. Food Chem.* 54, 6613-6622.

**Falginella L., Castellarin S.D., Testolin R., Gambetta G.A., Morgante M. & Di Gaspero G. (2010).** Expansion and subfunctionalisation of flavonoid 3', 5'-hydroxylases in the grapevine lineage. *BMC genomics*, 11 (1), 1-18.

**Fang Y.L., Zhang A., Wang H., Li H., Zhang Z.W., Chen S.X. & Luan, L.Y. (2010).** Health risk assessment of trace elements in Chinese raisins produced in Xinjiang province. *Food Control*, 21 (5), 732-739.

**FAO-STAT (2016).** Statistical Database Datum. <http://www.faostat.org> (Non-alcoholic products of the vitivinicultural sector intended for human consumption)

**Farhadi K., Esmailzadeh F., Hatami M., Forough M. & Molaie R. (2016).** Determination of phenolic compounds content and antioxidant activity in skin, pulp, seed, cane and leaf of five native grape cultivars in West Azerbaijan province, Iran. *Food chemistry*, 199, 847-855.

**Faria A., Calhau C., De Freitas V. & Mateus N. (2006).** Procyanidins as antioxidants and tumor cell growth modulators. *J. Agric. Food Chem.* 54, 2392–2397.

**Fernandez-Garcia E., Rincon F. & Perez-Galvez A. (2008).** Developing an emulsifier system to improve the bioaccessibility of carotenoids. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56 (21), 1038-10390.

**Fernández-Mar M.I., Mateos R., Garcia-Parrilla M.C., Puertas B. & Cantos-Villar E. (2012).** Bioactive compounds in wine: Resveratrol, hydroxytyrosol and melatonin: A review. *Food Chemistry*, 130 (4), 797-813.

**Ferrandino A. & Guidoni S. (2010).** Anthocyanins, flavonols and hydroxycinnamates: an attempt to use them to discriminate *Vitis vinifera L. cv 'Barbera'* clones. *European Food Research and Technology*, 230(3), 417-427.

**Figueiredo-González M., Cancho-Grande B. & Simal-Gándara J. (2013).** Evolution of colour and phenolic compounds during *Garnacha Tintorera* grape raisining. *Food chemistry*, 141 (3), 3230-3240.

**Flamini R., Mattivi F. Rosso M.D., Arapitsas P. & Bavaresco L. (2013).** Advanced knowledge of three important classes of grape phenolics: anthocyanins, stilbenes and flavonols. *International journal of molecular sciences*, 14 (10), 19651-19669.

**Flint S.D., Jordan P.W. & Caldwell M.M. (1985).** Plant protective response to enhanced UV-B radiation under field conditions: leaf optical properties and photosynthesis. *Photochemistry and Photobiology*, 41 (1), 95-99.

**Forester S.C., Choy Y.Y., Waterhouse A.L. & Oteiza P.I. (2014).** The anthocyanin metabolites gallic acid, 3-O-methylgallic acid, and 2, 4, 6-trihydroxybenzaldehyde decrease human colon cancer cell viability by regulating pro-oncogenic signals. *Molecular carcinogenesis*, 53 (6), 432-439.

**Frank D., Gould I. & Millikan M. (2005).** Maillard reactions during storage of low-moisture Australian sultanas: Effects of vine nitrogen nutrition on subsequent arginine-mediated Maillard reactions during storage of dried fruit. *Australian Journal of Grape and Wine Research*, 11(1), 15-23.

**Fritz J., Kern M., Pahlke G., Vatter S. & Marko D. (2006).** Biological activities of malvidin, a red wine anthocyanidin. *Molecular nutrition & food research*, 50 (4-5), 390-395.

## G

**Gagné S., Saucier C. & Gény L. (2006).** Composition and cellular localization of tannins in Cabernet Sauvignon skins during growth. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54 (25), 9465-9471.

**Gahler S., Otto K. & Böhm V. (2003).** Alterations of vitamin C, total phenolics, and antioxidant capacity as affected by processing tomatoes to different products. *J Agric Food Chem* 51, 7962-7968.

**Galet P. (2001).** Dictionnaire encyclopédique des cépages. Edit. Hachette, 18-40.

**Gao Q.H., Wu C.S., Wang M., Xu B.N. & Du L.J. (2012).** Effect of drying of jujubes (*Ziziphus jujuba* Mill.) on the contents of sugars, organic acids,  $\alpha$ -tocopherol,  $\beta$ -carotene, and phenolic compounds. *Journal of agricultural and food chemistry*, 60 (38), 9642-9648.

**García-Arieta A. (2014).** Interactions between active pharmaceutical ingredients and excipients affecting bioavailability: impact on bioequivalence. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 65, 89-97.

**García-Villalba R., Beltrán D., Espín J.C., Selma M.V. & Tomás-Barberán F.A. (2013).** Time course production of urolithins from ellagic acid by human gut microbiota. *Journal of agricultural and food chemistry*, 61 (37), 8797-8806.

**Garrido J. & Borges F. (2013).** Wine and grape polyphenols : A chemical perspective. *Food research international*, 54 (2), 1844-1858.

**Georgé S., Brat P., Alter P. & Amiot M.J. (2005).** Rapid determination of polyphenols and vitamin C in plant-derived products. *Journal of Agricultural and food chemistry*, 53 (5), 1370-1373.

**Gervais J., Crachereau J. & Latorre M. (2005).** Les composantes de la maturité Application au millésime, *Service Vigne & Vin*.

**Ghafoor K., Park J. & 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 & Emerging Technologies*, 11 (3), 485-490.

**Ghrai F., Lahouar L., Brahmi F., Ferchichi A., Achour L. & Said S. (2013).** Physicochemical composition of different varieties of raisins (*Vitis vinifera* L.) from Tunisia. *Industrial crops and products*, 43, 73-77.

**Giamperi F., Forbes-Hernandez T.Y., Gasparrini M., Alvarez-Suarez J.M., Afrin S., Bompadre S... & Battino M. (2015).** Strawberry as a health promoter: an evidence based review. *Food & function*, 6 (5), 1386-1398.

**Ginjom I., D'Arcy B., Caffin N. & Gidley M. (2011).** Phenolic compound profiles in selected Queensland red wines at all stages of wine-making process. *Food Chemistry*, 125, 823–834.

**Giuliano E. (2005).** Contribution de la chimiométrie a la caractérisation des fruits : Application des profils métaboliques du raisin a l'étude des effets du climat, du sol et du cépage, thèse, Université BORDEAUX 2.

**Gođevac D., Tešević V., Velickovic M., Vujisić L.V., Vajs V. & Milosavljević S. (2010).** Polyphenolic compounds in seeds from some grape cultivars grown in Serbia. *Journal of the Serbian Chemical Society*, 75 (12), 1641-1652.

**Gomes T.M., Toaldo I.M., da Silva Haas I.C., Burin V.M., Caliaro V., Luna A.S. & Bordignon-Luiz M.T. (2019).** Differential contribution of grape peel, pulp, and seed to bioaccessibility of micronutrients and major polyphenolic compounds of red and white grapes through simulated human digestion. *Journal of Functional Foods*, 52, 699-708.

**González-Barreiro C., Rial-Otero R., Cancho-Grande B. & Simal-Gándara J. (2015).** Wine aroma compounds in grapes: A critical review. *Critical reviews in food science and nutrition*, 55 (2), 202-218.

**González-Centeno M.R., Comas-Serra F., Femenia A., Rosselló C. & Simal S. (2015).** Effect of power ultrasound application on aqueous extraction of phenolic compounds and antioxidant capacity from grape pomace (*Vitis vinifera L.*): experimental kinetics and modeling. *Ultrasonics sonochemistry*, 22, 506-514.

**Greenspan M.D., Shackel K.A. & Matthews M.A. (1994).** Developmental changes in the diurnal water budget of the grape berry exposed to water deficits. *Plant, Cell & Environment*, 17 (7), 811-820.

**Gross G., Jacobs D.M., Peters S., Possemiers S., van Duynhoven J., Vaughan E.E. & Van de Wiele T. (2010).** *In vitro* bioconversion of polyphenols from black tea and red wine/grape juice by human intestinal microbiota displays strong interindividual variability. *Journal of agricultural and food chemistry*, 58 (18), 10236-10246.

**Guerra A., Etienne-Mesmin L., Livrelli V., Denis S., Blanquet-Diot S., Alric M. (2012).** Relevance and challenges in modeling human gastric and small intestinal digestion. *Trends in Biotechnology*, 30, 591-600.

**Guiné R.P., Almeida I.C., Correia A.C., & Gonçalves F.J. (2015).** Evaluation of the physical, chemical and sensory properties of raisins produced from grapes of the cultivar Crimson. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 9 (3), 337-346.

**Guldiken B., Toydemir G., Memis K. N., Okur S., Boyacioglu D. & Capanoglu E. (2016).** Home-processed red beetroot (*Beta vulgaris L.*) products: Changes in 487 antioxidant properties and bioaccessibility. *International Journal of Molecular Sciences*, 17 (6), 858.

**Guo C., Yang J., Wei J., Li Y., Xu J. & Jiang Y. (2003).** Antioxidant activities of peel, pulp and seed fractions of common fruits as determined by FRAP assay. *Nutrition research*, 23 (12), 1719-1726.

## H

**Häkkinen S. H., Kärenlampi S.O., Mykkänen H.M. & Törrönen A.R. (2000).** Influence of domestic processing and storage on flavonol contents in berries. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 (7), 2960-2965.

**Halliwell B. (1996).** Oxidative stress, nutrition and health. Experimental strategies for optimization of nutritional antioxidant intake in humans. *Free Radic. Res.* 25, 57–74.

**Haminiuk C.W., Maciel G. M., Plata-Oviedo M.S. & Peralta R.M. (2012).** Phenolic compounds in fruits—an overview. *International Journal of Food Science & Technology*, 47 (10), 2023-2044.

**Han F., Yang P., Wang H., Fernandes I., Mateus N. & Liu Y. (2019).** Digestion and absorption of red grape and wine anthocyanins through the gastrointestinal tract. *Trends in Food Science & Technology*, 83, 211-224.

**Harnly J.M., Doherty R.F., Beecher G.R., Holden J.M., Haytowitz D.B., Bhagwat S. & Gebhardt S. (2006).** Flavonoid content of US fruits, vegetables, and nuts. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54, 9966–9977.

**Harris J.M., Kriedemann P.E., Possingham J.V. (1968).** Anatomical aspects of grape berry development. *Vitis* 7 (2), 106-119.

**Hashizume K., & Samuta T. (1999).** Grape maturity and light exposure affect berry methoxypyrazine concentration. *American Journal of Enology and Viticulture*, 50 (2), 194-198.

**He F., Mu L., Yan G.L., Liang N.N., Pan Q.H., Wang J., Reeves M.J., Duan C.Q. (2010).** Biosynthesis of anthocyanins and their regulation in colored grapes. *Molecules*, 15 (12), 9057-9091.

**He Z., Tao Y., Zeng M., Zhang S., Tao G., Qin F. & Chen J. (2016).** High pressure homogenization processing, thermal treatment and milk matrix affect in vitro bioaccessibility of phenolics in apple, grape and orange juice to different extents. *Food Chemistry*, 200, 107-116.

**Heim K.E., Tagliaferro A.R. & Bobilya D.J. (2002).** Flavonoid antioxidants: chemistry, metabolism and structure-activity relationships. *The Journal of Nutritional Biochemistry*, 13 (10), 572-584. [https://doi.org/10.1016/S0955-2863\(02\)00208-5](https://doi.org/10.1016/S0955-2863(02)00208-5).

**Hernandez-Jimenez A., Gomez-Plaza E., Martinez-Cutillas A., Kennedy J.A. (2009).** Grape skin and seed proanthocyanidins from Monastrell x Syrah grapes. *J. Agric. Food Chem.* 57, 10798–10803.

**Hsu Y.L., Liang H.L., Hung C.H. & Kuo P.L. (2009).** Syringetin, a flavonoid derivative in grape and wine, induces human osteoblast differentiation through bonemorphogenetic protein-2/extracellular signal-regulated kinase 1/2 pathway. *Molecular Nutrition & Food Research*, 53 (11), 1452–1461.

**Huglin P. & Schneider C. (1998).** Biologie et écologie de la vigne. Tec & doc, Paris.

**Hur S. J., Lim B.O., Decker E.A. & McClements D.J. (2011).** *In vitro* human digestion models for food applications. *Food Chemistry*, 125, 1-12.

## I

**Iacopini P., Baldi M., Storchi P. & Sebastiani L. (2008).** Catechin, epicatechin, quercetin, rutin and resveratrol in red grape: Content, in vitro antioxidant activity and interactions. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21(8), 589-598.

**INRAA. (2006).** Rapport National sur l'état des ressources phylogénétiques pour l'alimentation et l'agriculture

**Ioannou I., Hafsa I., Hamdi S., Charbonnel C. & Ghoum M. (2012).** Review of the effects of food processing and formulation on flavonol and anthocyanin behaviour. *Journal of Food Engineering*, 111 (2), 208-217.

**Ivanova V., Stefova M., Vojnoski B., Dörnyei Á., Márk L., Dimovska V., Stafilov T. & Kilár F. (2011).** Identification of polyphenolic compounds in red and white grape varieties grown in R.

Macedonia and changes of their content during ripening. *Food Research International*, 44 (9), 2851-2860.

## J

**Jakson R. (2008).** Wine Science, Third Edition : Principles and Applications (Food Science and Technology). Academic Press, 2008. ISBN 0123736463. URL <http://www.sciencedirect.com/science/book/9780123736468>.

**Javanmard M. & Endan J. (2010).** A survey on rheological properties of fruit jams. *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, 1 (1), 31.

**Jayasena V. & Cameron I. (2008).** ° Brix/acid ratio as a predictor of consumer acceptability of Crimson Seedless table grapes. *Journal of Food Quality*, 31 (6), 736-750.

**Jeszka-Skowron M. & Czarczyńska-Goślińska B. (2020).** Raisins and the other dried fruits: Chemical profile and health benefits. In *The Mediterranean Diet* (p.229-238). Academic Press.

**Jeszka-Skowron M., Zgoła-Grześkowiak A., Stanisław E., Waśkiewicz A. (2017).** Potential health benefits and quality of dried fruits: goji fruits, cranberries and raisins. *Food Chem*, 221, 228–236.

**Jing Y., Chen J. F., Zhao Y. Y. & Mao L. C. (2010).** Effects of drying processes on the antioxidant properties in sweet potatoes. *Agricultural Sciences in China*, 9 (10), 1522-1529.

**Jordão A.M. & Correia A.C. (2012).** Relationship Between Antioxidant Capacity, Proanthocyanidin and Anthocyanin Content During Grape Maturation of Touriga Nacional and Tinta Roriz Grape Varieties. *South African Journal of Enology & Viticulture*, 33 (2).

**Jordão A. M. & Cosme F. (2017).** Characterization and quantification of proanthocyanidins in grapes and wines: a review. *Advances in chemistry research*, 36, 1-40.

**Joshi A.P.K., Rupasinghe H. P. V. & Khanizadeh S. (2011).** Impact of drying processes on bioactive phenolics, vitamin C and antioxidant capacity of red-fleshed apple slices. *Journal of Food Processing and Preservation*, 35 (4), 453-457.

## K

**Kallithraka S., Salachaa M. I. & Tzouroua I. (2009).** Changes in phenolic composition and antioxidant activity of white wine during bottle storage: Accelerated browning test versus bottle storage. *Food Chemistry*, 113 (2), 500-505.

**Kamiloglu S., Demirci M., Selen S., Toydemir G., Boyacioglu D. & Çapanoglu E. (2014a).** Home processing of tomatoes (*Solanum lycopersicum*): effects on *in vitro* bioaccessibility of total lycopene, phenolics, flavonoids, and antioxidant capacity. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 94 (11), 2225-2233.

**Kamiloglu S., Pasli A.A., Ozcelik B. & Çapanoglu E. (2014b).** Evaluating the *in vitro* bioaccessibility of phenolics and antioxidant activity during consumption of dried fruits with nuts. *LWT-Food Science and Technology*, 56 (2), 284-289.

**Kamiloglu S. & Capanoglu E. (2015).** Polyphenol content in figs (*Ficus carica L.*): Effect of sun-drying. *International Journal of Food Properties*, 18(3), 521-535.

**Kamiloglu S., Pasli A.A., Ozcelik B., Van Camp J., & Çapanoglu E. (2015).** Influence of different processing and storage conditions on *in vitro* bioaccessibility of polyphenols in black carrot jams and marmalades. *Food chemistry*, 186, 74-82.

- Kamiloglu S., Toydemir G., Boyacioglu D., Beekwilder J., Hall R.D. & Çapanoglu E. (2016).** A review on the effect of drying on antioxidant potential of fruits and vegetables. *Critical reviews in food science and nutrition*, 56(sup1), S110-S129.
- Karadeniz F., Durst R.W. & Wrolstad R.E. (2000).** Polyphenolic composition of raisins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 (11), 5343-5350.
- Katalinić V., Možina S.S., Skroza D., Generalić I., Abramović H., Miloš M. & Boban, M. (2010).** Polyphenolic profile, antioxidant properties and antimicrobial activity of grape skin extracts of 14 *Vitis vinifera* varieties grown in Dalmatia (Croatia). *Food chemistry*, 119(2), 715-723.
- Kaulmann A., André C.M., Schneider Y.J., Hoffmann L. & Bohn T. (2016).** Carotenoid and polyphenol bioaccessibility and cellular uptake from plum and cabbage varieties. *Food chemistry*, 197, 325-332.
- Kelebek H., Jourdes M., Selli S. & Teissedre P. L. (2013).** Comparative evaluation of the phenolic content and antioxidant capacity of sun-dried raisins. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93 (12), 2963-2972.
- Kennedy J.A., Matthews M.A. & Waterhouse A.L. (2000).** Changes in grape seed polyphenols during fruit ripening. *Phytochemistry* 55 (1).
- Kennedy J. A., Hayasaka Y., Vidal S., Waters E.J. & Jones G.P. (2001).** Composition of grape skin proanthocyanidins at different stages of berry development. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49 (11), 5348-5355.
- Khan M.K., Ahmad K., Hassan S., Imran M., Ahmad N., & Xu C. (2018).** Effect of novel technologies on polyphenols during food processing. *In novative Food Science & Emerging Technologies*, 45, 361-381.
- Khan N., Fahad S., Naushad M. & Faisal S. (2020).** Grape Production Critical Review in the World. Available at SSRN 3595842.
- Kim D.O. & Padilla-Zakour O.I. (2004).** Jam processing effect on phenolics and antioxidant capacity in anthocyanin-rich fruits: Cherry, plum, and raspberry. *Journal of food science*, 69 (9), S395-S400.
- Kim S.Y., Jeong S.M., Park W.P., Nam K.C., Ahn D.U., Lee S.C. (2006).** Effect of heating conditions of grape seeds on the antioxidant activity of grape seed extracts. *Food Chem* 97, 472–479.
- Kitinoja L. & Kader A.A. (2015).** Measuring postharvest losses of fresh fruits and vegetables in developing countries. *PEF white paper*, 15, 26.
- Kobayashi H., Suzuki Y., Ajimura K., Konno T., Suzuki S. & Saito H. (2011).** Characterization of phenolic compounds biosynthesized in pink-colored skin of Japanese indigenous *Vitis vinifera* cv. *Koshu* grape. *Plant Biotechnology Reports*, 5 (1), 79-88.
- Koponen J. M., Happonen A.M., Mattila P. H. & Törrönen A.R. (2007).** Contents of anthocyanins and ellagitannins in selected foods consumed in Finland. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55 (4), 1612-1619.
- Kumaran A. (2006).** Antioxidant and free radical scavenging activity of an aqueous extract of *Coleus aromaticus*. *Food chemistry*, 97 (1), 109-114.
- Kurt-Celebi A., Colak N., Hayirlioglu-Ayaz S., Kostadinović Veličkovska S., Ilieva F., Esatbeyoglu T. & Ayaz F. A. (2020).** Accumulation of phenolic compounds and Antioxidant

capacity during berry development in Black 'Isabel' Grape (*Vitis vinifera* L. x *Vitis labrusca* L.). *Molecules*, 25 (17), 3845.

**Kuwajerwala N., Cifuentes E., Gautam S., Menon M., Barrack E.R., Reddy G.P.V. (2002).** Resveratrol induces prostate cancer cell entry into S phase and inhibits DNA synthesis. *Cancer Res.* 62, 2488-2492.

## L

**Lago-Vanzela E.S., Da-Silva R., Gomes E., García-Romero E. & Hermosín-Gutiérrez, I. (2011a).** Phenolic composition of the Brazilian seedless table grape varieties BRS Clara and BRS Morena. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59 (15), 8314-8323.

**Lago-Vanzela E.S., Da-Silva R., Gomes E., García-Romero E. & Hermosín-Gutiérrez I. (2011b)** Phenolic composition of the edible parts (flesh and skin) of *Bordô* grape (*Vitis labrusca*) using HPLC–DAD–ESI-MS/MS. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59 (24), 13136-13146.

**Laleh G.H., Frydoonfar H., Heidary R., Jameei R. & Zare S. (2006).** The effect of light, temperature, pH and species on stability of anthocyanin pigments in four *Berberis* species. *Pakistan Journal of Nutrition*, 5 (1), 90-92.

**Lamuela-Raventós R.M. (2015).** The tomato sauce making process affects the bioaccessibility and bioavailability of tomato phenolics: A pharmacokinetic study.

**Lazze M.C., Savio M., Pizzala R., Cazzalini O., Perucca P., Scovassi A.I., Stivala L.A., Bianchi L. (2004).** Anthocyanins induce cell cycle perturbations and apoptosis in different human cell lines. *Carcinogenesis*, 25, 1427-1433.

**Ledda S., Sanna G., Manca G., Franco M. A., & Porcu A. (2010).** Variability in flavonol content of grapes cultivated in two Mediterranean islands (Sardinia and Corsica). *Journal of food composition and analysis*, 23(6), 580-585.

**Lee C.C., Shen S.R., Lai Y.J. & Wu S.C. (2013).** Rutin and quercetin, bioactive compounds from tartary buckwheat, prevent liver inflammatory injury. *Food & function*, 4 (5), 794-802.

**Lee J., Durst R.W., Wrolstad R., Eisele T., Giusti MM., Hach J., Hofsommer H., Koswig S., Krueger D.A., Kupina S., Martin S.K., Martinsen B.K., Miller T.C...& Paquette F. (2005).** Determination of total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants, and wines by the pH differential method: collaborative study. *Journal of AOAC international*, 88 (5), 1269-1278.

**Leong S.Y., Burritt D.J. & Oey I. (2016).** Evaluation of the anthocyanin release and health-promoting properties of *Pinot Noir* grape juices after pulsed electric fields. *Food Chemistry*, 196, 833-841.

**Levadoux L. (1956).** Les populations sauvages et cultivées de *Vitis vinifera* L. *Annales de l'Amélioration des Plantes* 1, 59-118.

**Levadoux L., Benabderrabou A. & Douaouri B. (1971).** Ampélographie Algérienne. Cépage de uve et de table ultivé en Algérie. SNED 119 p.

**Li L. & Sun B. (2019).** Grape and wine polymeric polyphenols: Their importance in enology. *Critical reviews in food science and nutrition*, 59 (4), 563-579.

**Li Z., Jiang H., Xu C. & Gu L. (2015).** A review: Using nanoparticles to enhance absorption and bioavailability of phenolic phytochemicals. *Food Hydrocolloids*, 43, 153-164.

**Liang N.N., He F., Bi H. Q., Duan C.Q., Reeves M. J. & Wang J. (2012).** Evolution of flavonols in berry skins of different grape cultivars during ripening and a comparison of two vintages. *European Food Research and Technology*, 235 (6), 1187-1197.

**Lima M.T.R., Waffo-Téguo P., Teissedre P.L., Pujolas A., Vercauteren J... & Cabanis J.C. (1999).** Determination of stilbenes (trans-astringin, cis- and trans-piceid, and cis- and trans-resveratrol) in Portuguese wines. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47 (7), 2666-2670.

**Lingua M.S., Fabani M.P., Wunderlin D.A. & Baroni M.V. (2016).** *In vivo* antioxidant activity of grape, pomace and wine from three red varieties grown in Argentina: Its relationship to phenolic profile. *Journal of Functional Foods*, 20, 332-345.

**Lingua M.S., Wunderlin D.A. & Baroni M.V. (2018).** Effect of simulated digestion on the phenolic components of red grapes and their corresponding wines. *Journal of Functional Foods*, 44, 86-94.

**Lingua M. S., Theumer M. G., Kruzynski P., Wunderlin D. A. & Baroni M. V. (2019).** Bioaccessibility of polyphenols and antioxidant properties of the white grape by simulated digestion and Caco-2 cell assays: Comparative study with its winemaking product. *Food Research International*, 122, 496-505.

**Liu Z., Li D., Yu L. & Niu F. (2012).** Gallic acid as a cancer-selective agent induces apoptosis in pancreatic cancer cells. *Chemotherapy*, 58 (3), 185-194.

**Locatelli M., Travaglia F., Coisson J.D., Bordiga M., & Arlorio M. (2016).** Phenolic composition of Nebbiolo grape (*Vitis vinifera* L.) from Piedmont: characterization during ripening of grapes selected in different geographic areas and comparison with Uva Rara and Vespolina cv. *European Food Research and Technology*, 242 (7), 1057-1068.

## M

**Manach C., Williamson G., Morand C., Scalbert A. & Rémésy C. (2005).** Bioavailability and bioefficacy of polyphenols in humans. I. Review of 97 bioavailability studies. *The American journal of clinical nutrition*, 81 (1), 230S-242S.

**Marquez A., Serratos M.P., Lopez-Toledano A. & Merida J. (2012).** Colour and phenolic compounds in sweet red wines from *Merlot* and *Tempranillo* grapes chamber-dried under controlled conditions. *Food Chemistry*, 130 (1), 111-120.

**Martínez-Huélamo M., Tulipani S., Estruch R., Escribano E., Illán M., Corella D., Martinsen B. K., Aaby K. & Skrede G. (2020).** Effect of temperature on stability of anthocyanins, ascorbic acid and color in strawberry and raspberry jams. *Food chemistry*, 316, 126-297.

**Mattivi F., Guzzon R., Vrhovsek U., Stefanini M., Velasco R. (2006).** Metabolite profiling of grape: flavonols and anthocyanins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 54, 7692-7702

**Mazza G., Fukumoto L., Delaquis P., Girard B. & Ewert B. (1999).** Anthocyanins, phenolics, and color of *Cabernet franc*, *Merlot*, and *Pinot noir* wines from British Columbia. *Journal of agricultural and food chemistry*, 47 (10), 4009-4017.

**McRae J.M. & Kennedy J.A. (2011).** Wine and grape tannin interactions with salivary proteins and their impact on astringency: a review of current research. *Molecules*, 16 (3), 2348-2364.

**Mencarelli F., Bellincontro A., Nicoletti I., Cirilli M., Muleo R. & Corradini D. (2010).** Chemical and biochemical change of healthy phenolic fractions in winegrape by means of postharvest dehydration. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58 (13), 7557-7564.

**Meng J., Fang Y., Zhang A., Chen S., Xu T., Ren Z., Han G., Liu J., Li H., Zhang Z. & Wang H. (2011).** Phenolic content and antioxidant capacity of Chinese raisins produced in Xinjiang Province. *Food Research International*, 44, 2830-2836.

**Miletic N., Mitrovic O., Popovic B., Nedovic V., Zlatkovic B. & Kandic M. (2013).** Polyphenolic content and antioxidant capacity in fruits of plum (*Prunus domestica* L.) cultivars “Valjevka” and “Mildora” as influenced by air drying. *J. Food Qual*, 36, 229-237

**Miller N.J. & Rice-Evans C.A. (1997).** Factors influencing the antioxidant activity determined by the ABTS<sup>•+</sup> radical cation assay. *Free radical research*, 26 (3), 195-199.

**Minekus M., Alminger M., Alvito P., Ballance S., Bohn T. O. R. S. T. E. N., Bourlieu C., Carrière F., Boutrou R., Corredig M., Dupont D., Dufour C., Egger L., Golding M. et al. (2014).** A standardised static in vitro digestion method suitable for food—an international consensus. *Food & function*, 5 (6), 1113-1124.

**Mishra D. K., Dolan K. D. & Yang L. (2008).** Confidence intervals for modeling anthocyanin retention in grape pomace during nonisothermal heating. *Journal of Food Science*, 73 (1), E9-E15.

**Monagas M., Bartolomé B., & Gómez-Cordovés C. (2005).** Up dated knowledge about the presence of phenolic compounds in wine. *Critical reviews in food science and nutrition*, 45 (2), 85-118.

**Monagas M., Suárez R., Gómez-Cordovés C. & Bartolomé B. (2005).** Simultaneous determination of nonanthocyanin phenolic compounds in red wines by HPLCDAD/ ESI-MS. *American Journal of Enology and Viticulture*, 56, 139-147.

**Monrose G.S. (2009).** Standardisation d’une formulation de confiture de chadèque et évaluation des paramètres physico-chimiques, microbiologiques et sensoriels. *Mémoire de Master de l’Université d’Etat d’Haïti, option agronomie, Port-au-Prince, Haïti.* p.43-70.

**Moreno, J.J., Cerpa-Calderón, F., Cohen, S.D., Fang, Y., Qian, M., Kennedy, J.A., (2008).** Effect of postharvest dehydration on the composition of pinot noir grapes (*Vitis vinifera* L.) and wine. *Food Chem.* 109, 755-762.

**Moreno-Labanda J.F., Mallavia R., Pérez-Fons L., Lizama V., Saura D., & Micol V. (2004).** Determination of piceid and resveratrol in spanish wines deriving from Monastrell (*Vitis vinifera* L.) grape variety. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52 (17), 5396–5403.

**Moreno-Montoro M., Olalla-Herrera M., Gimenez-Martinez R., Navarro-Alarcon M. & Rufián-Henares J. A. (2015).** Phenolic compounds and antioxidant activity of Spanish commercial grape juices. *Journal of Food Composition and Analysis*, 38, 19-26.

**Mulet A., Berna A., Rossello C., & Canellas J. (1993).** Analysis of open sun drying experiments. *Drying technology*, 11 (6), 1385-1400.

**Muñoz S., Mestres M., Busto O. & Guasch J. (2008).** Determination of some flavan-3-ols and anthocyanins in red grape seed and skin extracts by HPLC-DAD: validation study and response comparison of different standards. *Analytica Chimica Acta*, 628 (1), 104-110.

## N

**Nayak B., Liu R. H. & Tang J. (2015).** Effect of processing on phenolic antioxidants of fruits, vegetables, and grains—a review. *Critical reviews in food science and nutrition*, 55 (7), 887-918.

**Naziri E., Nenadis N., Mantzouridou F.T. & Tsimidou M.Z. (2014).** Valorization of the major agrifood industrial by-products and waste from Central Macedonia (Greece) for the recovery of compounds for food applications. *Food Research International*, 65, 350-358.

Netzel M., Strass G., Bitsch I., Könitz R., Christmann M. & Bitsch R. (2003). Effect of grape processing on selected antioxidant phenolics in red wine. *Journal of Food Engineering*, 56 (2-3), 223-228.

Nicoli M. C., Anese M. & Parpinel M. (1999). Influence of processing on the antioxidant properties of fruit and vegetables. *Trends in Food Science & Technology*, 10 (3), 94-100.

## O

AOAC. (1990). official methods of analysis of AOAC international ,17 éme ed .Gathersburg, USA.

OIV, FAO. (2016). FAO-OIV Focus Table and Dried Grapes. *Volume I7042*. FAO, 64.

OMS. (2019). Augmenter la consommation de fruits et légumes pour réduire le risque de maladies non transmissibles. Bibliothèque électronique de données factuelles pour les interventions nutritionnelles (eLENA). [www.who.int/elena/titles/fruit-vegetables\\_ncds/fr](http://www.who.int/elena/titles/fruit-vegetables_ncds/fr).

Ouchemoukh S., Hachoud S., Boudraham H., Mokrani A. & Louaileche H. (2012). Antioxidant activities of some dried fruits consumed in Algeria. *LWT-Food Science and Technology*, 49 (2), 329-332.

Ozela F.E., Stringheta P.C. & Cano Chauca M. (2007). Stability of anthocyanin in spinach vine (*Basella rubra*) fruits. *Ciencia e investigación agraria*, 34 (2), 115-120.

Özyürek M., Güçlü K. & Apak R. (2011). The main and modified CUPRAC methods of antioxidant measurement. *Trac-Trend. Anal. Chem.*, 30 (4), 652-664

## P

Page D., Van Stratum E., Degrou A. & Renard C.M. (2012). Kinetics of temperature increase during tomato processing modulate the bioaccessibility of lycopene. *Food chemistry*, 135 (4), 2462-2469.

Panagopoulou E.A., Chiou A., Nikolidaki E.K., Christea M. & Karathanos V.T. (2019). Corinthian raisins (*Vitis vinifera* L., var. *Apyrena*) antioxidant and sugar content as affected by the drying process: a 3-year study. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 99 (2), 915-922.

Panceri C.P., Gomes T.M., De Gois J. S., Borges D.L. & Bordignon-Luiz M.T. (2013). Effect of dehydration process on mineral content, phenolic compounds and antioxidant activity of Cabernet Sauvignon and Merlot grapes. *Food Research International*, 54 (2), 1343-1350.

Panico A.M., Cardile V., Avondo S., Garufi F., Gentile B., Puglia C., Bonina F., Santagati N.A., Ronsisvalle G. (2006). The *in vitro* effect of a lyophilized extract of wine obtained from Jacquez grapes on human chondrocytes. *Phytomedicine* 13, 522–526.

Parker T.L., Wang X. H., Pazmiño J. & Engeseth N.J. (2007). Antioxidant capacity and phenolic content of grapes, sun-dried raisins, and golden raisins and their effect on ex vivo serum antioxidant capacity. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55 (21), 8472-8477.

Pastrana-Bonilla E., Akoh C.C., Sellappan S., Krewer G. (2003). Phenolic content and antioxidant capacity of muscadine grapes. *J. Agric. Food Chem.* 51, 5497–4503.

Patras A., Brunton N.P., O'Donnell C. & Tiwari B.K. (2010). Effect of thermal processing on anthocyanin stability in foods; mechanisms and kinetics of degradation. *Trends in Food Science & Technology*, 21(1), 3-11.

- Pedneault K., Dubé G. & Turcotte I. (2012).** L'évaluation de la maturité du raisin par analyse sensorielle : Un outil d'aide à la décision. *Agriculture Peherie et Alimentation*, Québec.1-9.
- Peinado J., De Lerma N.L. & Peinado R.A. (2010).** Synergistic antioxidant interaction between sugars and phenolics from a sweet wine. *European Food Research and Technology*, 231 (3), 363-370.
- Peinado J., de Lerma N.L., Peralbo-Molina A., Priego-Capote F., de Castro C. & McDonagh B. (2013).** Sunlight exposure increases the phenolic content in postharvested white grapes. An evaluation of their antioxidant activity in *Saccharomyces cerevisiae*. *Journal of Functional Foods*, 5 (4), 1566-1575.
- Perestrelo R., Lu Y., Santos S.A., Silvestre A.J., Neto C.P., Câmara J.S. & Rocha S.M. (2012).** Phenolic profile of *Sercial* and *Tinta Negra* (*Vitis vinifera* L.) grape skins by HPLC–DAD–ESI–MSn: Novel phenolic compounds in *Vitis vinifera* L. grape. *Food chemistry*, 135 (1), 94-104.
- Perestrelo R., Silva C., Pereira J. & Câmara J.S. (2014).** Healthy effects of bioactive metabolites from *Vitis vinifera* L. grapes: A review. *Grapes: Production, phenolic composition and potential biomedical effects*, 305-338.
- Pérez-Jiménez J., Arranz S., Taberner M., Díaz-Rubio M.E., Serrano J., Goñi I. & Saura-Calixto F. (2008).** Updated methodology to determine antioxidant capacity in plant foods, oils and beverages: Extraction, measurement and expression of results. *Food research international*, 41 (3), 274-285.
- Pérez-Navarro J., Izquierdo-Cañas P.M., Mena-Morales A., Martínez-Gascueña J., Chacón-Vozmediano J.L., García-Romero E. & Gómez-Alonso S. (2019).** Phenolic compounds profile of different berry parts from novel *Vitis vinifera* L. red grape genotypes and Tempranillo using HPLC-DAD-ESI-MS/MS: A varietal differentiation tool. *Food chemistry*, 295, 350-360.
- Piffaut B., Kader F., Girardin M. & Metche M. (1994).** Comparative degradation pathways of malvidin 3, 5-diglucoside after enzymatic and thermal treatments. *Food Chemistry*, 50 (2), 115-120.
- Piga A., Del Caro A. & Corda G. (2003).** From plums to prunes: influence of drying parameters on polyphenols and antioxidant activity. *Journal of agricultural and food chemistry*, 51 (12), 3675-3681.
- Pinasseau L., Vallverdú-Queralt A., Verbaere A., Roques M., Meudec E., Le Cunff L... & Cheynier V. (2017).** Cultivar diversity of grape skin polyphenol composition and changes in response to drought investigated by LC-MS based metabolomics. *Frontiers in plant science*, 8, 1826.
- Pinent M., Castell A., Baiges I., Montagut G., Arola L., & Ardévol A. (2008).** Bioactivity of flavonoids on insulin-secreting cells. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 7 (4) 299-308.
- Pop A., Muste S., Păucean A., Pop C., Salanță L., Man S. & Mureșan A. (2015).** Jam Processing on Concord Grapes Variety Polyphenols and Antioxidant Capacity. *Bulletin UASVM Food Science and Technology*, 72, 2.
- Possemiers S., Bolca S., Grootaert C., Heyerick A., Decroos K., Dhooge W... & Van de Wiele T. (2006).** The prenylflavonoid isoxanthohumol from hops (*Humulus lupulus* L.) is activated into the potent phytoestrogen 8-prenylnaringenin *in vitro* and in the human intestine. *The Journal of nutrition*, 136 (7), 1862-1867.
- Possemiers S., Bolca S., Verstraete W. & Heyerick A. (2011).** The intestinal microbiome: A separate organ inside the body with the metabolic potential to influence the bioactivity of botanicals. *Fitoterapia*, 82, 53-66.

Possner D.E. & Kliewer W.M. (1985). The localisation of acids, sugars, potassium and calcium in developing grape berries. *Vitis*, 24 (4), 229-240.

Price S. F., Breen P. J., Valladao M. & Watson B. T. (1995). Cluster sun exposure and quercetin in Pinot noir grapes and wine. *American Journal of Enology and Viticulture*, 46 (2), 187-194.

Puértolas E., López N., Condón S., Álvarez I. & Raso J. (2010). Potential applications of PEF to improve red wine quality. *Trends in Food Science & Technology*, 21(5), 247-255.

Pugajeva I, Perkons I. & G'orna's P. (2018). Identification and determination of stilbenes by Q TOF in grape skins, seeds, juice and stems, *Journal of Food Composition and Analysis* 74, 44-52

## Q

Qian Y.P., Cai Y.J., Fan G.J., Wei Q.Y., Yang J., Zheng L.F., Li X.Z., Fang J.G., Zhou B. (2009). Antioxidant-based lead discovery for cancer chemoprevention: the case of resveratrol. *J. Med. Chem.* 52, 1963-1974.

Qin L., Wang H., Zhang W., Pan M., Xie H. & Guo X. (2020). Effects of different drying methods on phenolic substances and antioxidant activities of seedless raisins. *LWT*, 131, 109807.

Qotidien d'Oran (2017). <https://www.djazairress.com/fr/lqo/5249730> (consulté le 2-06-2020).

## R

Rababah T.M., Al-Mahasneh M.A., Kilani I., Yang W., Alhamad M.N., Ereifej K. & Al-u'datt M. (2011). Effect of jam processing and storage on total phenolics, antioxidant activity, and anthocyanins of different fruits. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91 (6), 1096-1102.

Rababah T.M., Al-u'datt M., Almajwal A., Brewer S., Feng H., Al-Mahasneh M. & Yang W. (2012). Evaluation of the nutraceutical, physiochemical and sensory properties of raisin jam. *Journal of Food Science*, 77 (6), C609-C613.

Rababah T.M. & Brewer S. (2015). Jam processing and impact on composition of active compounds. In *Processing and impact on active components in food* (p.681-687). Academic Press.

Rasines-Perea Z. & Teissedre P.L. (2017). Grape polyphenols' effects in human cardiovascular diseases and diabetes. *Molecules*, 22 (1), 68.

Rawson A., Koidis A., Rai D.K., Tuohy M. & Brunton N. (2010). Influence of sous vide and water immersion processing on polyacetylene content and instrumental color of parsnip (*Pastinaca sativa*) disks. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58 (13), 7740-7747.

Re R., Pellegrini N., Proteggente A., Pannala A., Yang M. & Rice-Evans C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radic. Biol. Med*, 26 (9-10), 1231.

Rebello L.P.G., Lago-Vanzela E.S., Barcia M.T., Ramos A.M., Stringheta P.C., Da-Silva R., Hermosín-Gutiérrez I. (2013). Phenolic composition of the berry parts of hybrid grape cultivar BRS Violeta (BRS Rubea × IAC 1398-21) using HPLC–DAD–ESI-MS/MS. *Food Research International*, 54 (1), 354-366.

Rein M. (2005). Copigmentation reactions and color stability of berry anthocyanins. University of Helsinki., Department of Applied Chemistry and Microbiology, *Food Chemistry Division, Helsinki*, 10-14.

- Rein, M. (2005).** Copigmentation reactions and color stability of berry anthocyanins.
- Revilla E. & Ryan J.M. (2000).** Analysis of several phenolic compounds with potential antioxidant properties in grape extracts and wines by high-performance liquid chromatography-photodiode array detection without sample preparation. *Journal of Chromatography A* 881, 169–461.
- Rhim J.W. (2002).** Kinetics of thermal degradation of anthocyanin pigment solutions driven from red flower cabbage. *Food Science and Biotechnology*, 11 (4), 361-364.
- Ribéreau-Gayon P., Glories Y., Maujean, A. & Dubourdieu D. (2006).** Handbook of enology, Volume 2: The Chemistry of Wine, Stabilization And Treatments. John Wiley & Sons.
- Ribéreau-Gayon, P., Dubourdieu, D., Donèche, B., & Lonvaud, A. (2006).** *Handbook of enology, Volume 1: The microbiology of wine and vinifications* (Vol. 1). John Wiley & Sons.
- Robinson S.P. & DAVIES, C. (2000).** Molecular biology of grape berry ripening. *Australian journal of grape and wine research*, 6 (2), 175-188.
- Rodriguez-Casado A. (2016).** The health potential of fruits and vegetables phytochemicals: notable examples. *Critical reviews in food science and nutrition*, 56 (7), 1097-1107.
- Rodríguez Montealegre R., Romero Peces R., Chaco'n Vozmediano J.L., Martí'nez Gascuena J., García Romero E. (2006).** Phenolic compounds in skins and seeds of ten grape *Vitis Vinifera* varieties grown in a warm climate. *J. Food Compos. Anal.* 19, 687-693
- Rodriguez-Vaquero M.J., Alberto M.R. & Manca-de-Nadra M.C. (2007).** Antibacterial effect of phenolic compounds from different wines. *Food Control.* 18, 93–101.
- Rolim de Moura S.C.S., da Rocha Tavares P.E., Germer S.P.M., Nisida A.L.A.C., Alves, A.B. & Kanaan A. S. (2012).** Degradation kinetics of anthocyanin of traditional and low-sugar blackberry jam. *Food and Bioprocess Technology*, 5 (6), 2488-2496.
- Romay C., Ledon N. & Gonzalez R. (1998).** Further studies on anti-inflammatory activity of phycocyanin in some animal models of inflammation. *Inflamm. Res.* 47, 334-338.
- Rösti J. et Belcher S. (2010).** Récolter le raisin à maturité optimale avec des outils du futur. *Revue suisse Viticulture, Arboriculture, Horticulture*, 42 (5), 328-330.
- Ruf J.C., Berger J.L. & Renaud S. (1995).** Platelet rebound effect of alcohol withdrawal and wine drinking in rats: Relation to tannins and lipid peroxidation. *Arteriosclerosis, thrombosis, and vascular biology*, 15 (1), 140-144.
- Ruiz M.J., Zea L., Moyano L. & Medina M. (2010).** Aroma active compounds during the drying of grapes cv. Pedro Ximenez destined to the production of sweet Sherry wine. *European Food Research and Technology*, 230 (3), 429-435.

## S

- Sagar V.R. & Kumar P.S. (2010).** Recent advances in drying and dehydration of fruits and vegetables: a review. *Journal of food science and technology*, 47 (1), 15-26.
- Samoticha J., Wojdyło A. & Golis T. (2017).** Phenolic composition, physicochemical properties and antioxidant activity of interspecific hybrids of grapes growing in Poland. *Food Chemistry*, 215, 263-273.
- Sánchez-Moreno C., Cano M.P., De Ancos B., Plaza L., Olmedilla B., Granado F., Martín A. (2004).** Consumption of high-pressurized vegetable soup increases plasma vitamin C and decreases

oxidative stress and inflammatory biomarkers in healthy humans. *The Journal of Nutrition*, 134, 3021-3025

**Sánchez-Moreno C., De Ancos B., Plaza L., Elez-Martínez P. & Cano M.P. (2009).** Nutritional approaches and health-related properties of plant foods processed by high pressure and pulsed electric fields. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 49, 552-576.

**Santos L.P., Morais D.R., Souza N.E., Cottica S.M., Boroski M. & Visentainer J.V. (2011).** Phenolic compounds and fatty acids in different parts of *Vitis labrusca* and *V. vinifera* grapes. *Food Research International*, 44 (5), 1414-1418.

**Sarni-Manchado P., Fulcrand H., Souquet J. M., Cheynier V. & Moutounet M. (1996).** Stability and color of unreported wine anthocyanin-derived pigments. *Journal of Food Science*, 61 (5), 938-941.

**Serratos M.P., Marquez A., Lopez-Toledano A., Medina M., & Merida J. (2011).** Changes in hydrophilic and lipophilic antioxidant activity in relation to their phenolic composition during the chamber drying of red grapes at a controlled temperature. *Journal of agricultural and food chemistry*, 59 (5), 1882-1892.

**Serratos M.P., Marquez A., Moyano L., Zea L., & Merida J. (2014).** Chemical and morphological characterization of Chardonnay and Gewürztraminer grapes and changes during chamber-drying under controlled conditions. *Food chemistry*, 159, 128-136.

**Shalaby E.A. & Shanab S.M. (2013).** Antioxidant compounds, assays of determination and mode of action. *African journal of pharmacy and pharmacology*, 7 (10), 528-539.

**Silva B.M., Andrade P.B., Valentão P., Ferreres F., Seabra R.M., & Ferreira M.A. (2004).** Quince (*Cydonia oblonga* Miller) fruit (pulp, peel, and seed) and jam: antioxidant activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52 (15), 4705-4712.

**Silva L. R. & Queiroz M. (2016).** Bioactive compounds of red grapes from Dão region (Portugal): Evaluation of phenolic and organic profile. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 6 (4), 315-321.

**Sochor J., Zitka O., Skutkova H., Pavlik D., Babula P., Krska B., Horna A., Adam V., Provaznik I. & Kizek R. (2010).** Content of Phenolic Compounds and Antioxidant Capacity in Fruits of Apricot Genotypes. *Molecules*. 15, 6285-6305.

**Soleas G.J., Dam J., Carey M. & Goldberg D.M. (1997).** Toward the fingerprinting of wines: cultivar-related patterns of polyphenolic constituents in Ontario wines. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45 (10), 3871-3880.

**Song J., Smart R., Wang H., Damberg B., Sparrow A. & Qian M.C. (2015).** Effect of grape bunch sunlight exposure and UV radiation on phenolics and volatile composition of *Vitis vinifera* L. cv. Pinot noir wine. *Food chemistry*, 173, 424-431.

**Souquet J.M., Cheynier V., Brossaud F. & Moutounet M. (1996).** Polymeric proanthocyanidins from grape skins. *Phytochemistry*, 43 (2), 509-512.

**Su T.R., Lin J.J., Tsai C.C., Huang, T.K., Yang Z.Y., Wu M.O... & Wu Y.J. (2013).** Inhibition of melanogenesis by gallic acid: possible involvement of the PI3K/Akt, MEK/ERK and Wnt/ $\beta$ -catenin signaling pathways in B16F10 cells. *International Journal of Molecular Sciences* 14, 20443-20458.

**Sun B., Ribes A.M., Leandro M.C., Belchior A.P. & Spranger M.I. (2006).** Stilbenes: quantitative extraction from grape skins, contribution of grape solids to wine and variation during wine maturation. *Analytica Chimica Acta* 563, 382-390.

**Suzme S., Boyacioglu D. Toydemir G. & Çapanoglu E. (2014).** Effect of industrial juice concentrate processing on phenolic profile and antioxidant capacity of black carrots. *International Journal of Food Science & Technology*, 49, 819- 829.

## T

**Tavares L., Figueira I., Macedo D., McDougall G.J., Leitão M.C., Vieira H.L...& Santos C.N. (2012).** Neuroprotective effect of blackberry (*Rubus sp.*) polyphenols is potentiated after simulated gastrointestinal digestion. *Food chemistry*, 131 (4), 1443-1452.

**Teissedre P. L., Frankel E. N., Waterhouse A. L., Peleg H. & German J. B. (1996).** Inhibition of *In vitro* human LDL oxidation by phenolic antioxidants from grapes and wines. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 70 (1), 55-61.

**Tembo D. T., Holmes M. J. & Marshall L. J. (2017).** Effect of thermal treatment and storage on bioactive compounds, organic acids and antioxidant activity of baobab fruit (*Adansonia digitata*) pulp from Malawi. *Journal of Food Composition and Analysis*, 58, 40-51.

**Terra X., Montagut G., Bustos M., Llopiz N., Ardevol A., Blade C., Fernandez-Larrea J., Pujadas G., Salvado J. & Arola L. (2009).** Grape-seed procyanidins prevent low-grade inflammation by modulating cytokine expression in rats fed a high-fat diet. *J. Nutr. Biochem*, 20, 210–218.

**This P., Lacombe T. & Thomas M.R. (2006)** Historical origins and genetic diversity of wine grapes. *Trends in Genetics*, 22, 511-519.

**Thimothe J., Bonsi I.A. & Padilla-Zakour O.I. (2007).** Chemical characterization of red wine grape (*Vitis vinifera* and *Vitis Interspecific Hybrids*) and pomace phenolic extracts and their biological activity against *Streptococcus mutans*. *J. Agric. Food Chem.* 55, 10200–10207.

**Ting Y., Zhao Q., Xia C. & Huang Q. (2015).** Using *in vitro* and *in vivo* models to evaluate the oral bioavailability of nutraceuticals. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 63 (5), 1332-1338.

**Tiwari U. & Cummins E. (2013).** Factors influencing levels of phytochemicals in selected fruit and vegetables during pre-and post-harvest food processing operations. *Food Research International*, 50 (2), 497-506.

**Tomas M., Toydemir G., Boyacioglu D., Hall R., Beekwilder J. & Capanoglu E. (2015).** The effects of juice processing on black mulberry antioxidants. *Food chemistry*, 186, 277-284.

**Tomás-Navarro M., Vallejo F., Sentandreu E., Navarro J.L. & Tomás-Barberán F.A. (2014).** Volunteer stratification is more relevant than technological treatment in orange juice flavanone bioavailability. *Journal of agricultural and food chemistry*, 62 (1), 24-27.

**Topalović A., Knežević M., Bajagić B., Ivanović L., Milašević I., Đurović D., Mugoša B., Podolski-Renić A. & Pešić M. (2020).** Grape (*Vitis vinifera* L.): health benefits and effects of growing conditions on quality parameters. In *Biodiversity and Biomedicine* (p.385-401). Academic Press.

**Torchio F., Urcan D.E., Lin L., Gerbi V., Giacosa S., Segade S.R., Pop N., Lambri M. & Rolle L. (2016).** Influence of different withering conditions on phenolic composition of Avana, Chatus and Nebbiolo grapes for the production of Reinforced' wines. *Food Chemistry*, 194, 247–256.

**Toumi M. (2006).** Evaluation de l'état nutritionnel du vignoble de table. Thèse de doctorat d'Etat en sciences agronomiques. Institut National Agronomique El Harrach. Alger.

**Tucker G. & Robards K. (2008).** Bioactivity and structure of biophenols as mediators of chronic diseases. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 48 (10), 929-966.

**Tydeman E.A., Parker M.L., Faulks R.M., Cross K.L., Fillery-Travis A., Gidley M.J., Rich G.T., Waldron K.W. (2010).** Effect of carrot (*Daucus carota*) microstructure on carotene bioaccessibility in the upper gastrointestinal tract. (*In vivo* digestions). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58, 9855-9860.

## U

**Ünal M.Ü. & Şener A. (2006).** Determination of some biochemical properties of polyphenol oxidase from Emir grape (*Vitis vinifera* L., cv. Emir). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86 (14), 2374-2379.

## V

**Valentová K., Vrba J., Bancířová M., Ulrichová J. & Křen V. (2014).** Isoquercitrin: pharmacology, toxicology, and metabolism. *Food and Chemical Toxicology*, 68, 267-282.

**Valero E.D., Sanchez-Ferrer A., Varon R. & Garcia-Carmona F. (1989).** Evolution of grape polyphenol oxidase activity and phenolic content during maturation and vinification. *Vitis*, 28 (2), 85-95.

**Van Buggenhout S., Alminger M., Lemmens L., Colle I., Knockaert G., Moelants K., Van Loey A. & Hendrickx M. (2010).** *In vitro* approaches to estimate the effect of food processing on carotenoid bioavailability need thorough understanding of process induced microstructural changes. *Trends in Food Science & Technology*, 21 (12), 607-618.

**Van Der Sluis A.A., Dekker M., Skrede, G. & Jongen W.M. (2002).** Activity and concentration of polyphenolic antioxidants in apple juice: Effect of existing production methods. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50 (25), 7211-7219.

**Vanzo A., Cecotti R., Vrhovsek U., Torres A. M., Mattivi F. & Passamonti S. (2007).** The fate of trans-caftaric acid administered into the rat stomach. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55 (4), 1604-1611.

**Vermerris W. & Nicholson R. (2006).** Phenolic Compound Biochemistry. Springer, 276p.

**Vinson J.A., Zubik L., Bose P., Samman N. & Proch J. (2005).** Dried fruits: Excellent *in vitro* and *in vivo* antioxidants. *Journal of the American College of Nutrition*, 24, 44-50.

**Volden J., Bengtsson G.B. & Wicklund T. (2009).** Glucosinolates, l-ascorbic acid, total phenols, anthocyanins, antioxidant capacities and colour in cauliflower (*Brassica oleracea* L. ssp. *botrytis*); effects of long-term freezer storage. *Food Chemistry*, 112 (4), 967-976

## W

**Wang S., Amigo-Benavent M., Mateos R., Bravo L. & Sarriá B. (2016).** Effects of *in vitro* digestion and storage on the phenolic content and antioxidant capacity of a red grape pomace. *International journal of food sciences and nutrition*, 68(2), 188-200.

**Wang T., He F. & Chen G. (2014).** Improving bioaccessibility and bioavailability of phenolic compounds in cereal grains through processing technologies: A concise review. *Journal of Functional Foods*, 7, 101-111.

**Wang T., Liu L., Rakhmanova A., Wang X., Shan Y., Yi Y. & Lü X. (2020).** Stability of bioactive compounds and in vitro gastrointestinal digestion of red beetroot jam: Effect of processing and storage. *Food Bioscience*, 38, 100788.

**Williamson G. & Carughi A. (2010).** Polyphenol content and health benefits of raisins. *Nutrition Research*, 30 (8), 511-519.

**Winkler, A. J. (1974).** General viticulture. Univ of California Press.

**Wojdylo A., Oszmiański J. & Bielicki P. (2013).** Polyphenolic composition, antioxidant activity, and polyphenol oxidase (PPO) activity of quince (*Cydonia oblonga* Miller) varieties. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61 (11), 2762-2772.

## X

**Xia E.Q., Deng G.F., Guo Y.J. & Li H.B. (2010).** Biological activities of polyphenols from grapes. *International journal of molecular sciences*, 11 (2), 622-646.

**Xu C., Zhang Y., Zhu L., Huang Y. & Lu J. (2011).** Influence of growing season on phenolic compounds and antioxidant properties of grape berries from vines grown in subtropical climate. *Journal of agricultural and food chemistry*, 59 (4), 1078-1086.

## Y

**Yadav M., Jain S., Bhardwaj A., Nagpal R., Puniya M., Tomar R. & Yadav H. (2009).** Biological and medicinal properties of grapes and their bioactive constituents: an update. *Journal of medicinal food*, 12 (3), 473-484.

**Yalcin H. & Çapar T. D. (2017).** Bioactive compounds of fruits and vegetables. In *Minimally Processed Refrigerated Fruits and Vegetables* (p.723-745). Springer, Boston, MA.

**Yilmaz Y., & Toledo R. T. (2004).** Major flavonoids in grape seeds and skins: antioxidant capacity of catechin, epicatechin, and gallic acid. *Journal of agricultural and food chemistry*, 52 (2), 255-260.

**You H.J., Ahn H.J. et Ji G.E. (2010).** Transformation of rutin to antiproliferative quercetin-3-glucoside by *Aspergillus niger*. *Journal of agricultural and food chemistry*, 58 (20), 10886-10892.

## Z

**Zemni H., Sghaier A., Khiari R., Chebil S., Ismail H. B., Nefzaoui R., Hamdi Z. & Lasram S. (2017).** Physicochemical, phytochemical and mycological characteristics of italia *muscat* raisins obtained using different pre-treatments and drying techniques. *Food and bioprocess technology*, 10 (3), 479-490.

**Zhou K. & Raffoul J.J. (2012).** Potential Anticancer Properties of Grape Antioxidants. *Journal of Oncology*.

**Zhu F., Du B. & Li J. (2015).** Recent advance on the antitumor and antioxidant activity of grape seed extracts. *International Journal of Wine Research*, 7, 63-67.

**Zhu L., Zhang Y., & Lu J. (2012).** Phenolic contents and compositions in skins of red wine grape cultivars among various genetic backgrounds and originations. *International journal of molecular sciences*, 13(3), 3492-3510.

**Zoubiri L. & Barkat M. (2015).** Investigation of the grapes' traditional drying in the region of tademait, tizi ouzou, algeria. *Obuda University e-Bulletin*, 5 (1), 197.

---

# **Annexes**

---

**Annexe I. Divers photographiés (dont raisins frais et raisins séchés (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*))**



**Figure A.I.1.** Photographiés de raisins de faible valeur marchande *Var. Cardinal*



**Figure A.I.2.** Photographiés de raisins (*Var. Sabel*) au cours du séchage traditionnel au soleil



**Figure A.I.3.** Photographiés de raisins (*Var. Cardinal*) au cours du séchage traditionnel au sole



**Figure A.I.4.** Bras manuel d'une presse-purée utilisée pour séparer les pépins et la pellicule à la fin de la préparation de confiture de raisins

**Annexe II. Questionnaire sur les activités traditionnelles (séchage au soleil des raisins et la préparation de confiture de raisins) dans la région de Tizi Ouazou**

Questionnaire N° :..

Date de l'enquête :.....

Veillez mettre une croix dans la ou (les) case(s) correspondante(s) ou répondre à la question.

**Volet 1. Identification et renseignements personnels**

1. Sexe : masculin  féminin

2. Age : [20-30]  [31-40]  [41-50]  [51-60]  >60

3. Résidence : urbaine  rurale  région (Commune).....

4. Niveau d'instruction : illettré  ayant étudié dans une école coranique  primaire   
moyenne  secondaire  supérieure

5. Profession :.....

6. Etes-vous agriculteur ou d'une famille pratiquant l'agriculture ?

Oui  Non

7. Si oui avez-vous des vignes ? Oui  Non

8. Si oui combien d'arbres avez-vous ? .....

9. Combien de variétés avez-vous ? 1  2  3  4  5  6

10. Donner par ordre de dominance les noms de ces variétés.

.....

11. Pourriez-vous distinguer ces variétés ? Oui  Non

12. Par quel(s) caractère (s) vous les distinguez ?

La couleur du raisin  la taille  la forme  la précocité de maturation  l'arbre  
entier  Autre  précisez.....

13. Les vergers de vigne se situent en : Zones montagneuses  Plateaux

Montagne  Autres  précisez .....

14. Quel est l'âge des plantations des vignes ? [5-10]  [11-20]  [21-30]

[31-40]  [41-50]  50 ans et plus

15. Quel est l'usage des plantations des vignes? Consommation familiale  Vente

16. Comment appréciez-vous la maturation des raisins?

.....

**Volet 2. Renseignements sur le séchage du raisin dans la région de Tizi Ouazou**

1. Est ce que vous séchez les raisins ? Oui  Non
2. Si oui, quant à ce que vous séchez les raisins? Dans le cas d'une production suffisante   
Même dans le cas d'une production normale  Seulement les variétés à maturité tardive   
Autres  précisez.....
3. Dans quel but vous séchez les raisins? Pour conserver l'excès de la production  pour valoriser les raisins de faible valeur marchande  pour améliorer le goût  Pour conserver les raisins pour les occasions (fêtes, etc.)  Autres  précisez.....
4. Est-ce que toutes les variétés se prêtent au séchage ? Oui  Non
5. Si non, quels types de variétés se prêtent mieux au séchage ?  
.....  
.....
6. Comment pratiquez-vous le séchage ? Vous laissez les raisins sur arbre  Vous les cueillez après pleine maturité  Vous les cueillez avant pleine maturité
7. Dans le cas où le séchage se fait après cueillette, comme prétraitement est ce que vous procédez ?
- Au Triage            Oui             Non
- Au Calibrage        Oui             Non
- Au Lavage            Oui             Non
- A l' Ajout des produits chimiques    Oui             Non
8. Si oui quel (s) produit (s) ajoutez-vous ?  
.....  
Autres, précisez.....
9. Quel est le support utilisé pour le séchage ?
- Tapis de roseaux  Bâche  tissus  Plantes aromatiques et médicinales   
Autre  précisez.....
10. Quel est l'intervalle de température convenable au bon séchage ?  
.....
11. Vous séchez les raisins :    Au soleil             à l'ombre             Autres   
Précisez.....
12. Sur quels critères vous vous basez pour arrêter le séchage ?.....

**13. Pendant combien de temps séchez-vous les raisins?.....**

**14. Quels sont les problèmes rencontrés durant le séchage?**

.....  
.....

**15. Pour combien de temps vous stockez les raisins séchés?.....**

**16. Quelle est la quantité de raisins séchés annuellement (en kg) ? .....**

**17. Est-ce qu'il y'a des critères exigés pour un bon séchage ? Citez-les par ordre d'importance.**

Critère1 :.....

Critère2 :.....

Critère2 :.....

Critère4 :.....

**18. Etes-vous au courant du séchage industriel ? Oui  Non**

**19. Selon vous, y'a-t-il une différence le séchage traditionnel et industriel ?**

Oui  Non

**20. Si oui, quelle est cette différence ? .....**

.....

**21. Quelles sont les conditions de conservation des raisins séchés ?**

.....

.....

**22. Est-ce que vous avez observé dans certains cas le développement des moisissures**

**dans les raisins durant ou après le séchage ? Oui  Non**

**23. Si oui selon vous, cette altération est due à quoi ?**

.....

.....

**24. Décrivez votre propre procédé du séchage des raisins (par un diagramme) ?**

.....

.....

.....

.....

**Volet 3 . Renseignements sur la fabrication traditionnelle de la confiture de raisins dans la région de Tizi Ouazou**

1. Est-ce que vous fabriquez la confiture de raisins ? Oui  Non
2. Si oui, quant à ce que vous la fabriquez? Dans le cas d'une production suffisante   
Même dans le cas d'une production normale  Seulement les variétés à maturité tardive   
Autres  précisez.....
3. Dans quel but vous la fabriquez ? Pour conserver l'excès de la production  pour valoriser les raisins de faible valeur marchande  pour améliorer le goût  Pour des occasions (fêtes, etc.)  Autres  précisez.....
4. Est-ce que toutes les variétés se prêtent à la fabrication de la confiture ?  
Oui  Non
5. Si non, quels types de variétés se prêtent mieux à la fabrication de la confiture?  
.....  
:
6. Pour la fabrication de la confiture, est-ce que vous procédez à un prétraitement ?  
Oui  Non
7. Si oui, comme prétraitement est ce que vous procédez ?  
Au Triage Oui  Non   
Au Calibrage Oui  Non   
Au Lavage Oui  Non   
A l'ajout des produits chimiques Oui  Non   
Si oui quel (s) produit (s) ajoutez-vous ? .....
8. Quels sont les ingrédients utilisés et leurs proportions ?  
.....  
.....  
.....
9. Quelle est la température convenable à la cuisson ?.....
10. Quelle est la durée de cuisson ?.....
11. Le récipient utilisé pour la cuisson, est-il en ? Terre cuite  métal
12. Sur quels critères vous vous basez pour arrêter la cuisson ?  
.....
13. Quels sont les problèmes rencontrés durant la préparation de la confiture ?

.....  
.....

**14. Pour combien de temps vous stockez cette confiture et à quelle température ?**

.....

**15. Quelle est la quantité de raisins destinés à la fabrication de la confiture annuellement (en kg) ? .....**

**16. Est-ce qu'il y'a des critères exigés pour obtenir une bonne confiture de raisins ?**

Citez-les par ordre d'importance.

Critère1 :.....

Critère2 :.....

Critère2 :.....

Critère4 :.....

**17. Avez-vous l'habitude de consommer la confiture de raisins industrielle ?** Oui

Non

**18. Si oui, selon vous, y'a-t-il une différence la confiture de raisins traditionnelle et industrielle ?** Oui  Non

**19. Si oui, quelle est cette différence ? .....**

.....

**20. Est-ce que vous avez observé dans certains cas le développement des moisissures dans les confitures de raisins préparées traditionnellement ?** Oui  Non

**21. Si oui selon vous, cette altération est due à quoi ?**

.....

.....

**22. Décrivez votre propre procédé de préparation de confiture de raisins (par un diagramme) ?**

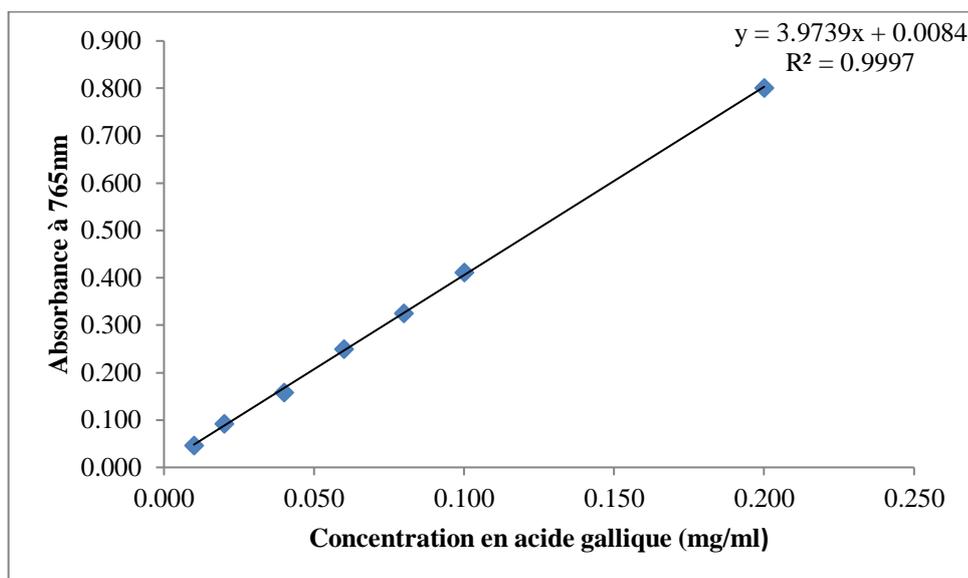
.....

.....

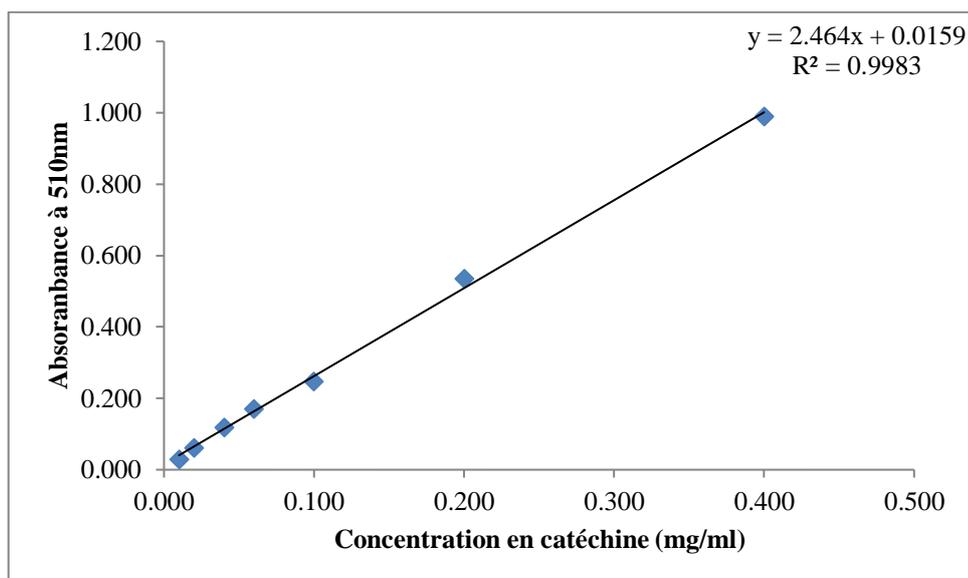
.....

.....

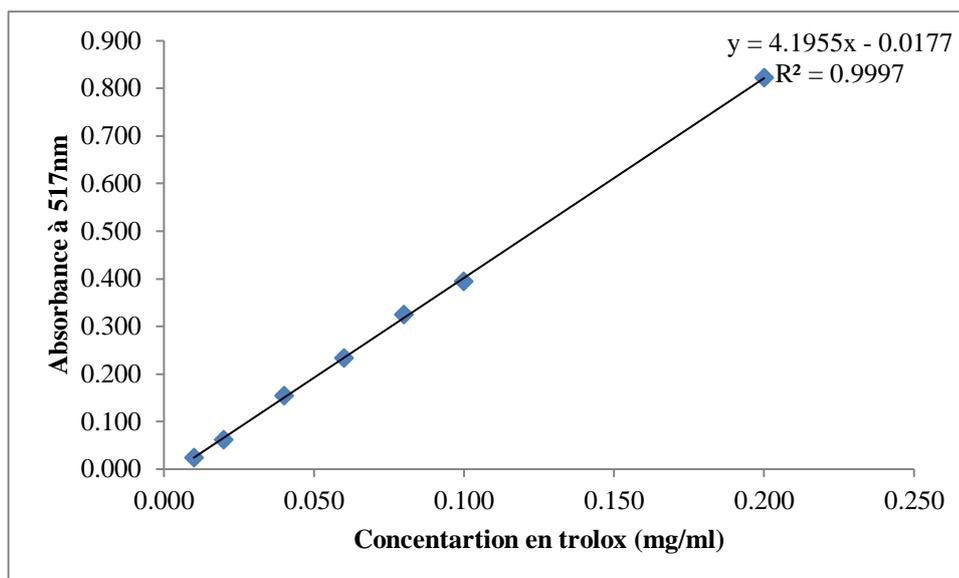
**Annexe III. Coubes d'étalonnages pour le dosages des composés phénoliques totaux et l'évaluation de la capacité antioxydante**



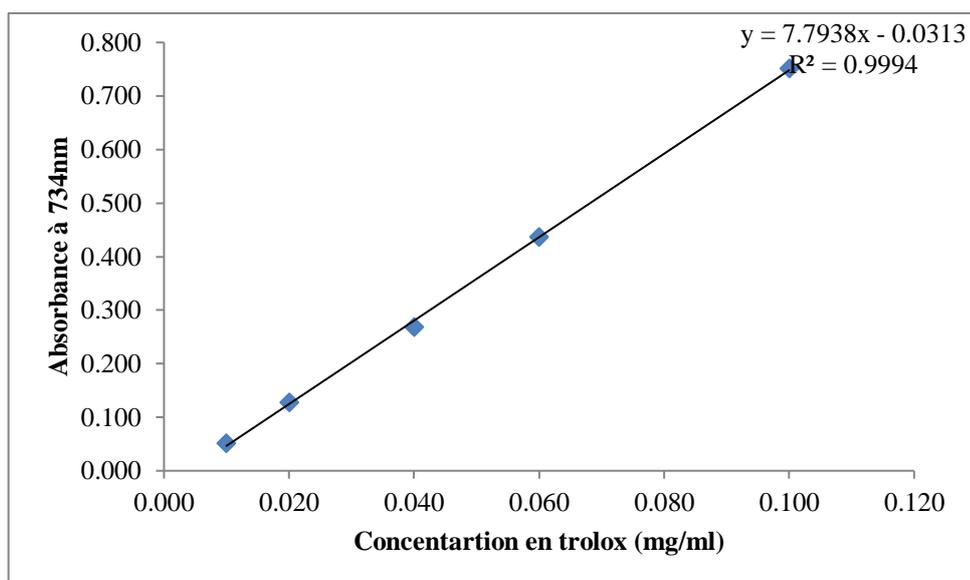
**Figure A.III.1.** Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols totaux



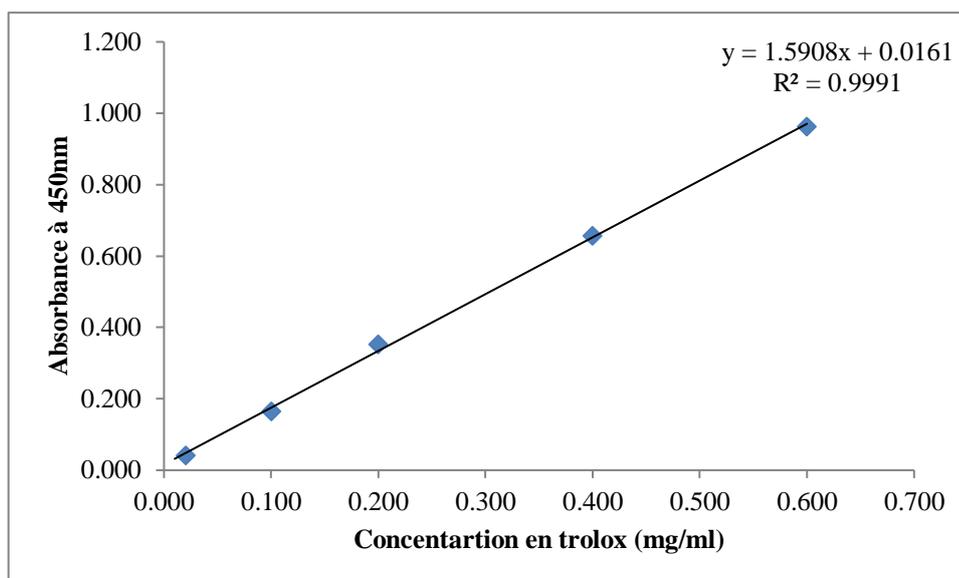
**Figure A.III.2.** Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes totaux



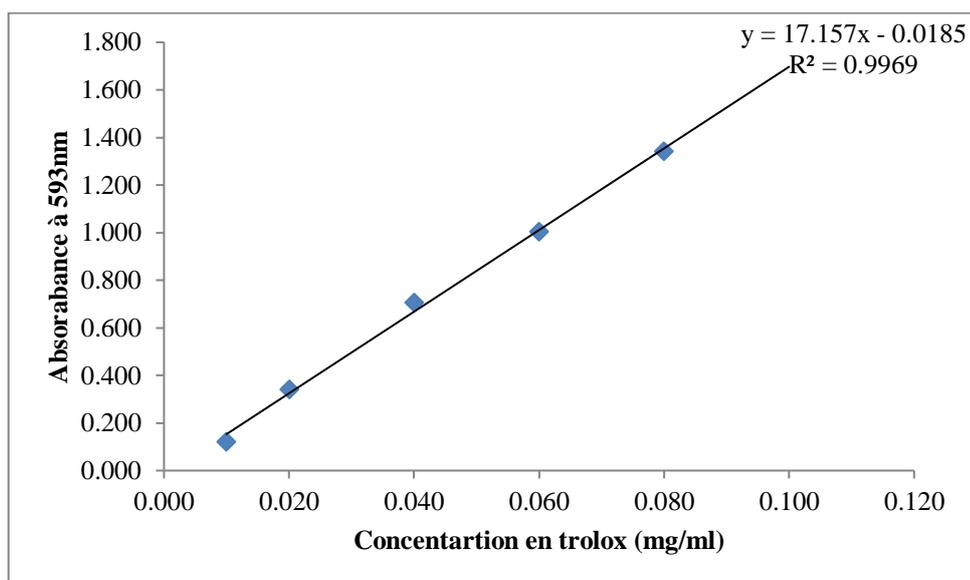
**Figure A.III.3.** Courbe d'étalonnage pour l'évaluation de la capacité antioxydante totale (CAT) par le test DPPH



**Figure A.III.4.** Courbe d'étalonnage pour l'évaluation de la capacité antioxydante totale (CAT) par le test ABTS

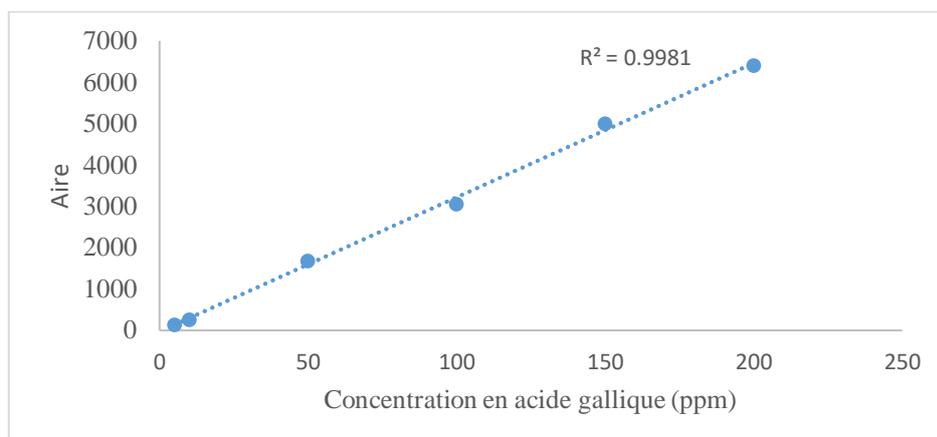


**Figure A.III.5.** Courbe d'étalonnage pour l'évaluation de la capacité antioxydante totale (CAT) par le test CUPRAC

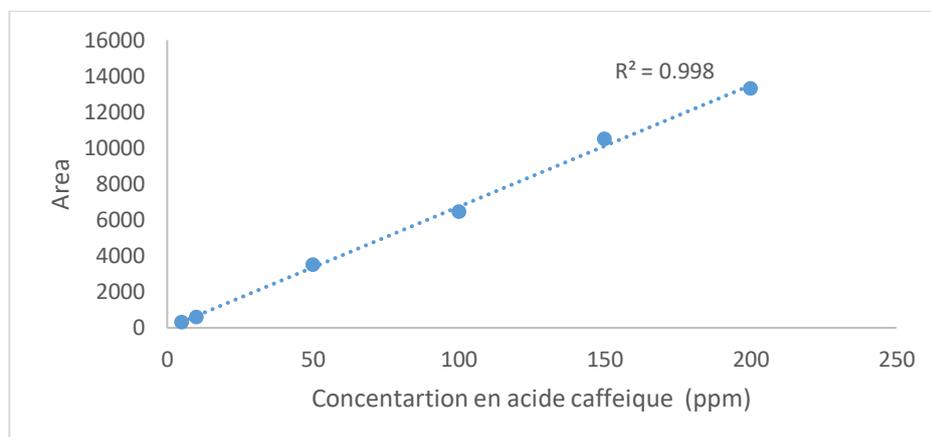


**Figure A.III.6.** Courbe d'étalonnage pour l'évaluation de la capacité antioxydante totale (CAT) par le test FRAP

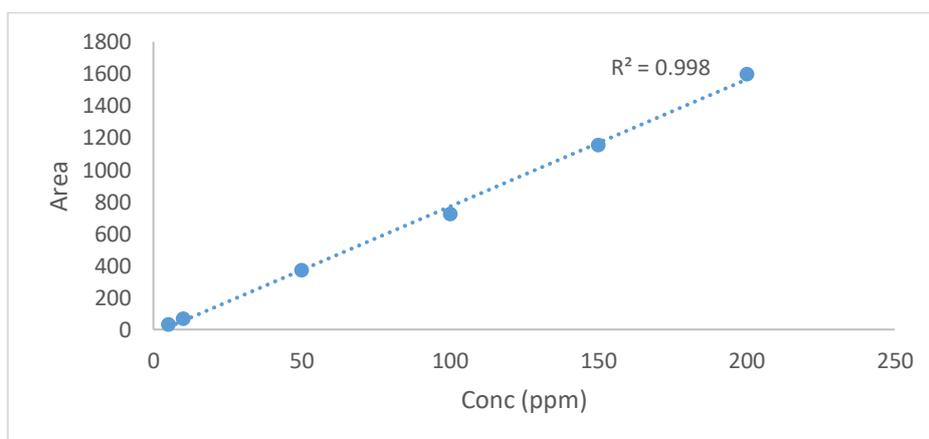
**Annexe IV. Courbe d'étalonnage pour la quantification des composés phénoliques individuels par HPLC-DAD**



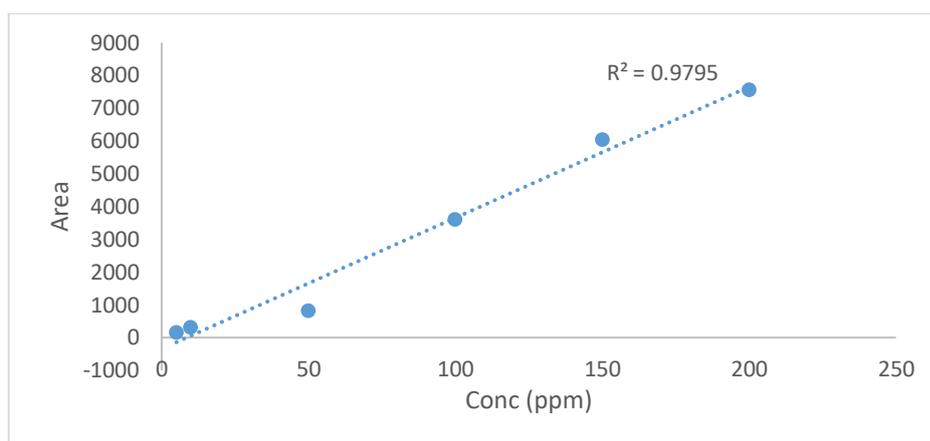
**Figure A.IV.1.** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour la quantification des acides hydroxybenzoïques



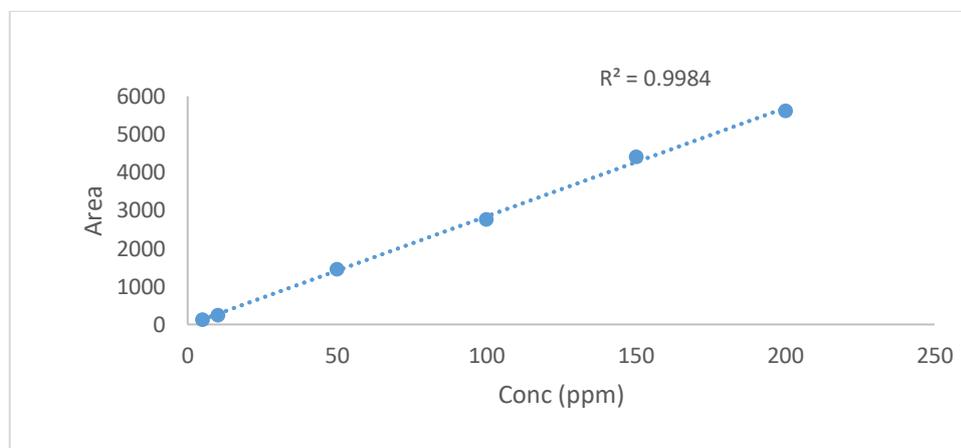
**Figure A.IV.2.** Courbe d'étalonnage de l'acide caffeique pour la quantification des acides hydroxycinnamiques



**Figure A.IV.3.** Courbe d'étalonnage de catéchine pour la quantification des flavan-3-ols et dérivés



**Figure A.IV.4.** Courbe d'étalonnage de la quercétine pour la quantification des flavonols



**Figure A.IV.5.** Courbe d'étalonnage de la cyanidine-3-*O*-glucoside pour la quantification des anthocyanes

# Changes in the phenolic profile, antioxidant capacity and *in vitro* bioaccessibility of two Algerian grape varieties, Cardinal and Dabouki (Sabel), during the production of traditional sun-dried raisins and homemade jam

Lamia Zoubiri<sup>a</sup>, Sena Bakir<sup>b,c</sup>, Malika Barkat<sup>a</sup>, Celia Carrillo<sup>d,\*</sup> and Esra Capanoglu<sup>b,\*</sup>

<sup>a</sup>*Biotechnology and Food Quality Research Laboratory (BIOQUAL), Institute of Food and Agro-Food Technologies (INATAA), Université des frères Mentouri, Constantine 1, 7 km, route de Ain El Bey, Constantine, Algeria*

<sup>b</sup>*Istanbul Technical University, Faculty of Chemical and Metallurgical Engineering, Food Engineering Department, Maslak, Istanbul, Turkey*

<sup>c</sup>*Recep Tayyip Erdogan University, Faculty of Engineering, Merkez, Rize, Turkey*

<sup>d</sup>*Nutrición y Bromatología, Facultad de Ciencias, Universidad de Burgos, E-09001, Burgos, Spain*

Received 4 March 2019; accepted 12 June 2019

## Abstract.

**BACKGROUND:** Excessive production of grape is valorized by traditional drying and homemade jam production in some regions of Algeria.

**OBJECTIVE:** This study aims to investigate the changes in antioxidant activity, phenolic compounds and their bioaccessibility in two grape varieties (Cardinal and Dabouki or Sabel) as a result of traditional sun drying and homemade jam processes.

**METHODS:** Fresh and dried grapes, as well as jam samples were subjected to a series of spectrophotometric analyses including total phenolics, flavonoids, and antioxidant activity. Individual phenolic compounds were identified and quantified by HPLC-DAD-MS-QTOF. An *in vitro* gastrointestinal digestion was applied to evaluate the bioaccessibility.

**RESULTS:** Both traditional processes led to considerable losses in the levels of some phenolic compounds and their antioxidant activities. However, an increase in the content of other phenolic acids was also observed after processing. Total phenolics, total flavonoids and total antioxidant capacity recovery values of the dialysable fraction of processed samples were higher than those of fresh grapes for both varieties.

**CONCLUSIONS:** Traditional raisins and homemade jams could be considered as good sources of natural antioxidants, although a modification of some critical steps that may negatively affect their antioxidant properties is suggested in the light of this study.

---

\*Corresponding authors. Celia Carrillo, Nutrición y Bromatología, Facultad de Ciencias, Universidad de Burgos, E-09001, Burgos, Spain. Tel.: +90 2122857340; E-mail: ccarrillo@ubu.es and Esra Capanoglu, Istanbul Technical University, Faculty of Chemical and Metallurgical Engineering, Food Engineering Department, Maslak, 34469 Istanbul, Turkey. E-mail: capanogl@itu.edu.tr.

## 1. Introduction

Fruits (fresh or processed) are valuable sources of nutrients and secondary metabolites or “bioactive compounds” including polyphenols, which are one of the top current topics of recent studies investigating their health benefits [1, 2]. This particular interest is due to the fact that in recent years consumers have started to reorient themselves towards the consumption of natural products and ingredients instead of the synthetic ones as a result of some health concerns [3]. Among the fruits, grapes (*Vitis vinifera*) are one of the world’s most commonly produced fruit crops, with approximately 75 million tonnes produced every year. It is also one of the most abundant fruits, and almost 50% of grapes are used to make wine, one third is consumed as fresh fruit and the rest is consumed as processed products, such as raisins, jam, juice, jelly, grape seed extract, vinegar and grape seed oil [4].

The importance of grapes (red or white varieties) is not only related to their nutritional composition but also to their protective role against degenerative diseases resulting from oxidative stress prevented generally by the contents of health-promoting polyphenols [5, 6]. Grape phenolics could be arbitrarily categorised into single-ring phenolic acids, bisphenols including stilbenes, tricyclic phenols (flavonoids) and their subclasses (flavans, flavonols, etc.), oligomeric and polymeric species, the proanthocyanidins and anthocyanidins [7]. Flavonoids and stilbenes, including resveratrol with its analogs and conjugates, have been reported to have a preventative and possibly therapeutic value in atherosclerosis, certain neoplastic and inflammatory effect besides their antioxidant potential and neuropharmacological activities [8].

The demand from the Algerian market of fruits and their products, including raisins and grape jams is increasing year by year. One of the main reasons that induced this growth is the increasing use of fruits as essential ingredients in many traditional dishes, particularly those popular with households during the period of family celebrations and traditional practices [9].

It has been reported that in the region of Tadmaït in Algeria, grapes are processed into raisins and jam by traditional practices (sun drying and homemade jam processing) to valorize the grapes of low market value and preserve the excess of the production [10]. Processing fruits into various products by heat treatments, including drying and jam processing may have significant impacts on the quantity and quality of the phenolic compounds occurring in the end-product. In this context, Fabani et al. [11] and Rein [12] reported that sun drying of fresh grapes resulted in a thermodegradation (40–45°C) of certain phenolic compounds such as flavan-3-ols and anthocyanins. In another study, Amakura et al. [13] investigated the impact of processing red berries into jam, and they recorded a slight increase in polyphenol content. Moreover, Cilla et al. [14] reported that food processing is one of the main determinants of nutrients and bioactive compounds bioaccessibility.

To our knowledge, studies on the impact of traditional processes such as sun drying and domestic heat treatments in general (cooking for homemade jam production) on the quantity and quality of grape polyphenols and their bioaccessibility are limited and their data are rather contradictory. Therefore, changes in phenolic compounds, *in vitro* antioxidant capacity and their bioaccessibility are investigated in this study. Two varieties of grapes (Cardinal, early red variety and Sabel, late white variety) growing in the location of Tadmaït, Algeria during sun drying raisins and homemade jam production are herefore investigated.

## 2. Materials and methods

### 2.1. Grape material

Fresh grape samples (Cardinal and Sabel varieties) were collected in summer 2016, from the location of Tadmaït (Algeria). Both early (Cardinal) and late (Sabel) varieties were processed into traditional dried grapes (sun drying) and homemade jams following the flow charts shown in Fig. 1. The sun drying was carried out by direct exposure of grape bunches to the sun. For the Cardinal variety, drying process ended after 3 weeks of

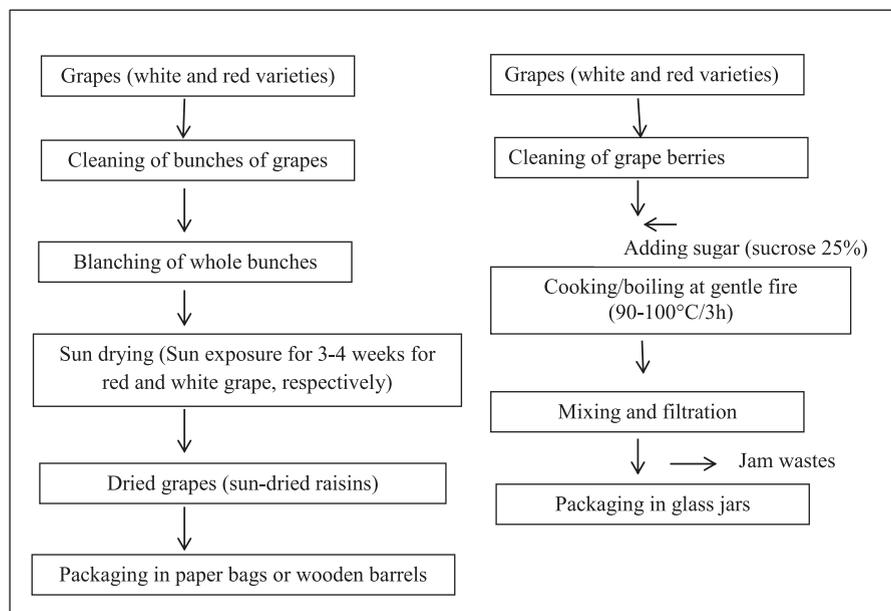


Fig. 1. Flow diagrams of traditional sun-dried raisins (left) and homemade jam (right) from two varieties of red grapes (early variety: Cardinal) and white (late variety: Sabel).

exposure (starting from mid-July) at temperatures of 40–48°C. However, for the Sabel variety, drying process continued for 4 weeks (starting from mid-September) at temperatures of 35–40°C. Dried products are called raisins or dried grapes, both names were used in the text. “Jam wastes” means the solid part (composed of seeds and skins) retained after mixing and filtration of cooked grapes.

## 2.2. Moisture content analysis

Moisture content was determined by drying 5 g of each sample in a ventilated oven (HERAEUS T-6060, Germany) at  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  (NF V 05-108 1970).

## 2.3. Extract preparation

All extracts (fresh samples, dried samples, jams and jam wastes) were prepared in triplicate from lyophilized samples ( $-50^\circ\text{C}$ ,  $0.1 \times 10^{-3}$  Mbar). Samples were frozen in liquid nitrogen and immediately ground into a fine powder with a pre-cooled grinder (IKA A11, Germany). For each sample, 10 mL of aqueous acidified methanol (75%, 0.1% formic acid) was added to 1 g of powder. The mixture was sonicated for 15 min at  $4^\circ\text{C}$ , and then centrifuged at 2500 rpm for 10 min. The upper layer was separated and the same extraction procedure was repeated three times. The resulting supernatant was used as the crude extract for total phenolics, total flavonoids, antioxidant capacity assays and chromatographic analysis [15, 16].

## 2.4. Spectrophotometric measurements

The total phenolic content was determined (at 765 nm) using the Folin-Ciocalteu reagent (FC). Briefly, the reaction mixture consisted of: 100  $\mu\text{l}$  of crude extract, 900  $\mu\text{l}$  of pure water and 5 mL of 0.2 N FC and 4 mL of 20% sodium carbonate solution (Spanos & Wrolstad, 1990). The results were expressed in mg gallic acid (GA)

equivalent/100 g Dry Weight (DW) according to a calibration curve prepared with different concentrations of 0.01–0.2 mg/mL of gallic acid.

Total flavonoid content was measured (at 510 nm) using aluminium chloride and sodium nitrite as reagents [17]. Catechin was used as standard at different concentrations of 0.01–0.4 mg/ml and data was expressed as mg catechin equivalent (mg CA/100 g DW).

Total monomeric anthocyanin (TMA) content was determined using the pH differential method [18]. The results were expressed in terms of cyanidin-3-*O*-glucoside equivalent (mg C3GE/100 g DW).

Total antioxidant activity (TAC) was evaluated by four different *in vitro* methods: ABTS (2,2-azinobis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulphonic acid diammonium salt) method, DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl) method, FRAP (ferric reducing antioxidant power) method and CUPRAC (cupric ion reducing antioxidant capacity) method as described by [19, 20, 21, 22], respectively. Trolox was used as a reference for all tests and the results were expressed in terms of mg trolox equivalent antioxidant capacity (TE) per 100 g DW.

### 2.5. Quantitative HPLC-DAD and LC-MS-QTOF analysis

The separation and quantification of phenolic compounds were performed on an HPLC system (1200 Series; Agilent Technologies Inc., Palo Alto, CA, USA), following the protocol of Capanoglu et al. [16], with slight modifications. Briefly, the methanolic extracts of the two fresh varieties and their products (traditional raisins and homemade jams) were filtered through a 0.2 µm membrane filter. After injection, the separation of phenolics was performed on a reverse phase (RP) C18 column (PLRP-S; 250 × 4.6 mm, 5 µm particle size, 100 Å pore size; Varian, Palo Alto, CA, US) at 25°C. The gradient of the mobile phase A (MQ water with 0.1% formic acid) and the mobile phase B (acetonitrile with 0.1% formic acid) was used at a flow rate of 0.8 mL min<sup>-1</sup>. The gradient profile was set as follows; 0 min, 95% solvent A, 5% solvent B; at 60 min, 71% solvent A, 29% solvent B; at 62 min, 25% solvent A, 75% solvent B, and at 69 min the conditions were restored to the initial setting (95% solvent A, 5% solvent B). Calibration curves with the representative standards of each class of phenolic compounds were used to quantify the individual compounds at an appropriate wavelength, including 280 nm (hydroxybenzoic acid and flavanol-3-ol), 312 nm (hydroxycinnamic acids), 360 nm (flavonols) and 520 nm (anthocyanins). The standards used were gallic acid, caffeic acid, catechin, quercetin and cyanidin-3-*O*-glucoside. The content of each compound was expressed as mg equivalent appropriate standard/100 g of dry weight (mg/100 g DW).

The LC-MS-QTOF procedure applied was slightly modified from that described by Carrillo et al. [23]. The analyses were performed in both positive (for anthocyanins) and negative (for non-coloured phenolics) ionization mode using an Agilent 1260 Infinity ultra-high performance-liquid chromatography system coupled to 6545 accurate-mass QTOF Mass, with Jet Stream Ionization source. Chromatography was performed exactly under the same conditions as those of HPLC-DAD (described above). QTOF conditions were as: gas nitrogen flow rate 10 L/min at 400°C; drying gas nitrogen flow rate 8 L/min at 350°C; nebulizer pressure 50 psi, nozzle voltage 1 kV, capillary voltage 3.5 kV. Signals in the m/z 100–1200 range were recorded.

### 2.6. *In vitro* digestion procedure

*In vitro* digestion was performed according to Minekus et al. [24], with slight modifications. Three stages of digestion were taken into consideration, namely: oral phase fraction-released from matrix in mouth, stomach phase fraction-released from matrix in stomach, and intestinal phase fraction-released from matrix by the small intestine was separated into two fractions including (IN) representing the material that entered the serum (Dialysis membrane filled with 4% NaHCO<sub>3</sub>); the dialyzable fraction and (OUT) representing the material that remained in the gastrointestinal (GI) tract; the undialyzable fraction.

In the procedure, one gram of each sample was weighed into centrifuge tubes and mixed with 3.5 mL of simulated saliva fluid (SSF), then human salivary α-amylase solution (1500 U/ml, Sigma-Aldrich A1031) was added into the sample tubes. The mixture was then adjusted to pH 7.0 and incubated at 37°C in a shaker at

100 rpm for 2 min. For oral phase, 2 mL aliquots were collected for each sample. Afterwards, oral bolus was mixed with 7.5 mL of simulated gastric fluid (SGF). Later, porcine pepsin solution (25 000 U/ml, Sigma-Aldrich P7012) was added. The mixture was then adjusted to pH 3 and incubated at 37°C in a shaker at 100 rpm for 2 h. For stomach phase, 2 mL aliquots were collected for each sample. Finally, 20 mL of gastric cyme was mixed with 11 mL of simulated intestinal (SIF), pancreatin solution (800 U/ml, Sigma-Aldrich P7545), and bile solution (160 mM), respectively. pH was adjusted to 7.0 and the samples were incubated at 37°C in a shaker at 100 rpm for 2 h. After the intestinal phase, samples were collected to be stored at -20°C until further centrifugation at 18,000 rpm and analysis concerning TPC, TFC contents, and TAC were performed for each stage; Oral (Mouth fraction), PG, IN and OUT fractions using spectrophotometric methods as described above. The mean recovery values expressed as percentages were calculated by dividing the average values obtained for the IN fraction to the average initial values (prior to digestion).

### 2.7. Statistical analysis

All analyses were performed in triplicate. Data were statistically analyzed using (XL-STAT 2009, 1.01, Addinsoft Inc Long Island, USA) for the analysis of variance (ANOVA) for  $n=3$  processing events. Tukey's New Multiple Range Test ( $P \leq 0.05$ ) was applied for *post hoc* tests.

## 3. Results

### 3.1. Moisture content

Drying and homemade jam processing led to considerable water loss for both grape varieties. The losses reached 59% and 64% for red and white sun-dried raisins, respectively. During the homemade jam process, water losses reached 49% and 57% for the red and white varieties, respectively.

A significant difference ( $P < 0.05$ ) was detected between the moisture of the two fresh varieties and their homemade jams. However, no significant differences were observed between the raisin types.

### 3.2. Effect on total phenolics, total flavonoids and total monomeric anthocyanins

According to the results shown in Table 1, levels of total phenolics, total flavonoids, and monomeric anthocyanins were higher in fresh grapes compared to raisins and jams for both varieties. For the Cardinal variety, total phenolics decreased by 67%, 70% and 39% for raisins, jam and its waste, and by 66%, 70%, 46% for the Sabel variety, respectively.

The level of total flavonoids also decreased significantly in raisins, jams and their wastes by 68%, 61%, 41% for the Cardinal variety, and 52%, 49%, 33% for the Sabel variety, respectively. It is important to notice that high amounts of TPC and TFC were retained in the red and white jam wastes which are composed of fruit skin and seeds.

The monomeric anthocyanins in the red grapes were also highly affected by sun drying and homemade jam processes. Hence, decreases of 99%, 98% and 96% were observed for raisin, homemade jam and jam waste, respectively.

The contents of total phenolics and total flavonoids were higher in the red variety than the white variety for fresh samples. However, it should be noticed that no significant difference was recorded between the two traditional processes for the two varieties studied.

Table 1  
Moisture, total phenolics, total flavonoids, total monomeric anthocyanin contents of samples

Varieties	Samples	Moisture	TPC	TFC	TMA
Cardinal (Early red variety)	Fresh red grape (FRG)	80 ± 0.1b	1770 ± 61.3a	508.3 ± 29.4a	142.6 ± 10.5a
	Red dried grape (RDG)	21 ± 0.5f	570.8 ± 16.6e	162.7 ± 3.6 <sup>e</sup>	0.8 ± 0.07b
	Red jam (RJ)	31 ± 0.1c	516.1 ± 32.8e	193.7 ± 10.5de	1.8 ± 0.4b
	Red jam waste (RJW)	26 ± 2.7e	1074.3 ± 27.1c	296 ± 32.6c	4.5 ± 1.0b
Sabel (Late white variety)	Fresh white grape (FWG)	85 ± 0.89a	1474.9 ± 106.8b	454.5 ± 45.6b	nd
	White dried grape (WDG)	21 ± 0.01f	497.8 ± 44.1ef	216.6 ± 31.4d	nd
	White jam (WJ)	28 ± 0.24d	429.7 ± 23.7f	229.7 ± 26.5d	nd
	White jam waste (WJW)	27 ± 1.9e	782.7 ± 84.9d	302.0 ± 34.3c	nd

TPC: Total Phenolic Content (mg GAE/100 g dry weight); TFC: Total Flavonoids Content (mg Catechin equivalent/100 g dry weight); TMA: Total Monomeric Anthocyanins Contents (mg cyanidin-3-glucoside/100 g dry weight). The values are means ± standard deviation. All values are expressed by mg/100 g dry weight with the exception of moisture which is expressed by %. Different lowercase letters in each columns represent statistically significant differences ( $p < 0.05$ ). Jam waste consists of skin and seeds that are retained after grinding of cooked grape berries.

### 3.3. Effect on total antioxidant capacity (TAC)

It is clearly observed that for the different assays (DPPH, CUPRAC, ABTS and FRAP), both traditional processes induced significant losses of antioxidant capacity, ranging from 37% to 65% and from 45% to 76% during sun drying and homemade jam processes for both varieties, respectively (Table 2). In addition, in homemade jam process, the separation and removal of jam waste seemed to be in turn, a reason for the losses in antioxidant capacity for both varieties.

Concerning the variety influence, the antioxidant capacity of fresh red grapes was significantly higher ( $P < 0.05$ ) than fresh white grapes for the DPPH, CUPRAC and FRAP assays with the exception of the ABTS test, which gave similar activities for both varieties ( $P > 0.05$ ). For processed grapes, no significant difference was recorded ( $P > 0.05$ ) in the antioxidant activity tested by DPPH and CUPRAC methods for raisins of both varieties, compared to ABTS and FRAP tests which indicated a significant difference ( $P < 0.05$ ) between the red and white raisins with higher levels for red raisins.

However, the antioxidant activities of homemade jams tested by DPPH, ABTS and FRAP methods were significantly higher in red jam, with the exception of CUPRAC test, where we observed similar TAC values

Table 2  
Levels of total antioxidant capacity using three different methods (mgTAC/100 g dry weight)

Varieties	Samples/Methods	DPPH	CUPRAC	ABTS	FRAP
Cardinal (Early red variety)	Fresh red grape	2743.7 ± 130.5a	3372.6 ± 110.7a	1600 ± 24.1a	1033.7 ± 35.5a
	Red dried grape	1014.5 ± 42.1d	1162.8 ± 49.4d	989.2 ± 79.5c	644.3 ± 42.6d
	Red jam	817.6 ± 56.2e	933.7 ± 75.7e	877.4 ± 57.1d	599.6 ± 44.3d
	Red jam waste	1285.1 ± 97.5c	1548.2 ± 87.9c	1197.2 ± 72.4b	925 ± 64.4b
Sabel (Late white variety)	Fresh white grape	2295.8 ± 111.5b	2885.4 ± 188.9b	1568.5 ± 37.1a	907.4 ± 31.5b
	White dried grape	1037.3 ± 29.1d	1109.7 ± 95.8d	865.7 ± 62.4d	487.2 ± 35.4e
	White jam	534.7 ± 20.6f	830.5 ± 37.7e	581.5 ± 65 <sup>e</sup>	412.1 ± 18f
	White jam waste	1389.9 ± 96.7c	1552.5 ± 96.6c	1058.8 ± 87.2c	780.3 ± 65.9c

Different lowercase letters in each columns represent statistically significant differences ( $p < 0.05$ ).

for both jams. Furthermore, DPPH and CUPRAC tests indicated that both jam wastes preserved similar levels of antioxidant activities compared to ABTS and FRAP tests, which showed a significant difference ( $P < 0.05$ ) between the two wastes with higher values in the red waste.

### 3.4. Change in the phenolic profiles

According to the results of identification and quantification of phenolic compounds presented in Table 3 and Fig. 2, a distinct composition in terms of individual phenolic constituents was recorded for both varieties of fresh grapes. In total, 22 compounds were identified and quantified namely: 8 flavan-3-ols, 3 flavonols and 4 phenolic acids for the white variety, while the compounds for the red variety were 7 flavan-3-ols, 4 flavonols, 4 phenolic acids and 5 anthocyanins.

The most abundant anthocyanin found in Cardinal variety was peonidin-3-*O*-glucoside followed respectively by cyanidin-3-*O*-glucoside, peonidin-3-*O*-(6''-*p*-coumaroyl)-glucoside, delphinidin-3-*O*-glucoside and petunidin-3-*O*-glucoside.

The flavonoid profile of both varieties differed in the flavan-3-ols group with the presence of catechin-3-*O*-gallate only in white variety, as well as in the class of flavonols with the presence of quercetin-3-*O*-rhamnoside in the white variety but kaempferol-3-*O*-glucoside and isorhamnetin-3-*O*-glucoside in the red one. For the two varieties, the majority of flavonoids is predominated by flavan-3-ols monomers, where (+)-catechin was the most abundant, followed by (-)-epicatechin, their gallic esters and procyanidins dimers. The red variety seemed to have the highest amount of flavan-3-ols, in terms of total flavan-3-ols content compared to the white variety. For the group of flavonols and in terms of total amount, the red variety contained more flavonols than the white variety (38.78 vs 6.23 mg/100 g DW, respectively), with a predominance of quercetin-3-*O*-glucuronide, for both varieties. Regarding the phenolic acids, caftaric acid (an hydroxybenzoic acid) was the most abundant phenolic acid, followed by gallic acid and protocatechuic acid -*O*-hexoside, for both varieties.

Traditional drying and homemade processes caused a decrease in the amount of most phenolic compounds for both varieties. However, contents of gallic acid hexose and protocatechuic acid-hexoside were increased after both processes for red grape and only after homemade jam process for white grape.

In addition, both processes led to a total loss of anthocyanins that were not detected neither in sun-dried raisins nor in homemade jam. On one hand, the sun drying process had no significant effect ( $P > 0.05$ ) on certain polyphenols of the white grape, including gallic acid hexose, protocatechuic acid-*O*-hexoside, epicatechin-3-*O*-gallate, catechin-3-*O*-gallate and quercetin-3-*O*-glucuronide. On the other hand, caftaric acid was also stable after homemade jam process for both varieties, and flavonols after homemade white grape jam process.

### 3.5. *In vitro* bioaccessibility of phenolics, flavonoids and their antioxidant activity

Changes in total phenolic and total flavonoid levels and their antioxidant activity during gastrointestinal digestion were determined by spectrophotometric analyses performed on different fractions of the digestion samples, namely; the oral or mouth fraction (MF), post gastric fraction, IN fraction (serum-available), Out fraction (colon-available) that were collected for each sample during the digestion process (Table 4).

TPC, TFC and TAC recoveries increased significantly for processed grapes (dried grapes and jams) compared to their initial levels, with the exception of red dried grapes and white jam, which showed similar recoveries compared to the initial state, for antioxidant activity (ABTS) and TFC, respectively. Statistical analysis revealed no significant difference ( $P > 0.05$ ) between the recoveries of TPC, TFC and TAC for the two varieties in the initial state (prior to digestion).

With respect to the Sabel variety, no significant difference was recorded between sun drying and jam processing for the recoveries of TPC, TFC (except for white jam) and TAC (CUPRAC and FRAP). However, two processes

Table 3  
List of phenolic compounds identified and quantified in red (Cardinal) and white (Sabel) grapes

Peak N°	Compounds	RT (min)	$\lambda$ Max	[MS-H] <sup>+</sup> / [MS-H] <sup>-</sup>	Grapes and derivatives						
					FRG	RDG	RJ	FWG	WDG	WJ	
1	Galic acid	6.66	271	169,014	1.68 ± 0.1a	nd	nd	0.84 ± 0.15b	nd	nd	nd
2	Galic acid hexose	7.65	300	331,07	0.15 ± 0.01c	9.84 ± 0.36b	38.75 ± 2.82a	0.08 ± 0.01c	0.74 ± 0.12c	10.02 ± 1.58b	
3	Protocatechin acid-O-hexoside	11.50	261	315,072	nd	18.9 ± 0.49c	80.59 ± 7.62a	0.66 ± 0.14d	6.63 ± 1.50d	31.75 ± 4.3b	
4	Gallic acid	15.08	329	311,041	10.62 ± 0.67a	3.8 ± 0.24b	11.82 ± 1.02a	4.53 ± 0.36b	1.5 ± 0.33c	4.51 ± 0.73b	
5	Cyanidin-3-O-glucoside	18.85	509	449,109	7.27 ± 0.92a	nd	nd	—	—	—	
6	Procyanidin dimer	20.40	277	577,135	9.13 ± 0.83a	1.48 ± 0.27bc	nd	10.65 ± 1.34a	4.1 ± 0.91b	tr (c)	
7	(+)-Catechin	21.57	278	289,072	54.82 ± 5.64a	2.9 ± 0.21b	nd	62.20 ± 12.23a	14.48 ± 2.67b	tr (b)	
8	Peonidin-3-O-glucoside	23.84	525	463,12	54.25 ± 4.51a	nd	nd	—	—	—	
9	(-)-Epicatechin	25.99	278	289,072	34.78 ± 3.73a	4.43 ± 0.51bc	nd	30.95 ± 3.13a	6.63 ± 1.32b	nd	
10	Procyanidin dimer	27.25	277	577,136	18.15 ± 2.05a	9.78 ± 0.41b	nd	16.99 ± 2.27a	5.15 ± 1.06c	nd	
11	(Epi)catechin-(epi)catechingallate I	33.66	279	729,145	7.55 ± 0.52a	1.7 ± 0.15c	nd	4.50 ± 0.43b	1.68 ± 0.54c	nd	
12	Quercetin-3-O-rutinoside	35.57	354	609,145	0.99 ± 0.13a	0.48 ± 0.04cd	0.59 ± 0.06cd	0.91 ± 0.11ab	0.36 ± 0.07d	0.7 ± 0.06bc	
13	(Epi)-catechin-(epi)catechingallate II	35.76	279	729,146	22.61 ± 2.15a	4.34 ± 0.19c	4.22 ± 1.06c	25 ± 3.55a	14.41 ± 3.09b	3.4 ± 0.05c	
14	Quercetin-3-O-glucuronide	38.24	358	477,064	28.59 ± 2.72a	3.35 ± 0.18bc	6.02 ± 0.49b	4.09 ± 0.57bc	2.25 ± 0.51c	5.48 ± 0.93bc	
15	(-)-Epicatechin-3-O-gallate I	41.34	278	441,083	27.42 ± 2.97a	2.25 ± 0.23c	2.14 ± 0.46c	12.44 ± 1.39b	12.26 ± 2.98b	2.92 ± 0.70c	
16	(-)-Epicatechin-3-O-gallate II	42.77	278	441,083	nd	nd	nd	5.56 ± 1.20a	4.72 ± 1.19a	2.84 ± 0.2ba	
17	Kaempferol-3-O-glucuronide	42.94	364	447,097	5.69 ± 0.57a	1.22 ± 0.05b	0.87 ± 0.08b	nd	nd	nd	
18	Delphinidin-3-O-glucoside	44.10	524	465,103	1.20 ± 0.12a	nd	nd	—	—	—	
19	Quercetin-3-rhamnoside	44.14	342	447,091	nd	nd	nd	1.23 ± 0.13a	0.73 ± 0.14b	1.01 ± 0.12a	
20	Isorhamnetin-3-glucoside	44.29	353	477,103	3.51 ± 0.45a	1.14 ± 0.05b	0.79 ± 0.04b	nd	nd	nd	
21	Petunidin-3-O-glucoside	46.20	525	479,119	0.55 ± 0.03a	nd	nd	—	—	—	
22	Peonidin-3-O-(6"-p-coumaroyl)-glucoside	48.50	535	609,12	5.27 ± 0.44a	nd	nd	—	—	—	

FRG: Fresh Red Grape, RD: Red Dried Grape, RJ: Red Jam, FWG: Fresh white grape, WDG: White Dried Grape, WJ: White Jam. The peak no 14 is composed of two flavonols (quercetin-3-O-glucoside and quercetin-3-O-glucuronide), but only quercetin-3-O-glucuronide was quantifiable. nd: not detected for the compounds which were under detection limit. Different lowercase letters in each column represent statistically significant differences ( $p < 0.05$ ). Anthocyanins were obtained in the positive ion mode ( $[M + H]^+$  (m/z)).

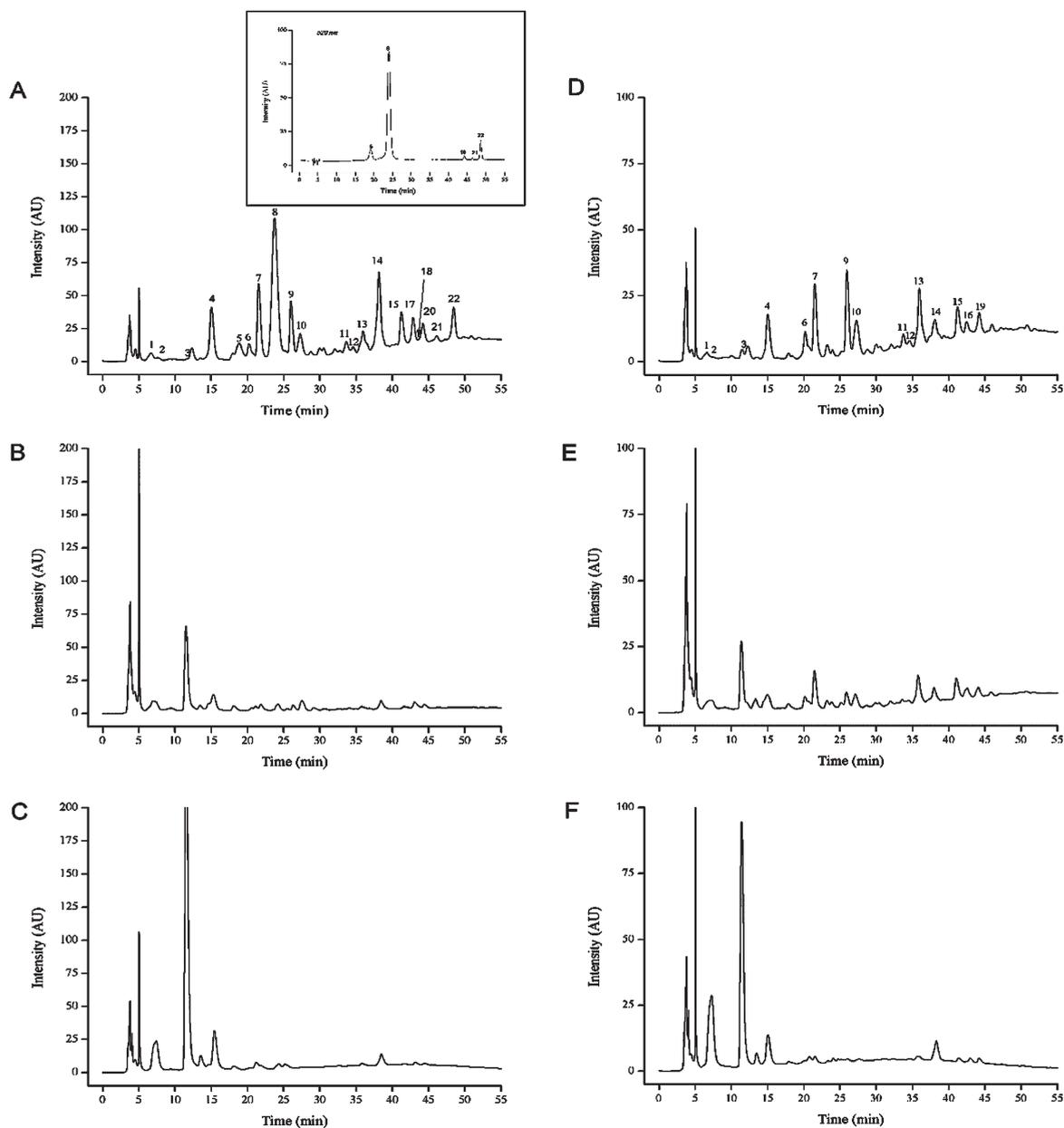


Fig. 2. HPLC-PDA chromatograms of fresh red grape (A), red dried grape (B), red jam (C), fresh white grape (D), white dried grapes (E) and white jam (F) at 280 nm. The chromatogram inserted at 520 nm is to show the anthocyanins of fresh red grape, that were not detected after sun drying and homemade jam processes. Numbered peaks are listed in Table 3 in the same RT order.

were significantly different ( $P < 0.05$ ) for Sabel variety, in terms of TFC recoveries and TAC values (DPPH and ABTS) for white jam except for the dried grapes and jams of both varieties in which TAC recoveries (DPPH and ABTS, respectively) were similar.

Table 4  
Levels of TPC, TFC and TAC of fresh grapes and final dried grapes and jam during *in vitro* gastrointestinal digestion

Analyses	Initial	MF	PG	IN	OUT	Recovery
<b>TP</b>						
FRG	1753 ± 20.7	172.9 ± 6.4	553.7 ± 8.6	228.9 ± 11.3	890.7 ± 33.3	13 ± 0.8b
RDG	561.8 ± 20	163.1 ± 13.2	477.1 ± 20.8	157.1 ± 9.8	451.4 ± 33.2	27.9 ± 0.8a
RJ	512.1 ± 21.4	180.9 ± 3.9	472.5 ± 41.1	147 ± 34.5	409.3 ± 26.1	28.6 ± 6.4a
FWG	1474.9 ± 21	103.8 ± 7.1	277.6 ± 26.6	139.8 ± 11.8	788.3 ± 26.4	9.5 ± 1.1b
WDG	496.7 ± 17.8	154.6 ± 12.9	452.4 ± 84.6	124.1 ± 18.8	397.5 ± 8.1	24.9 ± 3a
WJ	428.8 ± 4.2	197 ± 12.6	341.2 ± 4.2	107.4 ± 11.9	406 ± 30.9	25 ± 2.5a
<b>TF</b>						
FRG	497.7 ± 15.5	93.4 ± 4.8	336.2 ± 42.7	41.3 ± 4.3	267.4 ± 18.3	8.3 ± 0.6b
RDG	160.7 ± 1.3	35.3 ± 2.8	98.8 ± 4.4	71.1 ± 3	119.5 ± 16.6	44.2 ± 1.5a
RJ	192 ± 6.3	64.6 ± 7.8	157.7 ± 5.5	77.1 ± 10.9	106.9 ± 6.3	40.3 ± 6.8a
FWG	455.3 ± 13.7	50.7 ± 7.4	224.6 ± 8.3	32 ± 0.4	267.4 ± 18.3	7 ± 0.1b
WDG	215.5 ± 35.8	33.7 ± 5.8	98.8 ± 4.4	87.7 ± 8.6	119.5 ± 16.6	41.1 ± 4.8a
WJ	229.7 ± 25.7	61 ± 2.5	112.14 ± 17.5	33.9 ± 2.1	81.5 ± 6.3	14.9 ± 2.4b
<b>DPPH</b>						
FRG	2706 ± 37.5	201.1 ± 13.2	642.2 ± 40.6	405.7 ± 40.6	503.7 ± 47.4	15 ± 1.6d
RDG	1001 ± 5.2	181 ± 6.4	230.7 ± 7.9	344.4 ± 21.2	430.2 ± 39.7	34.4 ± 2c
RJ	817.7 ± 41.7	215.9 ± 10.4	263.14 ± 27.8	364.2 ± 12.5	403.9 ± 39.9	44.6 ± 3.6b
FWG	2296 ± 20.7	265.3 ± 20.7	503.7 ± 44.5	357.7 ± 62.3	455.9 ± 27	15.5 ± 1.9d
WDG	1037.5 ± 24.1	207.2 ± 39.9	222.4 ± 33.9	358 ± 47	430.2 ± 39.7	34.4 ± 5.3c
WJ	533.8 ± 11.7	107.3 ± 5.4	233.8 ± 9.1	300.9 ± 27.7	403.9 ± 39.9	56.3 ± 4.8a
<b>CUPRAC</b>						
FRG	3359.4 ± 101.8	328 ± 24.4	1379.2 ± 81.7	433.7 ± 35.1	2728.6 ± 94.5	12.9 ± 1.4b
RDG	1160.5 ± 51.7	212.5 ± 20	529.4 ± 35.9	342.4 ± 44.1	1022 ± 122.7	29.4 ± 2.5a
RJ	933.4 ± 68.4	319.9 ± 16.9	925.7 ± 76.1	318.7 ± 36.8	1004 ± 75.4	34.2 ± 4.3a
FWG	2884 ± 14.8	244.8 ± 28.1	985 ± 64.9	396.5 ± 19	908.7 ± 57.4	13.7 ± 0.6b
WDG	1110.4 ± 34	268.6 ± 33.8	731.5 ± 28.2	367.4 ± 48.9	847.4 ± 53.6	33 ± 3.3a
WJ	837.5 ± 67	403.3 ± 19.8	805 ± 18.4	239.3 ± 3.1	579 ± 36.6	28.7 ± 2.7a
<b>ABTS</b>						
FRG	1581.2 ± 27.2	242.6 ± 5	899.8 ± 59	126.3 ± 5.8	439.3 ± 61.7	7.9 ± 0.5c
RDG	980.2 ± 67.6	110.8 ± 6.5	264.4 ± 14.9	101.3 ± 14.5	258 ± 15.3	10.3 ± 1.3bc
RJ	875.9 ± 67.4	239.5 ± 6.9	681.2 ± 18.9	109.5 ± 11.8	253.4 ± 13	12.5 ± 1.8b
FWG	1566.5 ± 15.2	238.7 ± 12.3	472.3 ± 59	106.6 ± 16.2	166.3 ± 28.3	6.8 ± 0.9c
WDG	867.4 ± 23.8	250.6 ± 8.3	383.6 ± 5.2	106.9 ± 8.7	239.8 ± 31.1	12.3 ± 1.2b
WJ	587.7 ± 19	320.6 ± 10.5	524 ± 21.6	100.3 ± 13.2	213.3 ± 15.9	17 ± 2.3a
<b>FRAP</b>						
FRG	944.1 ± 21.9	91.1 ± 7	608.1 ± 32.8	101 ± 3.7	197.5 ± 17.8	10.1 ± 0.5b
RDG	644.2 ± 36	87.8 ± 7.2	572.3 ± 66.9	82.1 ± 4.7	188.1 ± 30.3	12.7 ± 1a
RJ	596.3 ± 15.3	125.7 ± 16	367.5 ± 62.1	78.8 ± 3.7	103.3 ± 13.2	13.2 ± 0.5a
FWG	907.6 ± 14.9	40.2 ± 1.7	348 ± 15.1	76.4 ± 9.7	162.9 ± 6.1	8.4 ± 1.1b
WDG	488.9 ± 24.8	97.3 ± 7.9	235.2 ± 9	61.6 ± 1.7	141.7 ± 5.5	12.6 ± 0.3a
WJ	412.6 ± 8.4	134.4 ± 8.1	383.2 ± 52.8	52.5 ± 2.7	96.2 ± 7.6	12.7 ± 0.6a

MF: Mouth fraction, PG: Post gastric fraction, IN: Dialysable Intestinal fraction, OUT: Undialysable Intestinal Fraction. Different letters in the columns represent statistically significant differences for each assay.

#### 4. Discussion

The results showed that sun drying and jam processing of both varieties caused significant losses in TPC, TFC TFC as well as TAC. These results are consistent with those reported by Panceri et al. [25], who found a decrease in the levels of phenolic compounds at the end of drying for Cabernet Sauvignon and Merlot varieties. Capanoglu et al. [16] also reported a considerable loss in phenolics during the processing of grape juice concentrate.

Phenolic compounds are mainly located in the skin and are well preserved from the oxidation in the intact vacuole. However, drying conditions are able to produce a significant damage in the membrane of the tissue which leads to the exposure of phenolic compounds to oxygen and oxidation enzymes such as polyphenol oxidase (PPO). This may cause significant losses in phenolic compounds [26]. In addition, the decrease in phenolic compounds can be related also to non-enzymatic browning reactions such as Maillard reaction which occurs slowly at room temperature causing browning of dried grapes [27].

On the other hand, drying did not only cause losses in some phenolic compounds but also caused conversion to some other compounds [28]. The combination of HPLC-DAD and MS-QTOF led to a good characterization for both grape varieties after separation and identification of a wide range of different phenolic compounds, 17 of which were non-coloured phenolics and 5 were anthocyanins, which are specific to the red variety. The method allowed the characterization of glycosylated derivatives, gallate ester of certain phenolic compounds, such as protocatechuic acid hexoside, gallic acid hexose, catechin-gallate, epicatechin-gallate and anthocyanin glucoside. These results were in agreement with previous studies on different varieties of *Vitis vinifera* [29, 30, 31].

Regarding phenolic acids, a common composition for both varieties was recorded with some hydroxybenzoic acids, including gallic acid, gallic acid hexose, protocatechuic-*O*-hexoside and caftaric acid. This was also reported by several authors studying different cultivars of *Vitis Vinifera* [32, 33, 34].

For the flavonoids, all the compounds identified in both varieties and their order of elution was in agreement with those found in the literature [29, 30]. The differences observed in the flavan-3-ols and flavonols between the two varieties may be attributed to environmental conditions and varietal influence, since these factors determine the flavanol biosynthesis, concentration, distribution and accumulation of polyphenols in grapes [35, 36].

Qualitatively and quantitatively, the red variety contained significantly more phenolic compounds than the white variety ( $P < 0.05$ ). This is mainly due to the anthocyanins and flavonols. These results are in accordance with previous studies reporting that the type and content of some flavonols, such as quercetin and kaempferol derivatives, were more variable in red-skinned than in white or pink grapes [37, 34].

In regard to the effect of both sun drying and homemade jam processes on individual phenolic compounds, the results showed significant losses (up to 99.9%) for all anthocyanins. This confirmed the sensitivity of anthocyanins toward thermal traditional processing (sun drying carried out at 40–48°C during 3 weeks and cooking at 90–100°C). These results are in agreement with those reported by Mencarelli et al. [38] who found a decrease in anthocyanins after dehydration of Aleatico grapes at 30°C. On the other hand, Çoklar and M. Akbulut [39] showed a considerable degradation of anthocyanins after sun drying of the black grape (Ekşikara) variety. Similarly, Ozela et al., Rhim, and Cemeroglu et al. [40, 41, 42] reported an increase in the degradation of anthocyanin pigment during jam processing in the presence of light with increased temperature and longer heating times.

For the flavonoids, the flavanols-3-ol in both varieties (except (–)-epicatechin-3-*O*-gallate) decreased by 62% and 84% after obtaining white and red sun-dried raisins, respectively, and by 94% and 96% for white and red grape jam, respectively. These results are in agreement with those expressed in the literature for other grapes [43].

In addition, the statistical analysis revealed a highly significant difference ( $P < 0.05$ ) for all flavonols of the Cardinal variety after sun-drying and homemade jam processes which caused considerable losses for these compounds. This may be due to the effect of temperature on these heat-labile compounds [38]. The flavonols of Sabel variety presented a variable behavior with respect to both traditional processes with a significant decrease in

the amount of quercetin-3-rutinoside and quercetin-3-rhamnoside under the effect of sun-drying unlike quercetin-3-*O*-glucuronide, which remained stable. The stability of these three flavonols after homemade jam process can be attributed to polyphenol oxidase inactivation and/or the added sugars protecting flavonols during the cooking process [44].

Among phenolic acids, only gallic acid became non-detectable after both traditional processes for the two varieties. These results are in agreement with those of Panceri et al. [25] who studied dehydration process on phenolic compounds of Merlot grapes. On the other hand, caftaric acid was decreased by 64% and 96% in red and white dried raisins, respectively, but this acid remained stable after homemade jam processes for both varieties.

An increase of 98-99% only in the amount of gallic acid hexose and protocatechuic acid hexoside in red sun-dried raisins and homemade jam was observed. For the white variety, homemade jam process led to an increase of 92% and 79% in the amount of gallic acid hexose and protocatechuic acid-*O*-hexoside, respectively. These results are consistent with those published by Fabani et al. [11] who studied the production of raisins from white varieties: 'Arizul', 'Sultanina and 'Superior'; red variety: 'Flame'. Several authors reported that the increase in the content of individual phenolics during drying process is mainly due to the concentration effect (by the loss in the moisture content) and/or the cultivar [11, 45, 46].

In general, traditional sun drying and homemade jam processes had variable effects on the phenolics compounds of both varieties. This can be related to the cultivar itself and/or drying conditions that were carried out in different periods and durations. On the other hand, the decrease in the phenolic compounds in the homemade jam process may be related not only to the oxidation and thermal degradation, but also to the losses appeared during the removal of the skin and seeds, which are known to contain high amounts of these compounds [47].

Regarding the TAC evaluated by four different tests (DPPH, CUPRAC, ABTS and FRAP), the fresh grapes presented the greatest TAC, in the order of CUPRAC > DPPH > ABTS > FRAP, for the two varieties, followed by jam wastes, raisins and finally jams, with the lowest antioxidant activity. The results were in agreement with those reported by El-kassas et al. [48], who studied two Egyptian varieties of seedless grapes.

The Pearson's correlation was significantly high ( $P > 0.05$ ) between TPC, TFC and the TAC for both varieties, as well as between the monomeric anthocyanins and the TAC of the red grape variety. These results are in agreement with those reported by Panceri et al. [25]. However, our findings do not match with the results proclaimed by Fabani et al. [11] for raisins, by Moreno-Montoro et al. [49] for Spanish commercial juices and by Iacopini et al. [50] for the skin and seed of *Vitis Vinifera* varieties who indicated that the antioxidant activity could not be predicted only by the levels of bioactive compounds because it also depends on several other factors.

The effect of *in vitro* gastrointestinal (GI) digestion was also studied for the two grape varieties (Cardinal and Sabel) and their products (sun-dried grapes and jams). Cilla et al. [14] reported that bioaccessibility after food processing would better be determined because it can either increase or decrease the bioavailability of nutrients and bioactive compounds. Our results showed that bioaccessibility recoveries of TPC, TFC and TAC significantly increased compared to the fresh matrices. Our results are consistent with those of Zhyang et al. [51] for grape juice; Guldiken et al. [52], for dried red beetroot and jam flavonoids and TAC; as well as the values for the total antioxidant capacity of black carrot and marmalade jam reported by Kamiloglu et al. [53]. The increase in the recoveries has been explained by the fact that heat treatments (cooking and other treatment methods) destroy the integrity of the cell wall and membrane of organelles preserving bioactive compounds in a manner that facilitate and have a more efficient functioning of digestion enzymes in the release of bioactive compounds [54]. On the other hand, the positive effect of the processes on the bioaccessibility of TPC, TFC, and TAC has been previously explained by the improvement of phenolic compounds' extractability by high temperatures [14]. However, [51, 55] reported a negative effect on the *in vitro* bioaccessibility of total phenolics and total antioxidant capacity in pickled red beetroot, plum and cabbage, respectively.

Although a significant increase in the bioaccessibility recoveries of TPC, TFC and TAC were recorded in processed grapes, this improvement compared to fresh matrices can not be linked exclusively to the positive effects of traditional drying and jam processes, considering that factors governing the bioaccessibility of bioactive

compounds are not only the vegetable source and the domestic or industrial processes but also the structure and composition of the food matrices [56, 57].

In addition, it should be taken into account that the effect of processing on the bioaccessibility of bioactive compounds depends on several factors including the type of processing, type of bioactive compounds, and the presence of components that may affect absorption efficiency [58]. Moreover, despite the increase in the bioaccessibility recoveries, it should be highlighted that the absorption of micronutrients and other bioactive components can not be considered as completely ingested as a relative percentage of the amount ingested remains unabsorbed [59, 60].

During GI digestion, the bioaccessibility recoveries of TAC evaluated by CUPRAC and FRAP methods was positively affected for both traditional dried grapes and jams without any significant difference between the two treatments ( $P > 0.05$ ), while DPPH and ABTS methods showed a significant difference ( $P < 0.05$ ) between the two treatments. However, contradictory results were reported by Tomas et al. of [61] who reported different recoveries of TAC without any statistically significant difference between fresh black mulberry and its juice.

In fact, the study of the bioaccessibility by *in vitro* models may not thoroughly reflect the *in vivo* situation. Thus, standardization and improvement of these *in vitro* methods are required. It is also important that before drawing any conclusions or validating any information on the results obtained by a single *in vitro* digestion model, the passage through the adaptation and validation of the latter compared to *in vivo* studies is an imperative and essential step.

## 5. Conclusion

Despite the concentration of certain phenolic acids (gallic acid hexose and protocatechuic acid hexoside) in both raisins and jams, the results indicated that both sun drying and homemade jam processes) had more or less negative impacts in terms of the content of some bioactive compounds and their antioxidant activity, since potential losses in most compounds were observed. The losses in phenolic compounds or antioxidant activity in jams could be avoided when the skin and seed elimination step is modified/eliminated during processing since considerable quantities of these compounds with a good antioxidant activity are lost in the waste.

In terms of bioaccessibility, both treatments showed a positive effect by increasing the recoveries. However, further studies are still necessary in order to elucidate the fate of phenolic compounds and antioxidants during the digestion process, which determines their bioaccessibility, bioavailability, and bioactivity. In future studies, *in vitro* fermentation, *in vivo* tests and *in vitro* cellular models such as Caco-2, could also be carried out in order to support the findings of the present study.

In this perspective, the present study can be carried further to consider traditional raisins and homemade jams as good sources of natural antioxidants while trying to modify and improve the critical steps of different processes that can negatively affect the antioxidant properties.

## Acknowledgements

The authors are grateful for the Algerian Ministry of higher education and INATAA institute for the financial support.

## Conflict of interest

The authors have no conflict of interest to report.

## Funding

The authors report no funding.

## References

- [1] Cianciosi D, Forbes-Hernández TY, Afrin S, Gasparrini M, Reboredo-Rodríguez P, Manna PP, Zhang J, Lamas LB, Flórez SM, Toyos PA, Quiles JL, Giampieri F, Battino M. Phenolic compounds in honey and their associated health benefits: A review. *Molecules*. 2018;23(2322):2-20. DOI: 10.3390/molecules 23092322
- [2] Lipińska P, Atanasova AG, Józwicka A. Effects of polyphenol-rich chokeberry pomace feeding on antioxidant enzymes activity and oxidation-related parameters in lamb muscle tissues. *Journal of Berry Research*. 2018;1-12. DOI: 10.3233/JBR-180333 IOS Press
- [3] Grigoraş CG, Destandau E, Lazăr G, Elfakir C. Bioactive compounds extraction from pomace of four apple varieties. *Journal of Engineering Studies and Research*. 2012;18(1):96-103.
- [4] FAO-OIV FOCUS. Non-alcoholic products of the vitivicultural sector intended for human consumption (table and dried grapes) (2016), ISBN 978-92-5-109708-3 (FAO). ISBN 979-10-91799-74-4 (OIV).
- [5] Joshipura KJ, Hu FB, Manson JE, Stampfer MJ, Rimm EB, Speizer FE, Colditz G, Ascherio A, Rosner B, Spiegelman D, Willett WC. The effect of fruit and vegetable intake on risk for coronary heart disease. *Ann Intern Med*. 2001;34:1106-14.
- [6] Zhou K, Raffoul JJ. Potential anticancer properties of grape antioxidants. *J Oncol*. 2012;12:1-8.
- [7] Yilmaz Y, Toledo RT. Major flavonoids in grape seeds and skins: Antioxidant capacity of catechin, epicatechin, and gallic acid. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2004;52:255-60.
- [8] Valentová K, Vrba J, Bancířová M, Ulrichová J, Křen V. Isoquercitrin: Pharmacology, toxicology, and metabolism. *Food and Chemical Toxicology*. 2014;68:267-82.
- [9] Ziad. Algérie: La production de fruits secs, une filière prometteuse inexploitée. La tribune, quotidien national d'information. [http://fr.allafrica.com/stories/\(2014\)07211021.html](http://fr.allafrica.com/stories/(2014)07211021.html).
- [10] Zoubiri L, Barkat M. Investigation of the grapes' traditional drying in the region of tademait, tizi ouzou, algeria. *Óbuda University e-Bulletin*. 2015;5(1):197-208.
- [11] Fabani MP, Baroni MV, Luna L, Lingua MS, Monferran MV, Paños H, Tapia A, Wunderlin DA, Feresin GE. Changes in the phenolic profile of Argentinean fresh grapes during production of sun-dried raisins. *Journal of Food Composition and Analysis*. 2017;58:23-32. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfca.2017.01.006>.
- [12] Rein M. Copigmentation reactions and color stability of berry anthocyanins. Helsinki: University of Helsinki, Department of Applied Chemistry and Microbiology, Food Chemistry Division. 2005;10-4. ISBN 952-10-2293-0.
- [13] Amakura Y, Umino Y, Tsuji S, Tonogai Y. Influence of jam processing on the radical scavenging activity and phenolic content in berries. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2000;48:6292-7.
- [14] Cilla A, Bosch L, Barberá R, Alegría A. Effect of processing on the bioaccessibility of bioactive compounds- a review focusing on carotenoids, minerals, ascorbic acid, tocopherols and polyphenols. *Journal of Food Composition and Analysis*. [http://dx.doi.org/10.1016/j.jfca.\(2017\).01.009](http://dx.doi.org/10.1016/j.jfca.(2017).01.009).
- [15] Lingua MS, Fabani MP, Wunderlin DA, Baroni MV. *In vivo* antioxidant activity of grape, pomace and wine from three red varieties grown in Argentina: Its relationship to phenolic profile. *Journal of Functional Foods*. 2016;20:332-45. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jff.2015.10.034>.
- [16] Capanoglu E, de Vos RCH, Hall RD, Boyacioglu D, Beekwilder J. Changes in polyphenol content during production of grape juice concentrate. *Food Chemistry*. 2013;139(1):521-6.
- [17] Dewanto V, Wu X, Adom KK, Liu RH. Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2002;50:3010-4.
- [18] Lee J, Durst RW, Wrolstad RE. Determination of total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants, and wines by the pH differential method: Collaborative study. *Journal of AOAC International*. 2005;88(5):1269-78.
- [19] Kumaran A, Karunakaran RJ. Antioxidant and free radical scavenging activity of an aqueous extract of *Coleus aromaticus*. *Food Chemistry*. 2006;97(1):109-14.
- [20] Miller NJ, Rice-Evans CA. Factors influencing the antioxidant activity determined by the ABTS + radical cation assay. *Free Radical Research*. 1997;26(3):195-9.
- [21] Benzie IF, Strain JJ. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": The FRAP assay. *Analytical Biochemistry*. 1996;239(1):70-6.

- [22] Apak R, Güçlü K, Özyürek M, Karademir SE. Novel total antioxidant capacity index for dietary polyphenols and vitamins C and E, using their cupric ion reducing capability in the presence of neocuproine: CUPRAC method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2004;52(26):7970-81.
- [23] Carrillo C, Buvé C, Panozzo A, Grauwet T, Hendrickx M. Role of structural barriers in the *in vitro* bioaccessibility of anthocyanins in comparison with carotenoids. *Food Chemistry*. 2017;227:271-9.
- [24] Minekus M, Alminger M, Alvito P, Balance S, Bohn T, Bourlieu C, Carrière F, Boutrou R, Corredig M, Dupont D, Dufour C, Egger L, Golding M, Karakaya S, Kirkhus B, Le Feunteun S, Lesmes U, Macierzanka A, Mackie A, Marze S, McClements DJ, Ménard O, Recio I, Santos CN, Singh RP, Vegarud GE, Wickham MS, Weitschies W, Brodkorb A. A standardised static *in vitro* digestion method suitable for food – an international consensus. *Food & Function*. 2014;5:1113-24.
- [25] Panceri CP, Gomes TM, De Gois JS, Borges-Daniel LG, Bordignon-Luiz MT. Effect of dehydration process on mineral content, phenolic compounds and antioxidant activity of Cabernet Sauvignon and Merlot grapes. *Food Research International*. 2013;54:1343-50.
- [26] Bennett LE, Jegasothy H, Konczak I, Frank D, Sudharmarajan S, Clingeleffer PR. Total polyphenolics and anti-oxidant properties of selected dried fruits and relationships to drying conditions. *Journal of Functional Foods*. 2011;3:115-24.
- [27] Frank D, Gould I, Millikan M. Browning reactions during storage of low-moisture Australian sultanas: Effects of vine nitrogen nutrition on subsequent arginine-mediated Maillard reactions during storage of dried fruit. *Australian Journal of Grape and Wine Research*. 2005;11:15-23.
- [28] Williamson G, Carughi A. Polyphenol content and health benefits of raisins. *Nutr Res*. 2010;30:511-9.
- [29] Samoticha J, Wojdyło A, Golis T. Phenolic composition, physicochemical properties and antioxidant activity of interspecific hybrids of grapes growing in Poland. *Food Chemistry*. 2017;215:263-73.
- [30] Di Lecce G, Arranz S, Jáuregui O, Tresserra-Rimbau A, Quifer-Rada P, Lamuela-Raventós RM. Phenolic profiling of the skin, pulp and seeds of Albariño grapes using hybrid quadrupole time-of-flight and triple-quadrupole mass spectrometry. *Food Chemistry*. 2014;145:874-82.
- [31] Bavaresco L, De Rosso M, Vedova AD, Panighel A, Gardiman M, Ostan M, Flamini I R. Characterization of some Italian *V. vinifera* L. grape varieties on the basis of their flavonol profile. *BIO Web of Conferences*. 2014;3(01006). DOI: 10.1051/bioconf/20140301006
- [32] Silva LR, Queiroz M. Bioactive compounds of red grapes from Dão region (Portugal): Evaluation of phenolic and organic profile. *Asian Pac J Trop Biomed*. 2016;6(4):315-21.
- [33] Antonioli A, Fontana AR, Piccoli P, Bottini R. Characterization of polyphenols and evaluation of antioxidant capacity in grape pomace of the cv. Malbec. *Food Chemistry*. 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.01.082>.
- [34] Ivanova V, Stefova M, Vojnoski B, Dörnyei A, Márk L, Dimovska V, Stafilov T, Kilár F. Identification of polyphenolic compounds in red and white grape varieties grown in R. Macedonia and changes of their content during ripening. *Food Res Int*. 2011;44:2851-60.
- [35] Mazza G, Fukumoto L, Delaquis P, Girard B, Ewert. Anthocyanins, phenolics, and color of Cabernet Franc, Merlot, and Pinot Noir wines from British Columbia. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 1999;47:4009-17.
- [36] Flint SD, Jorda PW, Caldwell MM. Plant protective response to enhanced UV-B radiation under field conditions: Leaf optical properties and photosynthesis. *Photochemistry and Photobiology*. 1985;41(1):95-9.
- [37] Liang N, He F, Bi H, Duan C, Reeves MJ, Wang J. Evolution of flavonols in berry skins of different grape cultivars during ripening and a comparison of two vintages. *European Food Research and Technology*. 2012;235:1187-97.
- [38] Mencarelli F, Bellincontro A, Nicoletti I, Cirilli M, Muleo R, Corradini D. Chemical and biochemical change of healthy phenolic fractions in winegrape by means of postharvest dehydration. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 2010;58:7557-64.
- [39] Çoklar H, Akbulut M. Effect of sun, oven and freeze-drying on anthocyanins, phenolic compounds and antioxidant activity of black grape (Ekişikara) (*Vitis vinifera* L.). *S. Afr J Enol Vitic*. 2017;38(2):264-72.
- [40] Ozela E, Stringheta P, Chauca M. Stability of anthocyanins in spinach vine (*Basella rubra*) fruits. *Cien Cien Inv Agr*. 2007;34(2):115-20.
- [41] Rhim JW. Kinetics of thermal degradation of anthocyanin pigment solutions driven from red flower cabbage. *Food Sci Biotechnol*. 2002;11:361-4.
- [42] Cemeroglu B, Velioglu S, Isik S. Degradation kinetics of anthocyanins in sour cherry juice and concentrate. *J Food Sci*. 1994;59:1216-8.
- [43] Tiwari U, Cummins E. Factors influencing levels of phytochemicals in selected fruit and vegetables during pre- and post-harvest food processing operations. *Food Res Int*. 2013;50:497-506.
- [44] Häkkinen SH, Kärenlampi SO, Mykkänen HM, Törrönen AR. Influence of domestic processing and storage on flavonol contents in berries. *J Agric Food Chem*. 2000;48:2960-5.
- [45] Peinado J, López de Lerma N, Peinado RA. Synergistic antioxidant interaction between sugars and phenolics from a sweet wine. *Eur Food Res Technol*. 2010;231:363-70.
- [46] Serratos MP, López-Toledano A, Mérida J, Medina M. Changes in colour and phenolic compounds during the raisining of grape Cv. Pedro Ximenez. *J Agric Food Chem*. 2008;56:2810-6.

- [47] Farhadi K, Esmaeilzadeh F, Hatami M, Forough M, Molaie R. Determination of phenolic compounds content and antioxidant activity in skin, pulp, seed, cane and leaf of five native grape cultivars in West Azarbaijan province, Iran. *Food Chemistry*. 2016;199:847-55.
- [48] El-kassas FB, Ali AM, Mostafa SE. Phenolic compounds as antioxidants of some products manufactured from two cultivated Egyptian varieties of seedless grapes. *Annals of Agricultural Science*. 2014;59(2):195-9.
- [49] Moreno-Montoro M, Olalla-Herrera M, Gimenez-Martinez R, Navarro-Alarcon M, Rufián-Henares J. Phenolic compounds and antioxidant activity of Spanish commercial grape juices. *J Food Compos Anal*. 2015;38:19-26.
- [50] Iacopini P, Baldib M, Storchic P, Sebastiani L. Catechin, epicatechin, quercetin, rutin and resveratrol in red grape: Content, *in vitro* antioxidant activity and interactions. *Journal of Food Composition and Analysis*. 2008;21:589-98.
- [51] Zhiyong Yadan TH, Maomao Z, Shuang Z, Guanjun T, Fang Q, Jie C. High pressure homogenization processing, thermal treatment and milk matrix affect *in vitro* bioaccessibility of phenolics in apple, grape and orange juice to different extents. *Food Chemistry*. 2016;200:107-16.
- [52] Guldiken B, Toydemir G, Okur S, Boyacioglu D, Capanoglu E. Homeprocessed red beetroot (*Beta vulgaris* L.) products: Changes in antioxidant properties and bioaccessibility. *International Journal of Molecular Sciences*. 2016;17:858.
- [53] Kamiloglu S, Pasli AA, Ozcelik B, Van Camp J, Capanoglu E. Influence of different processing and storage conditions on *in vitro* bioaccessibility of polyphenols in black carrot jams and marmalades. *Food Chemistry*. 2015;186:74-82.
- [54] Page D, Van Stratum E, Degrou A, Renard CMGC. Kinetics of temperature increase during tomato processing modulate the bioaccessibility of lycopene. *Food Chemistry*. 2012;135:2462-69.
- [55] Kaulmann A, André CM, Schneider YJ, Hoffmann L, Bohn T. Carotenoid and polyphenol bioaccessibility and cellular uptake from plum and cabbage varieties. *Food Chemistry*. 2016;197:325-32.
- [56] Garcá-Arieta A. Interactions between active pharmaceutical ingredients and excipients affecting bioavailability: Impact on bioequivalence. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2014;65(18):89-97.
- [57] Dufour C, Dangles O. Devenir digestif des polyphénols des fruits et légumes Fardet A, Souchon I, Dupont D. Structure des aliments et effets nutritionnels. Edition Quae. 2013;271-4. ISBN 978-2-7592-2012-0.
- [58] Van Buggenhout S, Alminger M, Lemmens L, Colle I, Knockaert G, Moetlants K, Van Loey A, Hendrickx M. *In vitro* approaches to estimate the effect of food processing on carotenoid bioavailability need thorough understanding of process induced microstructural changes. *Trends in Food Science and Technology*. 2010;21:607-18.
- [59] Li Z, Jiang H, Xu C, Gu L. A review: Using nanoparticles to enhance absorption and bioavailability of phenolic phytochemicals. *Food Hydrocolloids*. 2015;43:153-64.
- [60] Wang T, He F, Chen G. Improving bioaccessibility and bioavailability of phenolic compounds in cereal grains through processing technologies: A concise review. *Journal of Functional Foods*. 2014;7:101-11.
- [61] Tomas M, Toydemir G, Boyacioglu D, Hall R, Beekwilder J, Capanoglu E. The effects of juice processing on black mulberry antioxidants. *Food Chemistry*. 2015;186:277-84.

# Investigation of the Grapes' Traditional Drying in the Region of Tademait, Tizi Ouzou, Algeria

**Lamia Zoubiri, Malika Barkat**

Department de Biotechnologie, INATAA, Université Frères Mentouri Constantine, Algeria, E-mail:barkat.inataa@yahoo.fr

**Abstract:** *The objective of this study was to collect detailed data on grapes' traditional drying. A survey was conducted with 63 respondents after an orientation by the agricultural subdivision of Tademait. The survey questionnaire consisted of three components related to the interviewee's identity, the wineries' characterization on traditional drying of the grapes. The results show that 93% are winemakers with 33% and among them have 3001 to 6000 trees with diverse varietal profile and predominance in order of the following varieties: Cardinal, Debouki, Bayrouth and Alexandria. As for traditional drying, 62% produce grapes dried between 10- 50Kg, 58% with the aim of enhancing the grapes of low market value. According to 58%, late varieties are better suited for drying. From 95%, the major pretreatments before drying are sorting and washing with an addition of table salt; drying is done under the sun (56%), on reed mats (46%), at a temperature between 30-35°C (46%). 53% require the criteria for good drying. According to 87%, the end of the drying operation is done visually, after 20-24 days (41%), with a storage of finished product in paper bags (41%) and in cool, dry places (82%). The diagram of artisanal drying adopted is: grapes collection, sorting and washing, soaking in boiling salted water, drying under the sun, picking off of the dried grapes, conservation.*

**Keywords:** *Traditional drying, grapes, varieties, treatment, investigation*

## 1 Introduction

For a long time, drying in the sun of foodstuffs was the first conservation system. Today, it is a technique widely used in the world for a variety of fruits and vegetables [1]. In Algeria, the family drying of fruits and vegetables is especially figs (kabylie's region), apricot (Batna, Hodna-M'sila) and various legume plant seeds [2]. Beside the fig tree and apricot tree, the vine is one of the species of tree fruit, important for the economic and social plan of the country. During full production of table grapes, local markets are often saturated. This excess leads to significant losses for producers, especially for late varieties with high yield as Debouki whose price drops to 50Da/Kg. In the region of Tademait, families practicing viticulture prefer drying the clusters of late varieties and store them rather than sell them at low prices. The purpose of our study is to combine data on

the methods of artisanal drying of the grapes in the region of Tademait and establish a diagram of traditional drying, on the basis of a survey of families practicing viticulture.

## **2 Materials and Methods**

### **2.1 Area of Study**

This study was conducted in the municipality of Tademait. This region is known by a favorable climate for viticulture. In this region, a program of conversion of vegetable crops in arboriculture (vine) was applied by make it national development and agricultural adjustment (FNDRA) since 2000. According to the agricultural subdivision, the total area under vines is 197.26 Ha, with an annual production for 2012-2013 estimated at 39500 Qx with an average yield of 200Qx/Ha [3].

### **2.2 Sampling**

A simple and random sampling was conducted. The study began with a direct contact with executives of agricultural subdivision of Tademait, which have directed us to families practicing viticulture and traditional drying of the grapes, residing mostly in the vicinity of Ichakalen village, municipality of Tademait. On land, the survey was conducted with families engaged in viticulture, winemakers and producers of dried grapes. After selection, the total number of respondents selected was 63.

### **2.3 Formulation of the Questionnaire of the Survey**

A questionnaire consisting of three components was developed. A first part discusses the identification of respondents, a second part concerns the characterization of wineries based on the number of cultivated trees, varietal profile, the age and the use of vine plantation, etc., and finally a third component relates to the activity of the traditional drying. This component consists of 24 questions dealing with mainly the reasons and purpose of drying, the varieties used, the methods of drying, the area and the drying time, the problems encountered during drying, different pretreatments applied and the products added to the grapes to dry, the support and the criteria of good drying, the criteria of the end of drying, the quantities of annual dry grapes, the duration and the conditions for conservation of dried grapes, dry grapes storage containers and the destination of the dried grapes.

## 3 Results and Discussion

### 3.1 Identification and Personal Information

#### 3.1.1 Age of Respondents

The dominant age group is between 41-51 years. Table 1 summarizes the different age groups practicing agriculture. At the end of the survey responses, 77.26% are farmers basically and are owners of agricultural land; 9.09% are graduates in Agronomy and practice themselves agriculture, which is the heritage of their parents. According to these, this importance for agriculture is explained by different programs traced by the government for the promotion of this agricultural area; 4.54% are traders buying the vines orchards in harvest season.

Table 1  
Age of the surveyed farmers

Age group (years)	Percentage (%)
[20-30]	9.09
[31-40]	27.27
[41-50]	36.36
[51-60]	16.66
[> 60]	10.6

#### 3.1.2 Levels of Education

A significant percentage (25.75%) represents the respondents having a degree in agronomy. They are followed by the illiterate farmers who have never attended school (21.21%). The remaining percentage (53.01%) represents the respondents having a level of education ranging from the koranic school to high school.

#### 3.1.3 Percentage of Growers

The farmers in the region of Tademait are mainly winemakers whose 93.93% have orchards with vineyards. This is explained by the large agricultural lands in this region and which are well suited to the cultivation of the vine and to the support of this sector by the government.

### 3.2 Importance of Viticulture in the Region of Tademait

#### 3.2.1 Number of Feet of Vines

Figure 1 shows the number of feet of vines that possess the winegrowers of Tademait. According to respondent's winegrowers, the importance of the number of trees is explained by growing several varieties in orchards and the different modes of culture applied, knowing that a hectare has approximately 2800 in line and approximately 2000 feet in pergola.

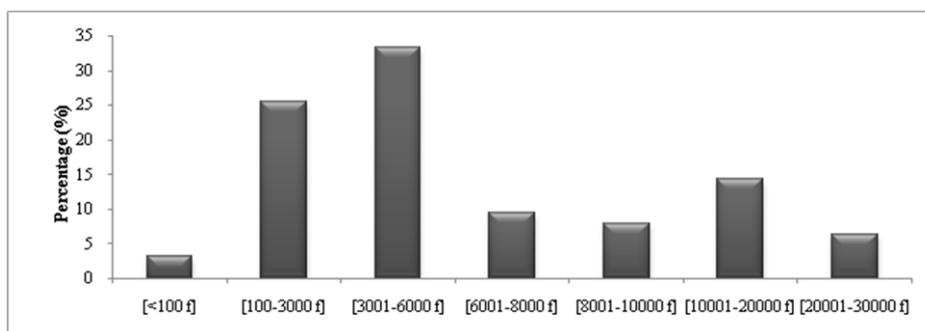


Figure 1  
Number of feet of vines

### 3.2.2 Varietal Profile

Varietal profile represented in table 2 is very diverse. These cultivated varieties are known by high yield, resistance to diseases, a late harvest and a tonnage of harvest (case of Debouki) and a good sale (case of great Palm, Muscat and Cardinal).

Table 2  
Varietal profile of grapes in the region of Tadmaït

<i>Varieties</i>	<i>Percentage (%)</i>
<i>Cardinal</i>	<i>57.14</i>
<i>Debouki «Sabène»</i>	<i>46.03</i>
<i>Date palm of Bayrouth</i>	<i>26.98</i>
<i>Muscat of Alexandria</i>	<i>23.8</i>
<i>Big black</i>	<i>17.46</i>
<i>Red globe</i>	<i>12.69</i>
<i>Italian</i>	<i>1.58</i>

The cardinal is the most cultivated (57.14%). According to agronomists of the agricultural subdivision of Tademait and surveyed winemakers, this is explained by its early harvest (month of July) and its good selling. Indeed, the late varieties necessitate intensive irrigation in August; have been replaced by early-maturing varieties. The large percentage of respondents winegrowers have a single variety, followed by those who own two varieties (figure 2).

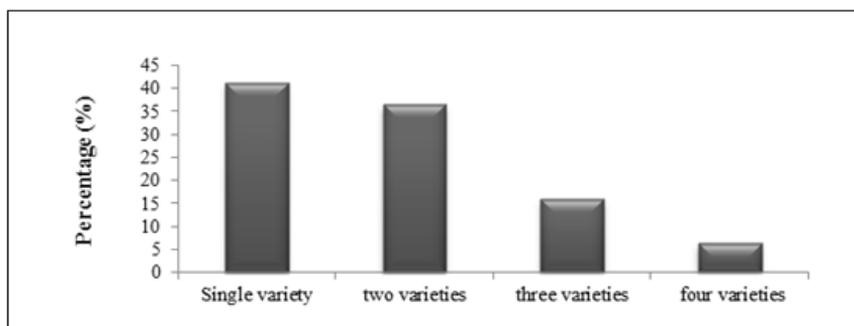


Figure 2  
Number of cultivated vine varieties

### 3.2.3 Location of vine Orchards

The majority (38.09%) vine orchards is located in plateaus, 20.63% in mountainous areas, the same percentage of plains. According the survey, it has proved that a winemaker can have several orchards located in different geographical situations.

### 3.2.4 Age of Plantations

The major percentage (50.79%) concerns old plantations from 5 to 10 years. This is explained, according to growers, by recent agricultural support applied by the Algerian government for the development of this culture. Indeed, each farmer with a “fella card” allowing it to benefit from the vine plants, fertilizers and stalling since 2000.

### 3.2.5 Use of Plantations

59.09% of plantations are intended for sale and family consumption at the same time, knowing that farmer’s owners are even that concerned with production management and decide the sale of plots. On the other hand, 31.81% are those who sell orchards completely in harvest seasons to traders, without leaving any parcel for family consumption. As for family consumption, this last is 6.06% and concern families with less than 100 feet of vines.

### 3.2.6 Appreciation of the Ripening of the Grapes

95.45% of respondents appreciate the ripening of the grapes visually by referring to the harvest season known for each variety and the tour of the bees in the orchard. The sweet taste of berries also plays an important role in this determination to 54.54% of winemakers, unlike sensing which remains a low average (9.09%) for the assessment of the maturity of the grapes.

## 3.3 Productions of Dried Grapes

From the results obtained, accordingly to the producers of grapes, only 62.12% of respondents dry grapes after full maturity.

### 3.3.1 Purpose of Drying

The main purpose of the traditional drying of the grapes is to enhance the low market value of grapes that are, according to growers, clusters softened on the tree because of the climatic conditions and inadequate perfusion in the period of July-August for late varieties. In addition, the grapes are dried occasionally to keep the excess of production, improve the taste and to make gifts to neighbors' (Figure 3).

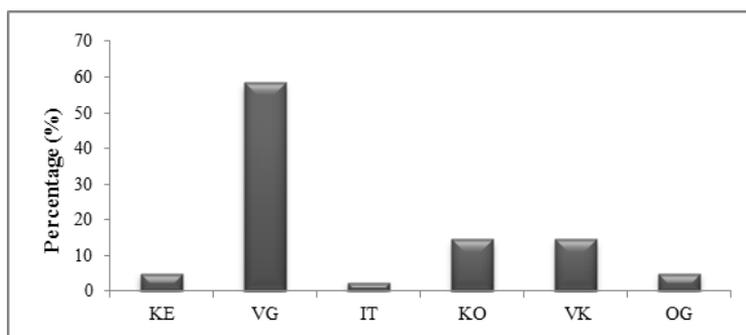


Figure 3

Goals of drying of the grapes

**KE:** Keep the excess of production; **VG:** Valuing the grapes of low-value market; **IT:** Improve the taste; **KO:** Keep the grapes for occasions, **VK:** valuing the grapes of low-value market and keep the excess of production; **OG:** Other goals.

### 3.3.2 Organization of the Drying Process

#### Type of Grapes used for Drying

58.53% of dried grapes' producers use varieties with late maturity such as Debouki "Sabel". This does not preclude other varieties, because 41.46% of producers report that all varieties grown in the region lend themselves to traditional drying.

#### Pretreatment Applied to Grapes for Drying

All respondents who dry grapes report that washing, sorting and adding some products such as table salt, boiling water, olive oil, oak ashes and certain aromatic plants are often applied as major pretreatments and aimed to facilitate water evaporation from the grapes and a guarantee of an efficient drying avoiding moisture and insects. On the other hand, the calibration has no significance (2.41%). This is explained by the destination of the dried grapes, which is not for sale (Figure 4).

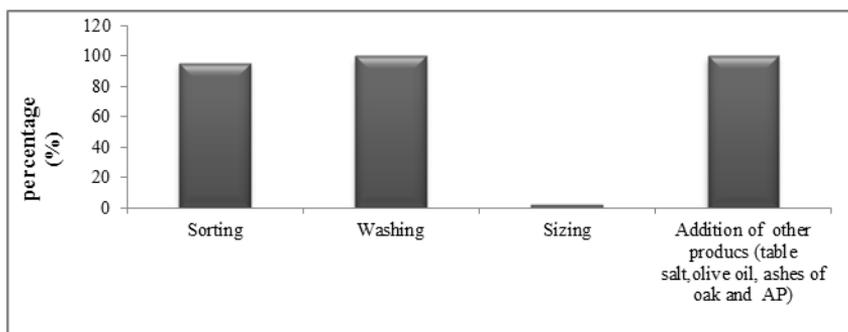


Figure 4  
Different pretreatments applied to grapes before drying

### Products Added to Grapes before Drying

Figure 5 shows the various products added to the grapes to dry. According to dried grapes’ producers, the addition of table salt has the role to promote and accelerate the evaporation of water from the grapes, olive oil gives the gloss to dried grapes and allows them to proper conservation, the oak ashes allow them to keep insects and odors caused by moulds and the aromatic plants (thyme and mint) used to combat wasps and ants.

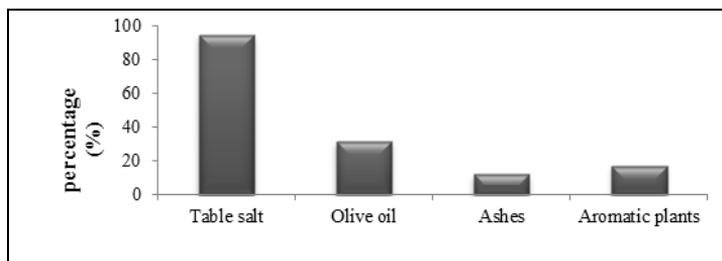


Figure 5  
Various products added to the grapes to dry

### Drying Rack

46.34% of respondents producing dried grapes (Figure 6) use reed mats for the exposure of the grapes to the sun. According to them, this is explained by a proper air circulation around the berries and grapes during drying, preventing the development of moulds and avoiding the problem of gluing caused by moisture. Plastic sheeting and carpet fabrics are also used, but from the respondents, these racks are used for pre dried cluster on the shaft and those don’t need a long period of drying. Other rack such as linen yarn and paper are used for small quantities.

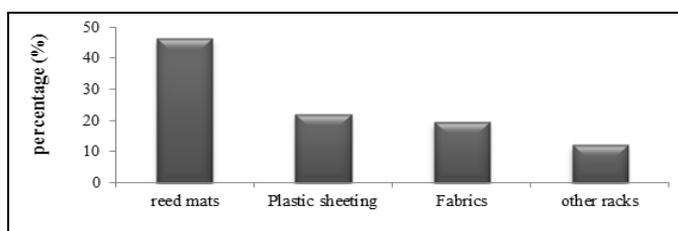


Figure 6  
Racks used to dry grapes at Tademait

### Drying Temperature Range

The drying of the grapes occurs especially in hot periods with the most recorded temperature range is [30-35°C]. This is explained by the direct exposure of grapes of late varieties to the sun. For temperature intervals of [20–25°C] reported by 4.87% of respondents, they relate to the berries of early-maturing varieties which are often dried in the shade in rooms well-ventilated to prevent their hardening.

### Drying Area

According to 56.09% of vine growers, the drying of the grapes occurs in full exposure to the sun, on the terraces and in the courtyard of the house (open Haouch) to accelerate the drying operation. Furthermore, 43.9% of respondents from the same region prefer dry grapes in the shade, in rooms or covered Haouch. According to them, this method allows to avoid the hardening of berries.

### Drying Time

The duration of drying of the grapes is [15-19] days to 41.46% of respondents. A time of [20-24] days was reported by 41.46% of the wineries. Other respondents (17.05%) report that the drying of the grapes time depends on several parameters including weather conditions (temperature, wind), the drying air, and the dry condition of the grapes (the initial moisture).

### Criteria for Judgment of Drying

87.8% of respondents decide to stop traditional drying of the grapes visually by observing the state of the berries of the grapes that retract and become wrinkled due to water loss. For 4.87% of respondents, the drying off indicator of the grapes is sensing and 7.31% decide to stop drying visually and by the very sweet taste of the dried berries.

### Problems Encountered during Drying

56.12% of respondents don't have problem during craft drying of the grapes. However, 43.88% of them have various problems, which the most important (14.63%) is the onslaughts of grapes during drying operation by insects such as bees, wasps, ants that damage the grapes berries. 12.19% of respondents declare alteration of clusters by moulds as a very annoying problem. Hardening of the berries and their bonding are two problems reported respectively from 7.31% and 9.75% of respondents.

## **Criteria for Good Drying**

46.34% do not require any criteria to ensure proper drying. On the other hand, 53.65% require different criteria for good drying which 68.18% of respondents refer these criteria closely to the grape variety (variety, state of the fruit and maturity degree) and drying (area of drying, drying temperature, drying rack and pretreatments applied). The only grape variety is a criterion required for a good drying to 18.18% of respondents. The operation of drying with its parameters (area of drying, drying temperature, drying rack and pretreatments) is a criterion required for a good drying to 13.63% of respondents.

### **3.3.3 Dry Grapes**

#### **Annual Quantity of Dried Grapes**

The most of respondents (36.58%) produce from [10-50 Kg [of the grapes dry annually. This quantity is not really important, this is explained by these respondents by the fact that these dried grapes are not intended for marketing and their use is limited to family consumption. Furthermore, 34.14% of the surveyed produce [100-150 Kg [of dried grapes. This is explained according to these subjects to the distribution of these dried grapes in their families, neighbors' and poor families. 9.65% of surveyed subjects only produce more than 150 Kg.

According to these respondents, this large quantity of dried grapes is produced only when softening problems of the clusters of the variety Debouki on the shaft occur when prices fall in the market. It is noticed that, according to the respondents the quantity of dried grapes annually depends on families practicing viticulture, vine-growing area, production and late dry varieties.

#### **Duration of Storage of Dried Grapes**

According to 51.21% of respondents, the duration of storage of the grapes dried traditionally is from [1-2 [years. According to them, this period is not long and avoids alteration of dried grapes and the deterioration of their taste. 26.82% of subjects store the dried grapes during [2-3 years [without encountering problems during these years. Others (14.63%), store the dried grapes during [3-4 years[ and indicate that the duration of storage depends on two very important parameters including the quality of drying and storage conditions .

#### **Storage of Dried Grapes Place**

In the studied area, 41.46% of respondents store dried grapes in bags and indicate that it is the best mean of conservation provided that it is protected from moisture. 26.82% 17.07% and 14.63% subjects prefer to store dried grapes, respectively in linen bags, plastic jars and wood jars. According to these respondents, the choice of packaging jars is very important, because they influence the duration of conservation and preserve the organoleptic quality of dried grapes.

### **Storage Conditions for Dried Grapes**

82.92% of respondents report that the best conditions of storage of dried grapes are fresh and dry places. According to them, the major problem of the dried grapes is the development of moulds caused by heat and moisture. Also, 14.63% of the respondents retain the grapes dried in well ventilated areas. This is explained by the fact that ventilation prevents gluing of dried grape berries. According to 2.43 % of respondents, the absence of moisture is the only condition of conservation of dried grapes and they explained this by the fact that moisture promotes the development of moulds and the attack of dried grapes by insects.

### **Development of the Mould after Drying and its Causes**

70.73% of farmers reported that no development of moulds is observed, during drying or after. However 29.26% of respondents observe alterations due to the development of the moulds during storage. The causes of these alterations, according to these respondents, are summarized in figure 17.91. 66% of respondents report that these alterations are caused by the unfavorable conditions of conservation that promote the moulds' development. 25% of subjects reported that these alterations are due to poor drying and especially the use of drying racks that hold moisture such as plastic sheeting. Poor sorting of the grapes before drying is one of the causes of the alterations by moulds, this fact is indicated by 16.66% of respondents.

### **Difference between Traditional and Industrial Drying**

All the respondents reported that there is a difference between industrial dried grapes and artisanal dried grapes. 58% of respondents report that the variety, the appearance and the quality of the finished products of the dried grapes produced industrially are different from the traditional dried grapes. According these respondents, industrial dried grapes have a bright color and are produced from seedless varieties. 16.5% of respondents report that the difference is due to the use of various industrial dryers producing dry grapes. 14.5% of farmers reported that taste makes the difference between two dry grapes. This is explained by the addition of industrial powdered sugar on dry grapes. 11% of respondents think that the addition of the chemical products in industry is the difference between traditional and industrial dry grapes.

### **Destination of Dried Grapes**

From 100% of respondents, the dried grapes traditionally are not intended for sale. 53.65% of respondents report that these dried grapes are intended for family consumption and to make donations to the neighbours and to poor families. This is explained by the good neighbourhood relationships in this village with strong vine-growing area.

### **Diagram of Traditional Drying of the Grapes in the Region of Tademait**

The most used craft drying diagram by 43.90% of respondents producing dried grapes is as follows: picking of grapes after full maturity, sorting, washing, soaking in boiling salted water for 20 to 60 seconds, draining of clusters in plastic crates, exhibition of the clusters to the sun until the berries become wrinkled destemming, storage of dried berries. According to subjects, boiling salted water accelerates the loss of water and therefore leads to the proper drying of the grapes. On the other hand, 26.82% of farmers follow the same diagram, but they prefer grease salted boiling water with a glass of olive oil before soaking of the clusters. This is explained according to them, by the fact that this grease avoids clusters by wasps and bees attack and gives glossy dry berries. 12.19% subjects dip clusters in infusions salted herbs such as the viscous elecampane, thyme and mint. For them, these plants are a mean of preserving the grapes during and after drying against various insect predators of the berries. Nevertheless, 7.31% of farmers cook clusters to water vapor containing oak ashes, which according to them, the smell of these ashes fight against insects and fungal alterations. The step of manual removal of dried berries is applied by 7.31% of farmers.

### Conclusion

Since the failure of the development program of production of seedless dry grapes for the Sultana variety (1st quadrennial plan, 1970/1973), Algeria provides its domestic consumption in grapes by importing [4]. However, some local areas prefer to practice the craft drying of the grapes for their occasional needs in this dried fruit instead of buying at prices ranging up to 50 Da / Kg. A technique of traditional drying applied relies on a simple exposure to the sun, clusters of grapes mature. This practice of drying, conditioning and conservation of final product do not guarantee good microbiological and physico-chemical quality. From the perspective of developing the activity of traditional drying of the grapes in the region of Tademait and to circulate in the vine regions of the country, we propose to encourage the family activity that both requesting the intervention of the women and men for a good complementary work; the village group which is a form of union and interesting organization; the organization of the vine industry by creating professional organizations in direct relation to subdivisions farm, able to develop this field, production of fresh and dried grapes and ensure good control craft drying and the conditions of storage of the dried grapes; creation of the markets or souks weekly for the sale of such products of traditional land.

### References

- [1] Dudez P., Thémelin A. and M. Reynes, Le séchage solaire à petite échelle des fruits et légume, expérience et procédés. *Guide pratique*.1995, ISBN 2-86844-073-8.
- [2] F. Bahlouli, A. Tiaiba and A. Slamani, Etude des différentes méthodes de séchage d'abricot, point sur les méthodes de séchage traditionnelles dans la région de Hodna, Wilaya de Msila. *Revue des énergies renouvelables*, 2008, *SMSTS 08 Alger*. P 61-66.

- [3] Subdivision Agricole de Draa Ben Khedda, Tizi-Ouzou., Bilan récoltes viticole (raisins de table), Evaluation de la production annuelle de raisins de table de la région de Tademaït, Rapport de l'année 2013.
- [4] M. T. Belhout, le secteur viticole et vinicole en Algérie : Marché interne et commerce international. *Medit* 1990, N 1/90.

## Résumé

Parmi les fruits saisonniers, les raisins comptent parmi les principaux fruits inondant les étalages des différents marchés de fruits et légumes Algériens. Cependant le manque des industries de transformation et de conservation de ces fruits, et en particulier ceux qui sont rapidement périssables et de faible valeur marchande ont incité les producteurs à les conserver de manière traditionnelle. Pour les raisins, les deux procédés traditionnels les plus pratiqués sont le séchage au soleil et la préparation domestique de confiture.

Les principaux objectifs de cette étude sont d'établir des diagrammes traditionnels : séchage au soleil des raisins et préparation par cuisson domestique de confiture de raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*), et d'étudier l'effet de ces deux procédés traditionnels sur les teneurs et le profil des composés phénoliques et leur capacité antioxydante totale avant et après digestion simulée *in vitro*.

Afin d'atteindre ces objectifs une enquête par questionnaire a été établie auprès des familles regroupant des personnes du domaine agricole dont des agriculteurs et viticulteurs. Les échantillons de raisins frais, raisins séchés et confitures traditionnelles des raisins (*Var. Cardinal* et *Var. Sabel*) ont fait l'objet d'une série d'analyses spectrophotométriques pour le dosage des polyphénols totaux, flavonoïdes totaux, anthocyanes monomères totales et la capacité antioxydante totale. Le profil phénolique à son tour, a été étudié par HPLC-DAD-MS-QTOF.

En outre, une digestion gastro-intestinale *in vitro* a été appliquée pour évaluer la bioaccessibilité des composés phénoliques des raisins frais et leurs dérivés traditionnels. Il s'est avéré que les deux procédés traditionnels ont conduit à des pertes considérables dans les teneurs en certains composés phénoliques (acides phénoliques et flavonoïdes) et de leur capacité antioxydante. Cependant, une augmentation de la teneur en certains acides phénoliques a également été observée. Les coefficients de bioaccessibilité des composés phénoliques et de la capacité antioxydante totale des fractions dialysables des raisins séchés et confitures de raisins digérés *in vitro* ont été relativement améliorés.

**Mot-clé :** Raisins, *Var. Cardinal*, *Var. Sabel*, Procédés traditionnels, Profil phénolique, Capacité antioxydante, Bioaccessibilité

## **Abstract**

Among seasonal fruits, grapes are the main fruits flooding the shelves of various Algerian fruit and vegetable markets. However, the lack of processing and preservation industries for these fruits, particularly rapidly perishable fruits and those with low market value, have encouraged producers to preserve them in a traditional way. For grapes, the two most widely used traditional processes are sun-drying and homemaking jam.

The main objectives of this study are to establish traditional diagrams: sun-drying of grapes and homemaking grape (*Var. Cardinal* and *Var. Sabel*) jam by domestic cooking. In addition, we aim to study the effect of these two traditional processes on phenolic compounds content, profile as well as their total antioxidant capacity, before and after simulated digestion *in vitro*.

In order to achieve these objectives, a survey was established and conducted among individuals and families from the agricultural sector, including farmers and winegrowers. Samples of fresh grapes, dried grapes and homemade grape jams (*Var. Cardinal* and *Var. Sabel*) were subjected to series of spectrophotometric analyzes to determine total polyphenols, total flavonoids, total monomeric anthocyanins and total antioxidant capacity, along with the determination of phenolic profiles by HPLC-DAD-MS-QTOF. Additionally, an *in vitro* gastrointestinal digestion was applied to assess the bioaccessibility of phenolic compounds from fresh grapes and their traditional derivatives. The results showed that the two traditional processes led to considerable losses in the contents of certain phenolic compounds (phenolic acids and flavonoids) as well as in their antioxidant capacity. However, an increase in the content of certain phenolic acids was observed. The bioaccessibility coefficients of phenolic compounds and total antioxidant capacity obtained from the dialyzable fractions of dried grapes and grape jam digested *in vitro* were relatively improved.

**Keywords:** Raisins, *Var. Cardinal*, *Var. Sabel*, Traditional processes, Phenolic profile, Antioxidant capacity, Bioaccessibility

## ملخص

من بين الفواكه الموسمية ، يعتبر العنب من بين الثمار الرئيسية التي تغمر رفوف أسواق الفواكه والخضروات المختلفة في الجزائر ومع ذلك ، فإن الافتقار إلى صناعات المعالجة والحفظ لهذه الفاكهة ، ولا سيما تلك سريعة التلف وذات القيمة السوقية المنخفضة ، شجع المنتجين على الحفاظ عليها بالطريقة التقليدية. بالنسبة للعنب، فإن العمليتين التقليديتين الأكثر استخدامًا هما التجفيف الشمسي والتحضير المنزلي للمربي.

تتمثل الأهداف الرئيسية لهذه الدراسة في إنشاء مخططات تقليدية: تجفيف العنب بالشمس وتحضير مربى العنب بالطبخ المحلي (أصناف كاردينال وصايال) ، ودراسة تأثير هاتين العمليتين التقليديتين على محتويات وملف المركبات الفينولية وقدرتها الإجمالية المضادة للأكسدة قبل وبعد الهضم في المختبر.

من أجل تحقيق هذه الأهداف ، تم إجراء مسح استبيان بين عائلات الأشخاص من القطاع الزراعي ، بما في ذلك المزارعين وزارعي الكروم. خضعت عينات العنب الطازج والعنب المجفف ومربى العنب التقليدية (أصناف الكاردينال وصابال) لسلسلة من التحليلات الطيفية لتحديد البوليفينول الكلي والفلافونويد الكلي والأنثوسيانين الأحادي الكلي والقدرة الكلية المضادة للأكسدة. تمت دراسة المظهر الجانبي الفينولي بدوره بواسطة كروماتوجرافيا سائلة عالية الأداء مع كاشف مصفوفة الصمام الثنائي فوق البنفسجي ومقترنًا بمقياس الطيف الكتلي رباعي الأضلاع في وقت الطيران.

بالإضافة إلى ذلك ، تم تطبيق الهضم المعدي المعوي في المختبر لتقييم إمكانية الوصول البيولوجي للمركبات الفينولية من العنب الطازج ومشتقاته التقليدية. لقد وجد أن العمليتين التقليديتين قد أدت إلى خسائر كبيرة في محتويات بعض المركبات الفينولية (الأحماض الفينولية والفلافونويد) وفي قدرتها المضادة للأكسدة. ومع ذلك ، لوحظ أيضًا زيادة في محتوى بعض الأحماض الفينولية. تم تحسين معاملات الوصول الحيوي للمركبات الفينولية والقدرة الكلية المضادة للأكسدة للأجزاء القابلة للتحليل من العنب المجفف ومربى العنب المهضوم في المختبر.

**الكلمات الرئيسية:** الزبيب ، كاردينال صابال ، العمليات التقليدية ، خصائص الفينول ، القدرة المضادة للأكسدة ، إمكانية الوصول الحيوي