

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires  
Filière : Science Alimentaires  
Spécialité : Production et transformation laitière



Réf :.....

Mémoire de fin de cycle  
En vue de l'obtention du diplôme

## **MASTER**

### *Thème*

**Elaboration d'un produit laitier à base  
d'épluchures de la pomme de terre et des  
feuilles d'échalote.**

Présenté par :

**Bedjou Ounissa & Benbara Nesrine**

Soutenu le : **27 Septembre 2021**

Devant le jury composé de :

M<sup>r</sup> MOKRANI Abdarhmane

MCA

Président

M<sup>me</sup> BRAHMI Fatiha

MCA

Encadreur

M<sup>r</sup> BOUKHALFA Farid

MCA

Examineur

**Année universitaire : 2020 / 2021**

# Remerciements

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

Nos vifs et sincères remerciements vont :

A **M<sup>lle</sup> BRAHMI Fatiha** pour son assistance, son soutien, sa patience, ses encouragements, ses conseils, sa disponibilité tout au long de la réalisation de ce mémoire ainsi que sa précieuse aide qu'elle n'a cessé de nous apporter tout au long de ce travail. Nous sommes tellement satisfaites sa qualité exceptionnelle de bonne enseignante, merci de nous avoir guidé avec patience et d'avoir consacré autant d'heures pour les manipulations au laboratoire et les corrections que vous avez apportées à ce manuscrit ; nous ne pouvons, que sincèrement vous exprimer notre respect et notre gratitude.

Et à madame SMAIL, monsieur REMILA et aux personnels du laboratoire de SARL Ramdy pour leur aide à réaliser une partie de ce travail.

Aux membres de jury bien sûr, d'avoir accepté d'évaluer et d'examiner ce travail.

Enfin, nous remercions tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

Nesrine et Ounissa

# Dédicace

*Avant tout je tiens à remercier Dieu le plus puissant pour m'avoir donné la force et la patience afin de réaliser ce modeste travail.*

*J'offre ce modeste travail :*

*A mes chers parents,*

*Qui n'ont jamais cessé, de formuler des prières à mon égard, de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.*

*A mes chères sœurs,*

*A qui j'ai partagé avec eux tous les moments de ma vie Ania, Rilina et kamelia, qui ont toujours été là pour moi et me soutenir.*

*A,*

*Mes chers oncles : Bachir qui m'a toujours aidé durant mon parcours, Mehani que j'ai perdu ; tu resteras toujours dans ma mémoire, que Dieu L'accueille dans son vaste paradis.*

*A mes chers cousins et cousines : Zaid, Chafiaa, Lyes...*

*A mes chères copines : Lamia et Besma.*

*A ma chère binôme Cunissa, pour sa patience, de m'avoir partagé les moments de ce travail.*

*Je dédie aussi ce travail à tous ceux qui ont contribué de près et de loin pour que je réussisse dans mes études.*

*Nesrine*

# Dédicace

*Au nom du Dieu le tout puissant, à qui je dois tout, et surtout d'avoir honoré et éclairé mon chemin par le savoir.*

*Au premier, deuxième et troisième lieu à ma raison d'existence, à ma très chère maman et à l'homme de ma vie mon père en qui je témoigne ma gratitude et mes reconnaissances pour tous leur sacrifices, leur conseils et surtout leur grand amour, aucun mot pourra exprimer mes reconnaissances et mon amour pour eux mais je dirais juste que si un jour j'ai pas arrêté de me battre ce n'étais que à cause de vous et pour vous.*

*Et bien sur à la beauté et l'esprit de la maison à ma seule et unique chère sœur à la quelle je souhaite tous le bonheur de la vie avec son mari et que Dieu vous accorde toi, mon père et ma mère longue et heureuse vie et vous garde pour moi.*

*Au deux personnes qui sont très chères à mon cœur, qui nous ont quitté avec leurs corps mais jamais avec leur esprit, à mon génie cousin Bedjou Nacer qui a toujours rêvé de continuer ces études mais la volonté de dieu été plus forte que nous, il nous a quitté à jeune âge je lui dirais que tu es et tu resteras toujours dans mes pensées et ensemble on a réussi à réaliser nous rêvions, à la deuxième personne que le cancer m'a volé avant que je me lasse de leur amour ma grande mère, que Dieu vous bénisse, et vous accueille dans son vaste paradis .*

*À ma merveilleuse binôme, mes cher amis (e) qui ont supporté ma nervosité et accueillent mon stress dans tous mon trajet et à toute personne qui m'a aidé dans ce travail.*

**Oumissa. B**

## Table des matières

Liste des abréviations	
Liste de figures	
Liste des tableaux	

<b>Introduction</b> .....	<b>1</b>
---------------------------	----------

### **Chapitre I : Généralités sur le fromage**

I.1 Historique et origine du fromage .....	3
I.2 Définition du fromage.....	3
I.3 Classification du fromage .....	3
I.4 Technologie de fabrication du fromage .....	4
I.4.1. Sélection et réception du lait.....	4
I.4.2. Pasteurisation.....	4
I.4.3. Coagulation du lait.....	5
I.4.4. Egouttage .....	5
I.4.5. Salage.....	5
I.4.6. Moulage.....	6
I.4.7. Affinage ou maturation.....	6
I.4.8. Conditionnement et conservation.....	6
I.5. Fromage frais.....	7
I.5.1. Définition.....	7
I.5.2. Composition et valeur énergétique.....	8
I.6. Effet du fromage sur la santé.....	9
I.7. Enrichissement.....	9

### **Chapitre II : Généralités sur les plantes étudiées**

II.1. Echalotes.....	11
II.1.1. Historique et répartition géographique.....	11
II.1.2. Définition.....	11
II.1.3. Description.....	12
II.1.4. Valeur nutritive.....	12
II.1.5. Composition et activités biologiques des échalotes.....	13

II.1.6. Conservation.....	13
II.2. Pomme de terre.....	14
II.2.1. Historique et répartition géographique.....	14
II.2.2. Définition.....	14
II.2.3. Description botanique et taxonomique.....	14
II.2.4. Valeur nutritionnelle de la pomme de terre.....	14
II.2.5. Conservation de la pomme de terre.....	15
II.2.6. Utilisation de la pomme de terre.....	15
II.2.7. Utilisation des épluchures de pomme de terre dans les industries agroalimentaires.....	16

### **III. Matériel et méthodes**

III.1. Matériel.....	17
III.1. 1. Description du matériel végétal.....	17
III.1. 2. Récolte et préparation des échantillons.....	17
III.2. Méthodes.....	17
III.2.1. Test d'humidité.....	18
III.2.2. Extraction des composés phénoliques.....	18
III.2.1. Optimisation de l'extraction des composés phénoliques.....	19
III.2.1.1. Etude préliminaire.....	19
III.2.1.2. Plan de surface de réponse.....	20
III.2.2. Dosage des composés phénoliques.....	21
III.2.2.1. Dosage des polyphénols totaux.....	21
III.2.2.2. Dosage des flavonoïdes.....	22
III.3. Evaluation de l'activité antioxydante.....	22
III.3.1. Pouvoir anti-radicalaire au DPPH.....	22
III.3.2. Capacité de chélation de fer.....	23
III.3.3. Test de phosphomolybdate d'ammonium.....	23
III. 4. Préparation du fromage frais.....	24
III.4.1. Cuisson des échantillons.....	24
III.4.2. Elaboration des fromages enrichis.....	24
III.5. Analyses physicochimiques.....	25

III.5.1 Détermination de pH.....	25
III.5.2 Détermination de l'extrait sec.....	25
III.5.3 Détermination de la matière grasse.....	25
III.6 Analyses microbiologiques.....	26
III.7. Analyses sensorielles.....	27
III.8. Analyse statistique.....	28

### **III. Résultats et discussion**

III.1. Teneurs en eau des deux échantillons.....	29
III.2. Extraction des polyphénols totaux des feuilles d'échalotes.....	30
III.2.1. Etude préliminaire.....	30
III.2.2. Optimisation par la méthodologie de surface de réponse.....	33
III.3. Extraction des polyphénols totaux d'épluchures de la pomme de terre.....	37
III.3.1. Etude préliminaire.....	38
III.3.2. Optimisation par la méthodologie de surface de réponse.....	40
III.4. Teneurs en polyphénols totaux et en flavonoïdes des extraits obtenus dans les conditions optimales d'extraction .....	44
III.4.1. Teneurs en polyphénols totaux.....	44
III.4.2. Teneurs en flavonoïdes.....	45
III.5. Evaluation des activités anti-oxydantes des extraits obtenus dans les conditions optimales.....	46
III.6 Analyses physico-chimiques du fromage frais.....	47
III.7 Analyses microbiologiques.....	47
III.8 Analyses sensorielles.....	48
III.8.1. Caractérisation du produit.....	48
III.8.1.1. Pouvoir discriminant par descripteurs.....	48
III.7.1.2. Coefficients des modèles.....	49
III.7.1.3. Moyennes ajustées par produits.....	50
III.7.2. Cartographie des préférences.....	51
III.7.2.1. Analyse en composantes principales.....	51
III.7.2.2. Préférence MAPPING (cartographie des préférences).....	52

<b>Conclusion</b> .....	<b>53</b>
Références bibliographiques	
Annexes	

# Liste des abréviations

**Aw:** Activity Water.

**Caséine k :** Caséine Kappa.

**CLA:** Acide Linoléique Conjugué.

**Codex :** Code alimentaire.

**EST :** Extrait Sec Total.

**FAO :** Food and Agriculture Organisation.

**Kcal :** Kilo Calories.

**MG :** Matière grasse.

**mg EG :** Milligramme Equivalent d'Acide Gallique.

**mg EQ :** Milligramme Equivalent de Quercétine.

**MS :** Matière Sèche.

**MTT :** 3-(4,5-Dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyl tetrazolium bromide

**WHO :** World Health Organization.

**VRBG :** Violet Red Bile Glucose Agar.

# Liste des figures

<b>Figure n° 1</b> : Diagramme de fabrication de fromage.....	7
<b>Figure n° 2</b> : Forme libre et radicalaire de DPPH.....	22
<b>Figure n° 3</b> : Vu d'ensemble de différentes épreuves de la métrologie sensorielle en fonction de l'objectif.....	27
<b>Figure n° 4</b> : Teneur en eau des feuilles d'échalotes et d'épluchures de la pomme de terre.....	29
<b>Figure n° 5</b> : Effet de la concentration en éthanol sur l'extraction des polyphénols totaux des feuilles des échalotes.....	30
<b>Figure n° 6</b> : Effet de temps sur l'extraction des polyphénols totaux des feuilles des échalotes.....	31
<b>Figure n° 7</b> : Effet de la température sur l'extraction des polyphénols totaux des feuilles des échalotes.....	32
<b>Figure n° 8</b> : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs réelles.....	34
<b>Figure n° 9</b> : Teneur prévue en polyphénols totaux et niveau de désirabilité pour les différentes variables d'optimum extraction de polyphénols à partir d'extraits de feuilles des échalotes.....	36
<b>Figure n°10</b> : Surface de réponse des interactions pour l'extraction à l'ultrason.....	37
<b>Figure n° 11</b> : Effet de la concentration en éthanol sur l'extraction des polyphénols totaux des épluchures de la pomme de terre.....	38
<b>Figure n° 12</b> : Effet de temps sur l'extraction des polyphénols totaux des épluchures de la pomme de terre.....	38
<b>Figure n°13</b> : Effet de la température sur l'extraction des poly phénols totaux des épluchures de la pomme de terre.....	39
<b>Figure n° 14</b> : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs réelles.....	41
<b>Figure n° 15</b> : Surface de réponse des interactions pour l'extraction à l'ultrason.....	43

<b>Figure n° 16</b> : Teneur prévue en poly phénols totaux et niveau de désirabilité pour les différentes variables d'optimum extraction de poly phénols à partir d'extraits des épluchures de la pomme de terre.....	43
<b>Figure n° 17</b> : Concentrations en PPT (mg EAG/g MS) des feuilles d'échalotes et épluchures de la pomme de terre.....	44
<b>Figure n° 18</b> : Concentrations en flavonoïdes (mg EQ/g MS) des feuilles d'échalotes et épluchures de la pomme de terre.....	45
<b>Figure n°19</b> : Pouvoir discriminant par descripteur.....	49
<b>Figure n° 20</b> : Coefficient des modelés de l'échantillon 2 et l'échantillon 4.....	49
<b>Figure n° 21</b> : Corrélacion entre les variables (a)et les facteurs (b).....	51

# Liste des tableaux

<b>Tableau I</b> : Composition moyenne pour 100g de fromage frais (petite suisse).....	8
<b>Tableau II</b> : Composition moyenne de fromages frais, doux, semi- dures et extra-dure (g/kg <sup>1</sup> ).....	9
<b>Tableau III</b> : Quelques exemples des fromages avec type d'enrichissement.....	10
<b>Tableau IV</b> : Variétés les plus communes de l'échalote.....	11
<b>Tableau V</b> : Valeur nutritive de l'échalote.....	12
<b>Tableau VI</b> : Composition nutritionnelle pour 100 g de pomme de terre cuite avec leur peau et épluchées avant consommation.....	15
<b>Tableau VII</b> : Niveau des variables choisies pour les essais.....	20
<b>Tableau VIII</b> : Différentes analyses microbiologiques effectuées.....	26
<b>Tableau IX</b> : Plans et résultats d'optimisation des conditions d'extraction par ultrasons par le plan central composite précis pour les extraits des feuilles des échalotes.....	33
<b>Tableau X</b> : Analyse de variance (ANOVA) pour la teneur en polyphénols totaux (Y) des extraits de feuilles d'échalotes en fonction de la concentration en éthanol (X <sub>1</sub> ), du temps d'extraction (X <sub>2</sub> ), de la température (X <sub>3</sub> ) et leurs interactions.....	35
<b>Tableau XI</b> : Paramètres de l'ajustement du modèle.....	35
<b>Tableau XII</b> : Plan et résultats d'optimisation des conditions d'extraction par le plan central composite précis pour les extraits des épluchures de la pomme de terre.....	40
<b>Tableau XIII</b> : Analyse de variance (ANOVA) pour la teneur en poly phénols totaux (Y) des extraits de feuilles d'échalotes en fonction de la concentration en éthanol (X <sub>1</sub> ), du temps d'extraction (X <sub>2</sub> ), de la température (X <sub>3</sub> ) et leurs interactions.....	42
<b>Tableau XIV</b> : Paramètres de l'ajustement du modèle.....	42

<b>Tableau XV:</b> Résultats des activités antioxydantes ( $IC_{50}$ en $\mu\text{g/mL}$ ) des extraits de feuilles d'échalotes et d'épluchures de la pomme de terre.....	46
<b>Tableau XVI:</b> Taux des paramètres : pH, MG et EST du fromage frais.....	47
<b>Tableau XVII:</b> Résultats des analyses microbiologiques du fromage frais et enrichi.....	48
<b>Tableau XVIII :</b> Moyennes ajustées par produit.....	50
<b>Tableau XIX :</b> Pourcentage de juges satisfaits pour chaque produit.....	52

# **Introduction**

# Introduction

---

Le fromage à une grande histoire avec l'alimentation humaine a cause de sa valeur énergétique et sa richesse en nutriments essentiels. Les recherches ne sont donc plus basées sur la production de fromage de haute qualité mais de plus en plus sur la commercialisation de fromage comme aliment fonctionnel. C'est la raison pour laquelle des progrès ont été fait pour conduire à une multitude de types de fromages sur le marché, variant en texture et en saveur **(Waltheret al., 2008)**.

Les consommateurs sont de plus en plus conscients que les aliments contribuent directement à leur santé, et le marché laitier joue un rôle actif dans la santé et le bien-être. L'utilisation d'ingrédients fonctionnels représente l'une des plus importantes tendances de l'innovation technologique des produits laitiers, comme l'enrichissement **(Torriet al., 2016)**.

Comme l'homme a toujours cherché à se servir des plantes pour assurer sa survie et à tirer des remèdes pour soigner ses maladies **(Tabuti et al., 2003)** et il s'est toujours inquiété de la contribution à la gestion des déchets, il a pensé d'utiliser des produits non laitiers comme ingrédients dans l'industrie laitière **(Torriet al., 2016)**.

Les herbes, les épices et les autres plantes ont été ajoutées au fromage frais pour améliorer sa saveur, couleur et présentation, et aussi ces herbes et épices sont une source de composés favorisant la santé et le bien-être **(Hayaloglu et Kye, 2011)**.

Les industries agro-alimentaires ont toujours généré des sous-produits non consommables mais potentiellement intéressants **(Chapoutot et al., 2018)**. Les appréciations réalisées sur la disponibilité de ces sous-produits montrent que ces derniers sont abondants en Algérie suite à la distribution des industries agroalimentaire.

La transformation industrielle de la pomme de terre génère entre 70 et 140 mille tonnes des épluchures de pomme de terre dans le monde chaque année. L'utilisation decette quantité massive de déchets comme aliments pour animaux ou comme engrais offre des avantages économiques importants potentiels **(Hossain et al., 2014)**.

A cause de leur humidité qui les rend sujettes à la détérioration microbienne, les épluchures de pomme de terre jetées représentent un grave problème d'élimination pour l'industrie **(Hossain et al., 2014)**. Néanmoins, les épluchures de pommes de terre contiennent 10 fois la concentration des composés phénoliques présents dans la chair de pomme de terre **(Arora et Camire, 1994)**.

# Introduction

---

D'autres part, les légumes du genre *allium* sont bien connus pour leur activité biologique résultant de la présence de composés soufrés dans les bulbes, mais les recherches se sont basées sur d'autres composés, comme les flavonoïdes et autres polyphénols. Ces légumes sont riches en flavonoïdes, principalement en quercétine et quercitrine, et parmi les espèces les plus abondantes les échalotes et les oignons rouges (Pudzianowska et al., 2012).

L'échalote est l'un des principaux légumes cultivés intensivement par les agriculteurs. Les échalotes sont utilisées pour l'assaisonnement pour la cuisine et dans la médecine traditionnelle car elles contiennent des antiseptiques et les composés d'alliine (Amiarsi et al., 2019). Toutefois, ses feuilles ne sont pas trop exploitées et sont jetées dans la majorité des cas.

Les sous-produits locaux comme les épluchures de la pomme de terre et les feuilles d'échalotes méritent donc d'être valorisées comme une source de substances bioactives et peuvent être exploitées pour l'élaboration d'aliments fonctionnels.

Par conséquent, dans ce présent travail nous avons essayé d'élaborer un fromage frais enrichi avec les feuilles des échalotes et les épluchures de pomme de terre. Ce travail a été réalisé au niveau de laboratoire d'analyse sensorielle et laboratoire d'analyses instrumentales de l'université de Bejaia et laboratoire de SARL Ramdy.

A cet égard, ce travail est reparti en deux sections :

- ✓ Une partie théorique qui comporte des généralités sur le fromage, le fromage frais et les sous-produits choisis.
- ✓ Une partie pratique, qui traite les analyses effectuées sur les sous-produits, notamment l'optimisation d'extraction de leurs composés phénoliques, et le processus d'élaboration avec ces sous-produits d'un fromage frais et son analyse.

# **Chapitre I**

## **Généralités sur le fromage**

## I.1 Historique et origine du fromage

Quelques 5000 ans en arrière, le fromage est fabriqué partout dans le monde avec du lait produit par les animaux les plus divers (**Harbutt, 1999**). L'origine précise du fromage n'est pas connue, mais grâce à des découvertes archéologiques il s'est clarifié qu'il se fabrique depuis les origines de l'élevage, il y'a environ 8000 ans, dans le Croissant Fertile (**Fox et Mc Sweeney, 2004**).

Au hasard, l'homme s'aperçut que le lait qu'il entreposait coagulait et qu'une fois séparé de son sérum le coagulum devenait une masse compacte qui pouvait sécher, et donc se conserver et être transportée. L'origine de la coagulation est l'acidification spontanée du lait, qui entraîne du fait de sa lenteur une remontée de la crème à la surface, les laits fermentés, le petit lait aigre, et le beurre furent sans doute les premiers produits laitiers. Les laits de brebis et de chèvres furent apparemment les premiers laits transformés, les ovins et les caprins ayant été les premiers animaux domestiques (**Fox et Mc Sweeney, 2004**).

## I.2 Définition du fromage

Le Fromage de l'ancien Français « fromage », du latin « formaticus » c'est-à-dire fait dans une forme. Selon **la norme Codex**, le fromage est le produit affiné ou non affiné, de consistance molle ou semi dure, dure ou extra-dure qui peut être enrobé et dans lequel le rapport protéine de lactosérum : caséines ne dépasse pas celui du lait. Le fromage est obtenu par coagulation complète ou partiel du lait sous l'action de la présure ou d'autres agents coagulants appropriés et par égouttage partiel de lactosérum résultant de cette coagulation ; les techniques de fabrication peuvent aussi entraîner la coagulation du lait de manière à obtenir un produit fini ayant des caractéristiques physiques, chimiques et sensorielles similaires à celle de définition précédente (**Vignola et Carole, 2002**).

## I.3. Classification du fromage

Selon **Sindic et al. (2019)**, le fromage peut être classé selon différentes critères : type de coagulation et selon le mode d'égouttage, le type d'affinage et la classification canadienne. Nous allons nous concentrer sur la classification selon les types d'affinage :

- Le caillé lactique : obtenu grâce à une fermentation prolongée du lactose par des bactéries lactiques ou par l'ajout d'agent acidogène dans le cas de procédés industriels (**Sindic et al., 2019**).

- Caille enzymatique : il y a un grand nombre d'enzymes protéolytiques, d'origine animale, végétale ou microbienne, qui ont la propriété de coaguler le lait ; la présure d'origine animale constituée principalement de chymosine et d'un peu de pepsine est le coagulant le plus utilisé (**Vignola et Carole, 2002**).
- Caillé présure : comprend deux phases ; la 1<sup>ère</sup> est enzymatique, au cours de laquelle la chymosine coupe la caséine k de façon spécifique, et une phase de coagulation, qui correspond à la formation du gel par agrégation des micelles modifiées (**Lupien, 1998**).
- Caillé mixte : obtenu grâce à l'action conjointe de présure et de l'acidification lactique dans la pratique industrielle (elle est généralement de dominance présure) ; 4 familles peuvent être distinguées : les pâtes molles, pâtes pressées non cuites, pâtes pressées demi cuites et pâtes pressées cuites (**Sindic et al., 2019**).

## I.4. Technologie de fabrication du fromage

Habituellement la fabrication du fromage comprend quatre étapes : la formation d'un gel, c'est la coagulation du lait ; la déshydratation partielle du gel, c'est l'égouttage qui aboutit à un caillé et le salage (**Fox, 2017**). Enfin l'affinage ou déshydrations enzymatique du caillé, cette étape n'existe pas dans le cas des fromages frais mais dans les fromages affinés (Camembert, Roquefort, Gouda...) (**Lupien, 1998**).

### I.4.1. Sélection et réception du lait

La fabrication du fromage commence par la sélection du lait de bonne qualité microbiologique et chimique, il doit être exempt d'antibiotiques ; qui inhibent totalement ou partiellement les bactéries pathogènes. Le lait destiné à la fabrication fromagère est refroidi à 4°C immédiatement après la traite, puis transporté par des citernes réfrigérées à l'usine, et peut être maintenu à environ cette température pendant 2 jours (**Fox, 2017**).

### I.4.2. Pasteurisation

La pasteurisation du lait est essentielle pour la production de fromage de qualité constante dans les grandes usines. La plupart du lait de fromage est pasteurisé à 85°C, généralement immédiatement avant l'utilisation, elle facilite la fabrication du fromage de qualité plus uniforme et elle minimise le risque de fromage servant de vecteur d'intoxication

alimentaire ou de pathogènes. La pasteurisation rend le lait cru de bonne qualité presque exempt de bactéries indésirables et améliore la consistance du fromage (Fox, 2017).

#### I.4.3. Coagulation du lait

L'étape caractéristique essentielle dans la fabrication de toute variété de fromage est la coagulation de la composante caséine de système protéique du lait pour former un gel qui emprisonne la graisse.

La coagulation peut être obtenue par :

- Protéolyse limitée par des protéinases sélectionnées.
- Acidification à pH 4,6.
- Acidification à un pH d'environ 5,2 en combinaison avec la chaleur à 90°C (Fox et al, 2017).

La coagulation du lait résulte de l'association des micelles de caséine plus au moins modifiées. Cette agglomération mène à la formation d'un coagulum dont le volume est égal à celui du lait mis en œuvre. Ces modifications physico-chimiques des caséines sont induites soit par acidification (acide lactique) soit par action d'enzymes coagulantes (généralement la présure) (Zidoune, 2017).

#### I.4.4. Egouttage

L'égouttage est un phénomène dynamique qui se caractérise par la quantité de lactosérum éliminé durant le temps. En effet, il fixe les caractéristiques physiques (pH et  $a_w$ ) et chimiques du caillé et par conséquent l'affinage du fromage.

Le processus d'égouttage est lié à des facteurs directs correspondant à des traitements de types mécaniques et thermiques, des facteurs indirects (acidification et coagulation enzymatique) et des facteurs liés à la matière première (richesse en caséine laitière, en protéines solubles et en matière grasse) (Zidoune, 2017).

#### I.4.5. Salage

Le salage est une phase indispensable de la fabrication des produits affinés. Les modalités du salage sont par saumurage (Emmental, Camembert), salage à sec et salage en masse. Il permet la préservation du lait, prolonge la phase de coagulation et d'égouttage du fromage (Zidoune, 2017).

Le sel, tandis qu'il contribue à la synérèse (2Kg  $H_2O$  sont perdus par Kg de NaCl adopté), il ne doit pas être utilisé comme moyen de contrôle de taux d'humidité du fromage (Fox, 2017). Il exerce, selon sa concentration, une action microbienne sélective et un effet inhibiteur sur l'activité des enzymes (Zidoune, 2017).

#### I.4.6. Moulage

Après le salage, le caillé pour la plupart des variétés est transféré dans des moules ou un drainage supplémentaire et l'acidification se produit. Les caillés ayant subi une extension synérèse active dans la cuve (c'est-à-dire faible teneur en humidité) sont pressés dans des moules, parfois selon une augmentation programmée dans le but de fusionner le caillé et rendre le fromage exempt des ouvertures et réduire davantage la teneur en humidités (Fox, 2017).

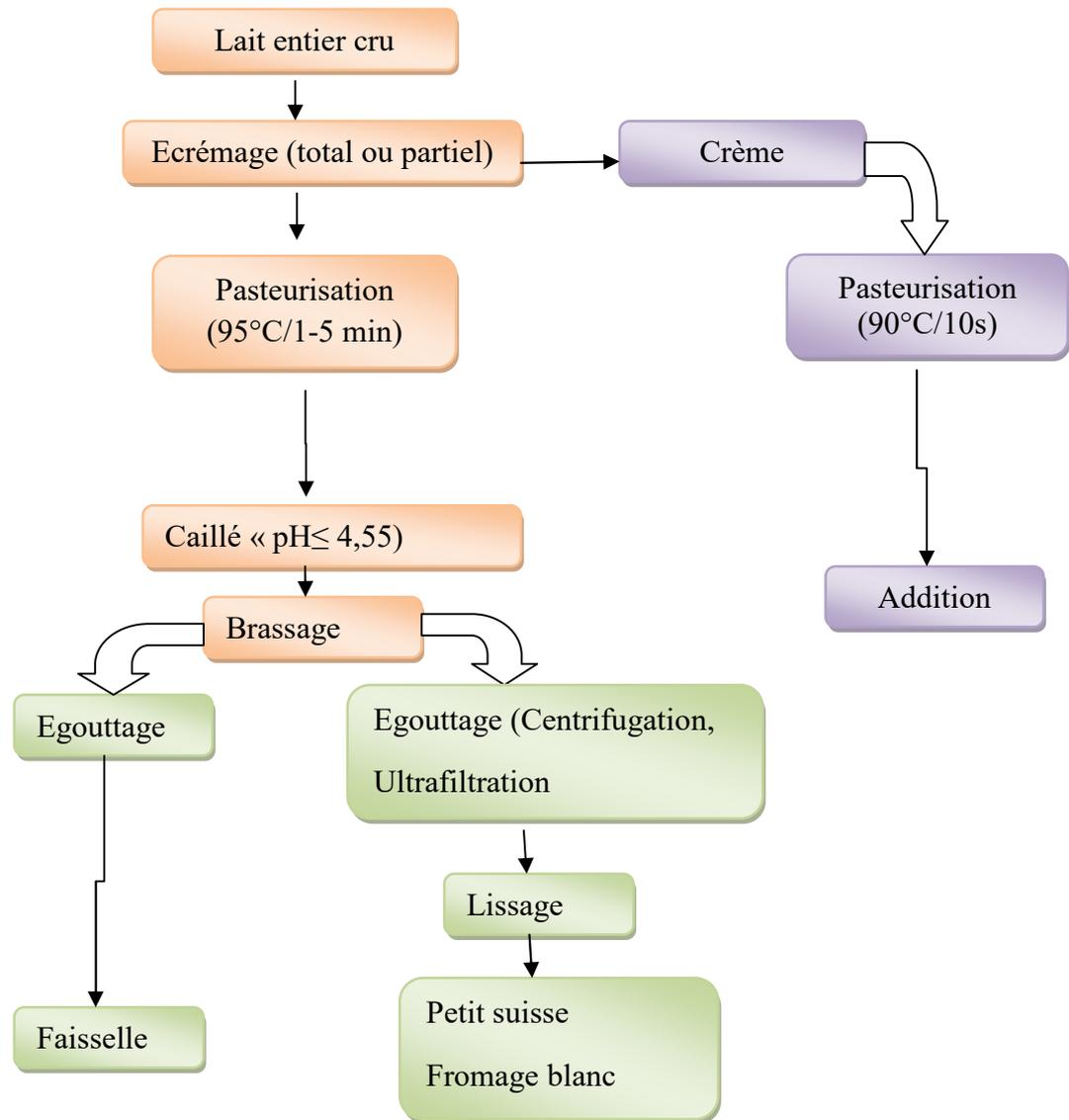
#### I.4.6. Affinage ou maturation

L'affinage est l'étape la plus complexe de la fabrication des fromages maturés qui dépend de chaque caractéristique physico-chimique ou microbiologique du fromage. C'est un processus biochimique complexe et long qui correspond à une phase de digestion enzymatique des constituants du caillé par les différents agents (Zidoune, 2017).

Le fromage devient donc le siège de différentes dégradations qui s'effectuent simultanément ou successivement aboutissant à la libération de substances sapides et odorantes en même temps que la modification de la texture. La durée d'affinage varie selon le fromage, elle dure quelques semaines à deux ans ou plus à des températures spécifiques pour les différents types de fromages (Zidoune, 2017).

#### I.4.7. Conditionnement et conservation

Pour conserver un fromage, il faut que l'endroit soit humide avec des températures entre 10°C et 15 °C, s'il s'agit d'une petite période dans le cas contraire, il vaut mieux d'utiliser un réfrigérateur (terroir ou légume), ou les emballer pour éviter la propagation des odeurs (Anonyme I, 2021).



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

## I.5. Fromage frais

### I.5.1. Définition

Un fromage frais est un produit fermenté ou non, obtenu par la coagulation du lait, de la crème ou de leur mélange, suivi d'un égouttage et contenant au minimum 23 g de matière sèche pour 100g de fromage (Grospeyron, 1988 ; Larpent, 1997). Il n'est pas affiné et doit être consommé peu de temps après sa fabrication. Les fromages à pâte fraîche peuvent contenir jusqu'à 70% d'humidité (Fontenau, 1997).

### I.5.2. Composition et valeur énergétique

Tous les fromages sont recommandés aux adolescents comme aux personnes âgées car ce sont des aliments très riches et précieux ; qui contiennent tous les éléments du lait sous une forme en quelque sorte concentrée (**Fontenaus, 1997**).

En dehors de l'eau qui constitue un élément important des fromages, il renferme aussi d'autres éléments (**Tableau I**)

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

Composition	Valeur pour 100g de fromage frais
Eau	79g
Energie	118kcal
Glucides	4g
Lipides	7,5g
Protéines	8,5g
Calcium	100mg
Phosphore	140 mg
Magnésium	10mg
Potassium	130mg
Sodium	40mg
Zinc	0,5mg
Thiamine	0,03mg
Riboflavine	0,15mg
Niacine	0,15mg

Une comparaison de la composition du fromage frais avec celles de d'autres types de fromages est donnée dans le **tableau II**.

**Tableau II** : Composition moyenne de fromages frais, dure, semi- dures et extra-dure (g/kg<sup>1</sup>) (Waltheret al., 2008).

	Eau	Protéines	Matière grasse	Lactose	Vitamine +minéraux
<b>Fromage frais</b>	700	110	80	30	80
<b>Fromage à pâte molle</b>	520	200	220	0	60
<b>Fromage à pâte demi dure</b>	400	250	270	0	80
<b>Fromage dure</b>	350	270	310	0	70
<b>Fromage extra dure</b>	300	290	330	0	80

## I.6. Effet du fromage sur la santé

Le fromage est une source de calcium et d'autres composantes tels que les protéines, les peptides bioactifs, le CLA (acide linoléique conjugué) et les sphingolipides, qui jouent un rôle très important dans la santé humaine, le calcium par exemple présent dans les fromages avec des quantités énormes a un effet positif sur différents troubles comme l'hypertension, l'ostéoporose, l'obésité et les caries dentaires. En outre, le calcium en présence de d'autres constituants comme les peptides bioactifs, diminue l'hypertension (Walther, 2008).

D'après World Cancer Research Fund et the American Institute for Cancer Research qui ont récemment examiné la littérature sur l'alimentation et le cancer ; une littérature a proposé que le cancer de la prostate peut être causé par un régime riche en calcium mais jusqu' aujourd'hui les preuves sont limitées. D'autre part, des recherches ont montré que les lipides (CLA ; sphingolipides) est une matière qui peut prévenir le cancer (Walther., 2008).

## I.7.Enrichissement

Dans le but de prévenir ou de corriger une carence en un ou plusieurs nutriments, il est nécessaire d'ajouter un aliment ou plusieurs nutriments essentiels, qui manquent ou qui se trouvent dans l'aliment en faible quantité (FAO/WHO, 1994).

L'enrichissement du produit peut se faire avec deux méthodes, soit avec de micro-ingrédients (composés de haute valeur isolés et purifiés) pour améliorer la valeur

nutritionnelle de l'aliment, ou par l'ajout de macro-ingrédients (ingrédients complexes composés d'un mélange de composants) (Torri et al., 2016). Voici quelques exemples de fromages enrichis avec les produits naturels (Tableau III).

**Tableau III** : Quelques exemples de fromages avec type d'enrichissement.

Type de fromage	Produits naturels rajoutés
Fromage à pâte molle	Thym, cuminn curcuma (Algarni, 2016)
Fromage à pâte molle	Poudre de peau de raisin (Torri et al., 2016).

# **Chapitre II**

## **Généralités sur les plantes étudiées**

### II.1. Echalotes

#### II.1.1. Historique et répartition géographique

Du nom latin *Allium cepa* var. *Aggregatum* et *Allium oschaninii* (Anonyme II., 2021) sont dérivés du nom d'un port antique de la Palestine, soit Ascalon, nous fait considérer que son origine est du proche-Orient. Plusieurs historiens et botanistes croient que l'échalote aurait été introduite en Europe aux XII<sup>ème</sup> et XIII<sup>ème</sup> siècles par les croisés revenant de proche-Orient. Quoiqu'il soit cette plante est particulièrement prisée en France, pays réputé pour sa qualité (Fortin, 1996).

L'échalote est largement cultivée dans d'autres pays en Europe, notamment aux Pays-Bas, en Angleterre et en Scandinavie, et en Amérique du Sud comme l'Argentine, en Afrique de l'Ouest et en Asie comme la Chine et la Thaïlande (Wang et al., 2020).

#### II.1.2. Définition

L'échalote (*Allium Cepavaraggregatum*), l'oignon à petit bulbe (Wang et al., 2020), est dénommée en français : Ail stérile, chalote, ail d'Ascalon ou en Anglais : Shallot (parfois décrit comme l'oignon d'hiver (Couplan, 1998).

C'est une plante vivace cultivée en annuelle. Par rapport à l'oignon sa saveur est plus parfumée et plus subtile par contre celle de l'ail elle est moins âcre, contrairement à ceux-ci elle parfume peu l'haleine. De la taille d'un bulbe d'ail, elle comporte deux ou trois gosses. Il en existe plusieurs variétés, les plus communes sont données dans le tableau IV (Fortin, 1996).

**Tableau IV :** Variétés les plus communes de l'échalote (Fortin, 1996).

Variétés des échalotes	Définition
L'échalote grise ou ordinaire	Petite, forme allongée, à la peau grise et la tête violacée, à chair ferme et piquant.
L'échalote de Jersey	Au bulbe court et renflé, à pelure rosacée et à la chair veinée et moins piquante.
L'échalote cuisse de poulet	Au bulbe allongé, dont la couleur cuivrée de la peau rappelle celle de l'oignon.

#### II.1.3. Description

L'*Allium cepa* est une plante herbacée vivace qui atteint 0,2 à 1m de hauteur. Le bulbe isolé d'échalote est constitué d'un plateau sur lequel sont insérés des bourgeons, des bases foliaires et écailles charnues, le tout protégé par des tuniques sèches. La forme du bulbe varie selon le type d'échalote (**Tableau IV**).

Le bourgeon est entouré de plusieurs feuilles réduites à leur gaine, insérées en spirale sur le plateau ; la moitié d'entre elles deviendront vertes et fistuleuses et leur disposition simulera une tige ; les 3 à 4 feuilles centrales ont des bases épaisses par l'accumulation des réserves. Les feuilles de l'échalote sont dressées, entières, cylindriques tubuleuses gorgées d'eau glabres, plus minces à leur base ainsi qu'à leur extrémité pour celle qui ne porte pas d'inflorescences. Celle-ci est une ombelle sphérique entourée d'une spathe à 3 valves faiblement acuminées, repoussé en arrière à la floraison (**Fenwick et al., 1985 ; Mochizuki et al., 1996**).

### II.1.4. Valeur nutritive

Les échalotes contiennent des sucres notamment le fructose dont la teneur varie de 30 à 65% et saccharose (4%) (**Rubat du Merac., 1949**).

En outre, avec la diversité de l'échalote et comme toutes les plantes, elle a sa valeur nutritionnelle qui va être présentée dans le tableau ci-dessous par 15mL (10g) (**Fortin., 1996**).

**Tableau V :** Valeur nutritive de l'échalote (**Fortin, 1996**).

	Crue
<b>Eau</b>	80%
<b>Protéines</b>	0,3g
<b>Glucides</b>	1,7g
<b>Calories</b>	7 Kcal

### II.1.5. Composition et activités biologiques des échalotes

Les échalotes renferment des constituants bioactifs qui sont représentés essentiellement par les dérivés soufrés qui après rupture des tissus, ils sont dégradés par l'alliinase, qui hydrolyse l'alliine en composés soufrés nommés acides alkalénysulfonates responsables de l'odeur alliacé caractéristique de l'échalote (Block et al., 1992). D'autres composés se forment après chauffage et sont responsables de flaveur tels que le trisulfure de méthyle, le dipropyl et diméthyle, le disulfure de dipropyl et le diméthyltiopéne (Michahelles, 1974).

Les flavonoïdes sont des composés antioxydants et antifongiques qui ont des fonctions dans la réduction des risques de cancer, de maladies cardiaques et diabète et les études ont montré que les échalotes possèdent des niveaux très élevés en ces composés. Les populations des régions tropicales ont remplacé les oignons par les échalotes à cause d'une courte période de croissance et une résistance aux maladies locales. Leurs feuilles et bulbes ont un goût piquant et une saveur unique, pour cela elles sont consommées comme additifs à des fins culinaires (Wang et al., 2020).

Plusieurs chercheurs ont démontré que le genre *Allium* a un pouvoir antibactérien, antifongique, antiviral, anti protozoaire et des propriétés antihelminthiques. Les alliums peuvent aussi traiter le diabète, l'arthrite, le rhume et la grippe, le stress, la fièvre, la toux, les maux de tête, les hémorroïdes, l'asthme, l'artériosclérose, le cancer et troubles mentaux et inflammatoires (Azadi, 2008). Pandurangan et al. (2016) ont testé l'activité cytotoxique sur la lignée cellulaire HepG2 (cancer du foie) par dosage MTT des extraits éthanoliques d'échalotes fraîches et sèches. Ils ont trouvé que les extraits d'échalotes sèches et fraîches ont des propriétés anticancéreuses potentiel avec une  $IC_{50}$  de 50  $\mu\text{g/mL}$  ; ce qui signifie qu'une consommation accrue d'échalote en tant que plante essentielle constitue un moyen de prévenir ou même de traiter le cancer.

Il a été démontré également que les extraits du genre *Allium* diminuent l'absorption d'oxygène, réduisent la croissance des microorganismes, inhibent la synthèse des lipides, des protéines et des acides nucléiques et endommagent les membranes des micro-organismes envahisseurs (Azadi, 2008).

### II.1.6. Conservation

Avec une durée de conservation qui pourra être considérée longue par rapport à beaucoup de légumes, nous pouvons conserver l'échalote dans un endroit, frais, sec et bien ventilé pour une durée d'un mois, ou une durée qui va être divisée sur 2 ce qui signifie 15

jours seulement si les conditions sont appropriées comme les endroits réfrigérés (Fortin, 1996).

## II.2. Pomme de terre

### II.2.1. Historique et répartition géographique

La pomme de terre (*Solanum tuberosum* L.) est l'un des aliments de base de l'alimentation humaine qui est cultivée dans plus de 100 pays à travers le monde (Bradshaw et Ramsay, 2009).

La production de la pomme de terre s'est développée dans le monde entier au cours du 19<sup>ème</sup> siècle. La Chine et l'Inde au cours de la seconde moitié du 20<sup>ème</sup> siècle sont devenues les premiers producteurs les plus importants au monde (Bradshaw et Ramsay, 2009).

### II.2.2. Définition

La pomme de terre est un aliment polyvalent, riche en hydrates de carbone et très populaire dans le monde entier, où elle est préparée et servie de multiples façons (FAO, 2008).

### II.2.3. Description botanique et taxonomique

La pomme de terre est un tubercule comestible produit par l'espèce *Solanum tuberosum*, appartenant à la famille des solanacées (Hawkes, 1990). La pomme de terre (*Solanum tuberosum* L.) appartient à la famille de Solanacées qui contient des genres aussi variés que *Nicotiana* L., *Lycopersicon* Mill., *Petunia* Juss., *Datura* L., *Mondragora* L., *Capsicum* L. et *Physalis* L. (Rousselle et al., 1996).

### II.2.4. Valeur nutritionnelle de la pomme de terre

La pomme de terre contient environ 80% d'eau et 20% de matière sèche, dont 60 à 80% environ d'amidon. La teneur en protéines de la pomme de terre (en poids sec) est semblable à celle des céréales et très élevée par rapport aux autres racines et tubercules. En outre, la pomme de terre est pauvre en lipide et riche en micronutriments, en particulier en vitamine C (FAO, 2008 ; Li, 2012), comme illustré dans le tableau ci-dessous.

La pomme de terre contient aussi une gamme d'autres composants bioactifs, dont beaucoup ont une valeur nutritionnelle pour l'Homme (Bradshaw et Ramsay, 2009).

**Tableau VI:** Composition nutritionnelle pour 100 g de pomme de terre cuite avec leur peau et épluchée avant consommation (FAO, 2008).

Composés	Valeur
Eau	77 g
Energie	87 Kcal
Riboflavine	0,02 mg
Thiamine	0,106 mg
Niacine	1,44 mg
Fer	0,31 mg
Phosphore	44 mg
Potassium	379 mg
Calcium	5 mg
Hydrate de carbone	20,13 g
Fibre	1,8 g
Protéines	1,87 g
Vitamine C	13 mg

Les épluchures de la pomme de terre sont des sous-produits des déchets de l'industrie de transformation de la pomme de terre, ils sont une bonne source de vitamine C, vitamine B, cuivre, potassium, manganèse et fibres alimentaires (**Bradshaw et Ramsay, 2009**).

### II.2.5. Conservation de la pomme de terre

Si les pommes de terre sont conservées au frais et à l'abri de la lumière après être récoltées à maturité, elles peuvent être stockées et livrées tout au long de l'année. Toutefois, elles sont sensibles à la lumière, elles craignent les fortes chaleurs et les froids vifs (**Gravoeuille, 1996**).

### II.2.6. Utilisation de la pomme de terre

L'augmentation de la population humaine au cours des dernières décennies a fortement influencé la demande de produits alimentaires parmi eux la pomme de terre, qui est utilisée à plusieurs fins, dont la consommation humaine, la transformation industrielle (fécule de pomme de terre, alcool...etc.), et la remise en culture (**Bradshaw et Ramsay, 2009**).

Plusieurs tentatives ont été faites sur la pomme de terre et ses sous-produits pour les utiliser à des fins différentes ; la pulpe de la pomme de terre est employée comme aliment

pour le bétail et pour la production de différentes biomolécules, et ses pelures sont exploitées comme source de vitamines et de fibres alimentaires (Bradshaw et Ramsay, 2009).

La pomme de terre a d'autres applications qui sont :

- Application biomédicale : utilisation de matériaux à base d'amidon qui permet la synthèse de systèmes particuliers, et développement des microparticules.
- Application pharmaceutique : les amidons natifs sont utilisés comme des intégrants et liant humides.
- Application fermentaire : les déchets de pomme de terre tels que les résidus industriels de la pomme de terre et les pommes de terre avariées peuvent être utilisés pour la production d'acétone/éthanol.
- Aliments fonctionnels (Bradshaw et Ramsay, 2009).

### II.2.7. Utilisations des épiluchures de pomme de terre dans les industries agroalimentaires

Les pelures de pomme de terre ont été utilisées avec succès dans les industries agro-alimentaires, citons quelques exemples :

- L'utilisation de fibres des épiluchures de pomme de terre brutes dans la fabrication du pain (Orr et al., 1982).
- La production de muffins et de cookies à base de pelures de pommes de terre (Arora et Camire, 1994).
- Ils sont utilisés comme milieu agro-industriel à faible coût dans la production d'enzymes tels que alpha-amylase, protéases alcalines et de plusieurs enzymes hydrolytiques extracellulaires (Mukherjee et al., 2008).
- Ils sont utilisés en tant que source sûre d'antioxydants naturels dans les aliments (Rodriguez et al., 1998).

# **Chapitre III**

## **Matériel et méthodes**

Le présent travail se penche d'abord sur la détermination de la teneur en composés phénoliques et de l'activité antioxydante des extraits des feuilles d'échalote et des épluchures de la pomme de terre non cuits, ensuite sur la formulation d'un fromage frais enrichi avec eux (poudre et morceaux pour les deux échantillons), ainsi que l'études des caractéristiques physico-chimiques, microbiologiques et sensorielles des fromages élaborés.

### **III.1. Matériel**

#### **III.1. 1. Description du matériel végétal**

Les plantes utilisées sont les feuilles d'échalotes fraîches ou feuilles fines tubulaires, de couleur verte, de 20 à 30 cm de haut et les épluchures de la pomme de terre coupée en petits morceaux, de couleur marron.

#### **III.1. 2. Récolte et préparation des échantillons**

Les plantes utilisées ont été achetées pendant le mois Avril et Mai 2021 au marché Edimco de Bejaia ville. Ensuite, les échantillons achetés ont été nettoyés avec de l'eau de robinet puis par de l'eau distillée pour les débarrasser de la poussière. Ensuite, ils ont été coupés en petits morceaux et égouttés et mis dans un espace aéré à l'ombre pendant 7 à 8 jours pour séchage.

Après avoir séché les échantillons, une quantité des deux échantillons a été broyée séparément à l'aide d'un broyeur électrique puis tamisée afin qu'elle soit uniforme ( $\leq 500 \mu\text{m}$ ). Et une autre quantité est laissée telle qu'elle est en morceaux. Les poudres et les morceaux ont été conservés dans des bocaux bien fermés à l'abri de la lumière et de l'humidité dans une température ambiante.

### **III.2. Méthodes**

#### **III.2.1. Test d'humidité**

Avant d'effectuer le séchage et afin de le poursuivre un test d'humidité est réalisé qui sert également à déterminer la teneur en eau des échantillons dont le principe est le suivant :

### ✓ Principe

La détermination de la teneur en eau est selon la méthode **44-19.01 de L'AACC (2000b, 2012)**. Une dessiccation de l'échantillon à analyser dans une étuve à une température de  $105 \pm 2$  °C jusqu'à l'obtention d'une masse pratiquement constante. Pour éviter toute reprise d'humidité, il convient d'utiliser un dessiccateur (**Saadoudi, 2019**).

Les résultats sont exprimés en pourcentage selon la formule suivante :

$$\text{Taux d'humidité (\%)} = \left( \frac{P1-P2}{P1-P0} \right) \times 100$$

Où :

P0 : poids de la boîte de Pétri vide (g).

P1 : poids de la boîte de Pétri contenant l'échantillon avant séchage (g).

P2 : poids de la boîte de Pétri contenant l'échantillon après séchage (g).

### ✓ Mode opératoire

Peser 10g de chaque échantillon et les mettre dans des boîtes de Pétri et Laisser sécher dans une étuve à 105 °C jusqu'à la stabilité du poids, ensuite calculer le taux d'humidité (**AACC : 2000b, 2012**).

## III.2.2. Extraction des composés phénoliques

La technique d'extraction aux ultrasons est adoptée pour l'extraction des composés phénoliques des échantillons étudiés.

### ✓ Principe d'extraction par ultrason

Les ondes sonores génèrent des vibrations mécaniques dans un solide, un liquide ou un gaz. À la différence des ondes électromagnétiques, les ondes sonores peuvent se propager dans une matière et impliquer des cycles d'expansion et de compression lors de la propagation dans le milieu. L'expansion peut créer des bulles qui se forment, se développent et s'effondrent dans un liquide. Près d'une surface solide, l'effondrement de cavité est asymétrique et produit un jet de liquide à grande vitesse, phénomène appelé la « *cavitation acoustique* » (**Ben Amor, 2008**).

### III.2.1. Optimisation de l'extraction des composés phénoliques

#### III.2.1.1. Etude préliminaire

Bute de cette étape est la détermination des meilleures conditions d'extraction, par fixage d'un seul paramètre (concentration d'éthanol, durée d'incubation et la température de bain ultrason) et variant les autres.

##### ► Effet de la concentration en éthanol

L'extraction est réalisée en suivant le protocole suivant :

Mettre 5 g de la poudre des échantillons dans un récipient puis Ajouter 100 ml d'éthanol à différentes concentrations (20, 40, 60, 80 et 100% (v/v)). Ensuite Mettre les tubes dans le bain ultrason (30 °C) pendant 10 min et en fin Récupérer le surnageant.

##### ► Effet de temps d'extraction

L'extraction est réalisée en suivant le protocole suivant :

Mettre 5 g de la poudre des échantillons dans un récipient puis Ajouter 100 ml d'éthanol à la meilleure concentration, et les mettre les tubes dans le bain ultrason (30 °C) pendant 10, 20, 30, 40, 50 et 60 min et récupérer le surnageant.

##### ► Effet de la température d'extraction

L'extraction est réalisée en suivant le protocole suivant :

Mettre 5 g de la poudre des échantillons dans un récipient, Ajouter 100 ml d'éthanol à de meilleures concentrations et Mettre les tubes dans le bain ultrason à 30, 40, 50, 60, 70 et 80 °C pendant les meilleurs temps (10min) et récupérer le surnageant.

### II.2.1.2. Plan de surface de réponse

L'optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques totaux des feuilles d'échalotes et d'épluchures de la pomme de terre a été déterminée en utilisant la méthodologie de surface de réponse (MSR). Le plan composite centré (CCD) emploie la méthode de la régression des moindres carrés pour ajuster les données à un modèle quadratique pour chaque réponse :

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^K \beta_i X_i + \sum_{i=1}^K \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1; i < j}^K \sum_{j=2}^K \beta_{ij} X_i X_j$$

Avec ;

**Y** : est la réponse prédite,  **$\beta_0$**  : une constante,  **$\beta_i$**  : le coefficient linéaire,  **$\beta_{ii}$**  : le coefficient quadratique,  **$\beta_{ij}$**  : l'interaction des coefficients des variables (i et j),  **$X_i$**  et  **$X_j$**  variables indépendantes influençant les réponses Y.

L'effet des trois variables indépendantes : la concentration du solvant, la durée de et la température d'extraction sur la teneur en polyphénols totaux des extraits a été le but de l'étude (**Tableau VII**).

**Tableau VII** : Niveau des variables choisis pour les essais.

Variables indépendantes	Feuilles d'échalotes			Epluchures pomme de terre		
	Niveaux codés			Niveaux codés		
	-1	0	+1	-1	0	+1
Concentration en éthanol % (v/v)	40	60	80	10	40	70
Temps (minutes)	30	60	90	10	30	50
Température (°C)	10	30	50	40	60	80

### III.2.2. Dosage des composés phénoliques

#### III.2.2.1. Dosage des polyphénols totaux

##### ✓ Principe

La capacité réductrice des complexes ioniques polymériques formés à partir des acides phosphomolybdique ( $H_3PM_{12}O_{40}$ ) et phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) (réactif de Folin-Ciocalteu) par les composés phénoliques est l'hypothèse de dosage des polyphénols totaux. L'oxydation des composés phénoliques s'apparait par la formation d'un complexe bleu par effet de carbonate de sodium ( $Na_2CO_3$ ) pour effectuer leur dosage. Une comparaison est effectuée entre l'absorbance observée à celle obtenue par un étalon d'acide gallique de concentration connue (Dif et al., 2015).

D'après Boizot et Charpentier (2006), l'absorption maximum est comprise entre 725 et 750 nm est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux.

##### ✓ Mode opératoire

Pour le blanc : prendre 100  $\mu$ L éthanol + 6000  $\mu$ L d'eau distillée + 300  $\mu$ L de Folin-Ciocalteu+ 1500  $\mu$ L carbonate de sodium (20%).

Pour les extraits : prendre 20  $\mu$ L d'extrait + 6000  $\mu$ L eau distillée +300  $\mu$ L Folin-Ciocalteu + 1500  $\mu$ L carbonate de sodium (20%), ensuite les incuber pendant 1h à l'obscurité. Et puis mesurer l'absorbance à l'aide d'un spectrophotomètre à 760 nm (Brahmi et al., 2015).

A la fin du dosage nous allons avoir de différentes absorbances qui vont servir pour le calcul des concentrations, en utilisant l'équation de courbes d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique (Annexe I.2).

#### III.2.2.2. Dosage des flavonoïdes

##### ✓ Principe

Une formation d'un complexe coloré dû à la présence du chlorure d'aluminium en raison que les flavonoïdes possèdent un groupement (OH) libre en position 5 et groupement CO. Des complexes jaunâtres sont formés par les flavonoïdes sous l'action de chélation des

métaux (fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons (Benderradji, 2018).

#### ✓ Mode opératoire

Préparer d'abord le blanc par : 0,5 ml de l'éthanol+ 0,5 ml de la solution d' $\text{AlCl}_3$  à 2%. Ensuite Dans un tube à essai mettre 0,5 ml d'extrait dilué + 0,5 ml d' $\text{AlCl}_3$  à 2% et puis les incuber pendant 15 min à l'obscurité et enfin mesurer l'absorbance à l'aide d'un spectrophotomètre à 430 nm (Brahmi et al., 2015).

A la fin du dosage nous allons avoir de différentes absorbances qui vont servir pour le calcul des concentrations, en utilisant l'équation de courbes d'étalonnage réalisée avec la quercétine (Annexe I.3.A).

### III.3. Evaluation de l'activité antioxydante

#### III.3.1. Pouvoir anti-radicalaire au DPPH

##### ✓ Principe

Le DPPH (2,2 diphényl-1-picrylhydrazyl) est souvent le réactif le plus utilisé pour l'évaluation rapide et directe de l'activité antioxydante du à sa stabilité en forme radical libre et la simplicité du protocole (Molyneux, 2004).

Le radical libre stable qui est le  $\text{DPPH}^\bullet$  est de couleur violacée et qui absorbe à 517 nm, le radical  $\text{DPPH}^\bullet$  est réduit et change de couleur en virant au jaune, ceci par la présence de composés anti-radicalaires (Chaabi, 2008) (Figure n°15).

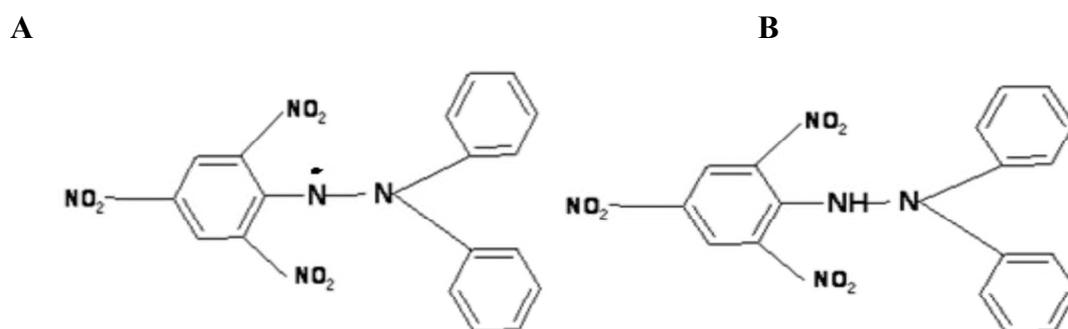


Figure n° 2 : forme libre et radicalaire de DPPH (A : forme libre

,B : forme radicalaire (Chaabi, 2008)

Préparation de la solution de DPPH à 0,1 mg/ml, puis prendre 1 ml d'extraits dilués + 150 µL du DPPH + 1 ml de l'éthanol, les incuber pendant 1h à l'obscurité et lire les l'absorbance à l'aide d'un spectrophotomètre à 517 nm (**Brahmi et al., 2015**).

$$\text{Activité anti-radicalaire (\%)} = [(Ac - Ae) / Ac] \times 100$$

Ac : absorbance du contrôle (solution du DPPH sans extrait).

Ae : absorbance en présence d'extrait.

### III.3.2. Capacité de chélation de fer

#### ✓ Principe

Le pouvoir chélateur du fer est une méthode utilisée pour évaluer le pouvoir chélateur d'un extrait donné. En effet, la ferrozine forme avec le fer libre présent dans un milieu réactionnel un complexe ferrozine-Fe<sup>2+</sup> de couleur violette intense. La quantification de ce complexe par spectrophotométrie à 562 nm dans un milieu de concentration connue en fer, renseigne sur la quantité de fer non chélaté et donc sur la capacité des extraits à chélater cet élément. Plus la coloration de la solution contenant l'extrait testé est claire, plus le pouvoir chélateur est important (**Zhao et al., 2010**).

#### ✓ Mode opératoire

Dans des tubes : ajouter différents volumes d'extraits (500µL) à 1500µL d'eau distillée, et 100 µL de FeCl<sub>2</sub> à 2 mM, Après 5 min, ajouter 200 µL de la ferrozine à 5mM, et enfin Après 10 min d'incubation, la lecture est effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre à 562 nm (**Brahmi et al., 2014**).

### III.3.3 Test de phosphomolybdate d'ammonium

#### ✓ Principe

La méthode utilisant le phosphomolybdate d'ammonium est un test antioxydant important basé sur la réduction de Mo<sup>+6</sup> en Mo<sup>+5</sup> par un composé antioxydant. Ceci conduit à la formation d'un complexe de phosphate/Mo<sup>+5</sup>, de couleur verte, avec une absorption maximale à 695nm (**Nagavani et al., 2010**).

**✓ Mode opératoire**

Mettre dans des tubes à essai 100  $\mu$ L à différentes concentrations, Ajouter 1 ml de réactif de phosphomolybdate d'ammonium composé de  $H_2SO_4$  (0,6 M), de  $Na_2PO_4$  (28 mM) et du phosphomolybdate d'ammonium (4 mM) et incubation à 90°C pendant 1h et 30 min au bain Marie. Pour le blanc prendre 100  $\mu$ L solvant+1 ml de réactif molybdate. Enfin Lecture au spectrophotomètre à 695 nm (**Brahmi et al., 2014**).

**III. 4. Préparation du fromage frais****III.4.1. Cuisson des échantillons**

Dans une casserole bien propre, de l'eau et de l'échantillon ont été ajoutés (chaque échantillon dans une casserole : poudre des feuilles des échalotes et épluchures de la pomme de terre ; et morceaux des feuilles des échalotes et épluchures de la pomme de terre). Laisser jusqu'à ébullition puis les faire filtrer. La préparation obtenue est ensuite conditionnée dans des flacons en verre bien stérile au réfrigérateur.

**III.4.2. Elaboration des fromages enrichis**

Les fromages ont été préparés avec poudre des feuilles des échalotes et épluchures de la pomme de terre ; et morceaux des feuilles des échalotes et épluchures de la pomme de terre en suivant le protocole suivant :

En utilisant comme matière première le lait de vache, le chauffez le à plaque chauffante (85°C), Ajout d'acide citrique (10 g) diluée dans de l'eau distillée (110 ml) pour le faire coaguler, laisser reposer pendant 30 min, et le faire égoutter ensuite l'enrichir par les poudres et morceaux (échalotes, épluchures de pomme de terre). A la fin emballer et stocker les fromages frais élaboré à basse température.

### III.5. Analyses physicochimiques

#### III.5.1 Détermination de pH

✓ **Principe**

Le pH dépend de la concentration d'un milieu en proton ; c'est le logarithme de la concentration molaire de l'ion hydronium ( $H_3O^+$ ) (**Jaques, 1998**). Le but de mesure du pH est de déterminer l'état de fraîcheur et de stabilité du fromage (**Carol et Vingola, 2002**).

✓ **Mode opératoire**

Etalonné d'abord le pH mètre à l'aide de 2 solutions tampons (pH=7 ; pH=4), ensuite l'introduire directement dans les échantillons et lire la valeur du pH affiché sur l'écran de l'appareil (pH mètre) (**AFNOR, 1980**).

#### III.5.2 Détermination de l'extrait sec

✓ **Principe**

C'est la matière sèche restant après une dessiccation, cette dessiccation est réalisée dans une étuve à une température de  $100 \pm 5$  °C (**Lamoureux et al., 2002**).

✓ **Mode opératoire**

Déposer 1g d'échantillon sur une coupelle en aluminium mise sur le dessiccateur après avoir taré et réglé la température à 102 °C, Etaler l'échantillon avec une spatule et activer la dessiccation et laisser les jusqu'à ce que l'appareil affiche le résultat final en pourcentage (durée de dessiccation tout dépend du produit) (**AFNOR, 1999**).

#### III.5.3 Détermination de la matière grasse

✓ **Principe**

La méthode utilisée pour la détermination de la teneur en matière grasse est celle de VAN GULIK, c'est une technique conventionnelle basée sur la dissolution des protéines par addition d'acide sulfurique et séparation de la matière grasse par centrifugation en présence d'alcool iso amylique (**AFNOR, 1999**).

✓ **Mode opératoire**

Déposer 3g de l'échantillon dans un butyromètre à fromage, ajouté de l'acide sulfurique, Jusqu'à ce que l'échantillon soit émergé. Placer le butyromètre à un bain Marie à 65 °C pendant 5 min et Additionner 1 ml d'alcool iso amylique et remplir d'acide sulfurique

(51,52g/L) jusqu'à mi- échelle du butyromètre. Ensuite homogénéiser et centrifuger pendant 10 min (1100 à 1600 tour/min). Enfin lire le taux de la matière grasse sur le butyromètre (AFNOR, 1999).

Matière grasse exprimée en pourcentage en masse :

$$\text{TMG (\%)} = A - B$$

**TMG:** Teneur en matière grasse (%)

**A :** La lecture faite à l'extrémité supérieure de la colonne de la matière grasse.

**B :** La lecture faite à l'extrémité inférieure de la colonne de la matière grasse.

### III.6 Analyses microbiologiques

Le lait est un milieu riche pour le développement d'une grande variété de microorganisme, qui influence sa qualité ; la capacité de leur croissance dépend des paramètres technologiques (refroidissement et température de maintien ainsi que le temps de stockage). La réfrigération, une opération appliquée à conserver le lait cru et les produits laitiers qui en résultent la détérioration (Franciosi et al., 2011).

Pour ces raisons et pour la sécurité alimentaire, une analyse microbiologique est indispensable pour chaque produit laitier.

Le tableau ci-dessous montre les différentes analyses microbiologiques effectuées sur le produit fini (fromage frais enrichi).

**Tableau VIII :** Différentes analyses microbiologiques effectuées.

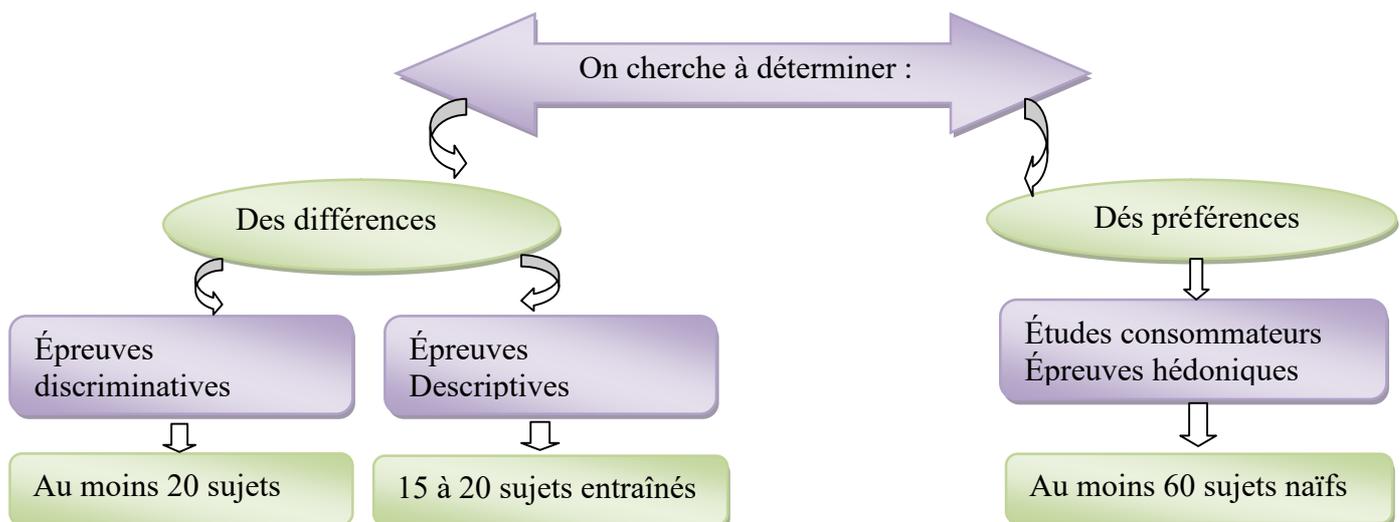
Germes recherchés	Milieus utilisés	Températures d'incubation (°C)	Durée d'incubation
<i>Staphylococcus</i>	Bird parker	44°C	48 h
Entérobactéries	VRBG	37°C	24 h
Levures et moisissures	Chlorofinol	25°C	5 jours

### III.7. Analyses sensorielles

D'après Lefebvre (2003) le goût, l'odorat, la vue, le toucher et l'ouïe ou les organes de sensation humain ont réussi à remplacer les appareils pour l'évaluation de la qualité d'un produit ; une mission qui semble impossible sauf qu'avec l'application des méthodes, protocoles et des tests très rigoureux qui permettent de répondre à la fiabilité. La réalisation de ces tests est toujours au laboratoire pour assurer un contrôle des conditions, de minimiser le coût et surtout de maximiser l'efficacité. Il y a deux approches complémentaires : la mesure du plaisir qu'il procure le consommateur où mesurer les caractéristiques sensorielles, elles sont complémentaires mais doivent être soigneusement distinguées car les groupes de sujets interrogés différents. On distingue ainsi les essais analytiques (réponses objectives) et des essais hédoniques (Figure n°3).

Trois points principaux sont répertoriés sur lesquels l'analyse sensorielle doit progresser, qui sont :

- Corrélation des mesures instrumentales et des mesures sensorielles.
- Relation de la technique du profil sensoriel à d'autres données de consommateurs.
- La technique du profil sensoriel présente des lacunes au niveau de la définition des termes, notamment dans la compréhension et leur interprétation.
- 



**Figure n° 3** : Vue d'ensemble des différentes épreuves de la métrologie sensorielle en fonction de l'objectif (Lefebvre, 2003).

L'évaluation sensorielle des cinq fromages frais a été réalisée au niveau du laboratoire d'analyse sensorielle de l'université de Bejaia entre le 08 juin au 13 juin 2021, par un jury expert composé de 10 sujets.

Cinq échantillons de fromage codés de 1 à 5 entre fromage blanc et fromages enrichis, et un questionnaire ont été attribués aux sujets afin de se manifester sur certaines caractéristiques : couleur, odeur, gout, arôme, texture et consistance des différents fromages ; et à exprimer leur préférence et donner une note allant de 1 à 9.

### **III.8. Analyse statistique**

Toutes les manipulations sont réalisées en triple et les résultats sont exprimés par la moyenne  $\pm$  écart type. Les résultats sont faits l'objet d'une analyse de la variance (ANOVA) suivie d'une comparaison multiple des moyennes grâce au logiciel Statistica version 10 et la comparaison des données est prise à la probabilité  $P < 0,05$ .

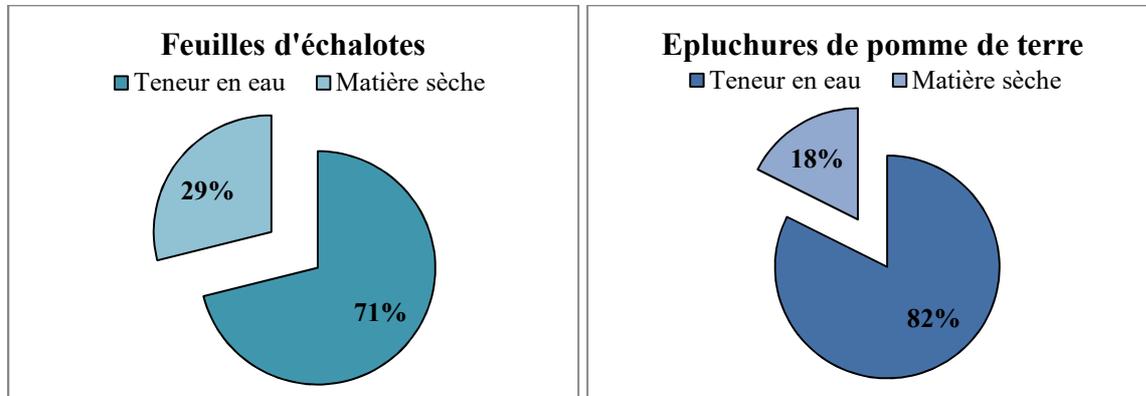
L'optimisation par le plan de surface de réponse est effectuée par JMP.7 L'analyse sensorielle a été évaluée par un logiciel qui est l'Excel-STAT.

# **Chapitre IV**

## **Résultats et discussion**

### III.1. Teneurs en eau des deux échantillons

La figure n°4 présente les teneurs en matières sèches et en eau des feuilles d'échalotes et des épluchures de la pomme de terre.



**Figure n°4 :** La teneur en eau des feuilles d'échalotes et d'épluchure de la pomme de terre.

La teneur en eau fait partie des paramètres les plus importants mesurés pour les produits alimentaires. La teneur en humidité est inversement proportionnelle à la matière sèche d'un aliment, elle influe également sur la stabilité et la qualité des produits. Ce paramètre nous permet également de vérifier le séchage des échantillons avant leur étude phytochimique.

La teneur en eau des feuilles d'échalotes est de  $71,10 \pm 3,55$  % et celle d'épluchures de la pomme de terre est de  $82,43 \pm 1,43$ %, ce qui indique la richesse des deux échantillons en eau. Toutefois, le taux d'humidité des épluchures de la pomme de terre est élevé comparativement aux feuilles d'échalotes, donc les épluchures de pomme de terre sont très humides que les feuilles d'échalotes.

D'après **Amiarsi et al. (2019)**, la forte teneur en eau des échalotes fraîchement récoltées, qui est d'environ 82,00%, induit le traitement immédiat des échalotes afin de ne pas provoquer de pourriture due à une respiration élevée et aux activités de transpiration qui se produisent dans les échalotes après avoir été récoltées.

**Arapoglou et al. (2010)** ont trouvé un taux d'humidité comparable à celui trouvée dans cette étude pour les épluchures de la pomme de terre qui est de 85,06%.

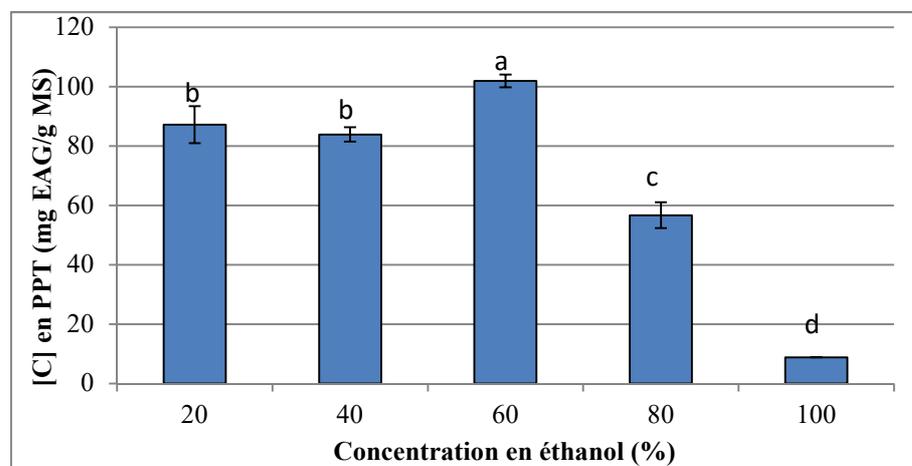
## III.2. Extraction des polyphénols totaux des feuilles d'échalotes

### III.2.1. Etude préliminaire (expériences à un seul facteur)

La récupération d'extraits à partir de matrices végétales dépend du type de solvant utilisé, de la température, du pH, de la nature de la matrice végétale, de temps d'extraction et de la méthode d'extraction (Do et al., 2014).

#### A. Effet de la concentration en éthanol

Les résultats de l'effet de la concentration en éthanol sur l'extraction des polyphénols totaux (PPT) des feuilles des échalotes (Annexe I) sont illustrés dans la figure suivante :



**Figure n°5 :** Effet de la concentration en éthanol sur l'extraction des polyphénols totaux des feuilles des échalotes.

Les moyennes en concentrations en polyphénols totaux affectées de différentes lettres indiquent des différences significatives ( $P < 0,05$ ), celles suivies de la même lettre ne sont pas significativement différentes.

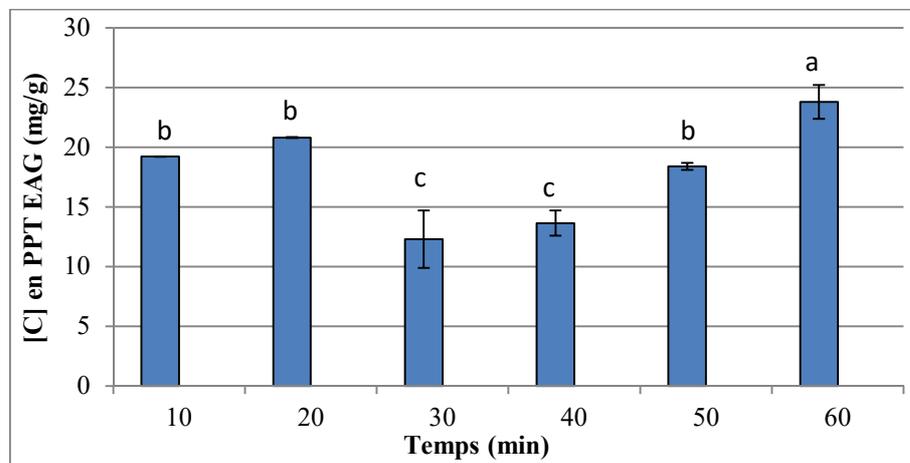
Dans cette étude, nous constatons une augmentation de la teneur en PPT jusqu'à une concentration de 60% (v/v) d'éthanol où la valeur trouvée est de  $101,90 \pm 2,12$  mg EAG/g MS, par la suite elle diminue jusqu'à atteindre sa valeur minimale avec l'éthanol 100% ( $8,82 \pm 0,03$  mg EAG/g de MS). Le choix du solvant le plus efficace dépend de la nature de la matrice végétale utilisée. Par conséquent, la meilleure concentration en éthanol pour l'extraction des PPT à partir de feuilles d'échalotes est de 60% (v/v).

Jung et al. (2011) ont prouvé que l'éthanol et l'eau sont autorisés comme solvant dans les aliments industriels, et que l'éthanol à 70% qui est plus au moins proche à notre résultat, a été largement utilisé pour extraire des composants physiologiques de sources végétales.

Il a été rapporté que la polarité du solvant aide à augmenter la solubilité des composés phénoliques. La présence d'une petite quantité d'eau dans un solvant organique peut déclencher le procédé de transfert de masse en augmentant la polarité relative du solvant, améliorant ainsi sa solubilité grâce à un gonflement efficace de la matrice végétale. Cependant, un excès d'eau dans le solvant organique peut nécessiter beaucoup de stress thermique pour un chauffage rapide du mélange grâce à une absorption efficace par l'eau (Alara et al., 2018).

### B. Effets de temps

L'impact de temps sur l'extraction des composés phénoliques à partir des feuilles d'échalote (Annexe I) est illustré dans la figure suivante:



**Figure n°6 :** Effet de temps sur l'extraction des polyphénols totaux des feuilles des échalotes. Les moyennes en concentrations en polyphénols totaux affectées de différentes lettres indiquent des différences significatives ( $P < 0,05$ ), celles suivies de la même lettre ne sont significativement différentes.

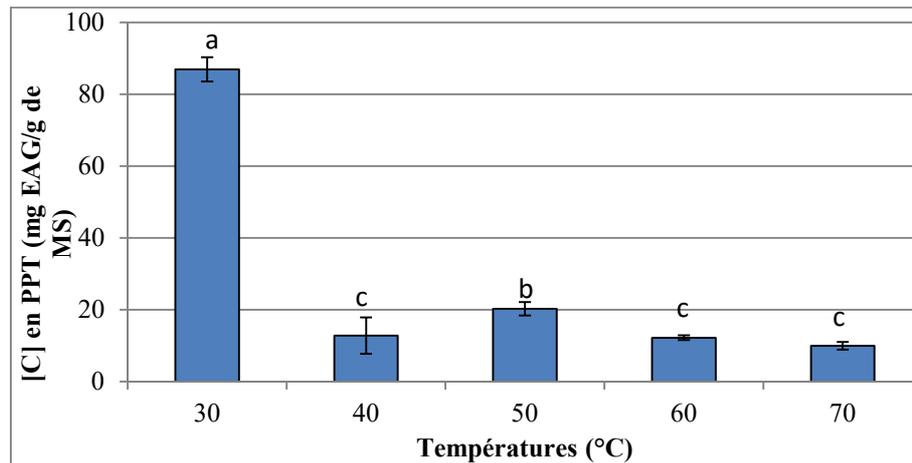
L'extraction des composés bioactifs tels que les composés phénoliques est tributaire de plusieurs facteurs qui peuvent influencer les performances de l'extraction, tel que le temps.

La teneur en PPT des feuilles d'échalotes a été instable à des temps inférieurs à 60 min. Les résultats révélés dans ce présent travail montrent que la teneur maximale est obtenue à 60 min et elle est de  $23,80 \pm 1,41$  mg EAG/g MS, c'est les même résultats trouvés par Wang et al. (2018) qui ont réalisé une extraction des polyphénols du Marc de pomme à l'aide d'ultrason à concentration d'éthanol de 0 à 50 % et de température modérée de 20 à 37 °C.

Cet effet est compréhensible car il a été déjà prouvé qu'un temps d'extraction prolongé améliore l'extraction des composés phénoliques. Une augmentation de la quantité en PPT avec l'augmentation de temps a été signalée par plusieurs auteurs.

### C. Effet de la température

L'effet de la température sur l'extraction des composés phénoliques à partir des feuilles d'échalote (**Annexe I**) est donné dans la figure suivante:



**Figure n°7 :** Effet de la température sur l'extraction des polyphénols totaux des feuilles des échalotes.

Les moyennes en concentrations en polyphénols totaux affectées de différentes lettres indiquent des différences significatives ( $P < 0,05$ ), celles suivies de la même lettre ne sont significativement différentes.

La température peut augmenter le rendement d'extraction par différentes propriétés telles que : la viscosité, la diffusivité, la solubilité et la tension superficielle (**Boonkird et al., 2008**). Dans l'extraction solide-liquide, une augmentation de la température conduit généralement à des récupérations plus élevées de composés bioactifs. D'autre part, des températures élevées pourraient entraîner des taux de dégradation élevés de composés phénoliques.

Selon les résultats obtenus dans ce travail, la meilleure teneur en PPT est trouvée à une température de 30 °C ( $86,90 \pm 3,39$  mg EAG/g MS), tandis qu'elle est instable à des températures supérieures à 30 °C et la valeur minimale est atteinte à 70 °C ( $9,92 \pm 1,08$  mg EAG/g MS).

**Wang et al. (2018)** qui ont réalisé une extraction des polyphénols du marc de pomme à l'aide d'ultrason (24 KHz, 150 W, 0-30 min) ont utilisé des concentrations en éthanol allant de 0% à 50% et ils ont préconisé le choix de températures modérées de 20-37°C.

### III.2.2. Optimisation par la méthodologie de surface de réponse

Les résultats des expériences du plan central composite précis avec répétition du centre, sont représentés dans le tableau suivant :

**Tableau IX** : Plan et résultats d'optimisation des conditions d'extraction par ultrasons par le plan central composite précis pour les extraits des feuilles des échalotes.

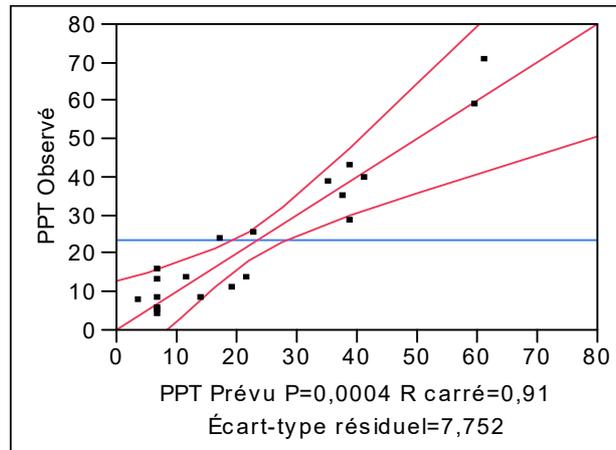
Configuration	[C] en éthanol (%)	Temps (min)	T(°C)	Valeurs expérimentales	Valeurs prédites
000	60	60	30	3,96	6,95
0A0	60	90	30	7,81	14,07
000	60	60	30	4,58	6,95
A00	80	60	30	7,45	3,51
++-	80	90	10	39,35	41,35
000	60	60	30	15,6	6,95
+++	80	90	50	25,01	22,90
a00	40	60	30	13,27	21,43
00A	60	60	50	23,67	17,39
000	60	60	30	5,5	6,95
--+	40	30	50	38,18	35,12
+++	80	30	50	10,77	19,04
00a	60	60	10	28,4	38,89
--+	40	90	50	34,6	37,76
-+-	40	90	10	70,44	61,11
+--	80	30	10	42,9	38,67
000	60	60	30	12,56	6,95
0a0	60	30	30	13,45	11,41
000	60	60	30	7,94	6,95
---	40	30	10	58,6	59,65

D'après les résultats obtenus, la teneur en composés phénoliques varie de 3,96 à 70,44 Mg EAG/g de MS, ce qui confirme l'influence des paramètres concentration d'éthanol, temps et température sur le taux d'extraction des polyphénols à partir des feuilles d'échalotes. En outre, les valeurs expérimentales sont proches des valeurs prédites.

#### ❖ Coefficient de corrélation ( $R^2$ )

Dans la présente étude, le coefficient de corrélation ( $R^2$ ) du modèle est égal à 0,91 (Figure n°8) ce qui signifie qu'uniquement 9% des variations ne sont pas expliquées par le

modèle. De plus, la valeur du coefficient de corrélation ajusté ( $R^2_{\text{ajusté}}$ ) est de 0,83 ce qui est assez élevé pour confirmer la haute significativité du modèle.



**Figure n°8 :** Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs réelles.

### ❖ Analyse de la variance

Compte tenu de l'analyse de variance (ANOVA) (**Tableau X**) et sur la base de Test F, la concentration en éthanol ( $X_1$ ) et la température ( $X_2$ ) avaient un effet linéaire significatif ( $p < 0,05$ ) sur TPP, l'effet quadratique de la température avait également un effet significatif ( $p < 0,05$ ), alors que les interactions n'ont pas un effet significatif ( $p < 0,05$ ) sur la teneur en polyphénols totaux.

La corrélation entre le contenu phénolique total ( $Y$ ) et les trois variables ( $X_1$ ,  $X_2$  et  $X_3$ ) est décrite par l'équation polynomiale du second ordre :

$$Y = 6,95 - 8,96X_1 - 10,75X_3 + 21,19X_3^2$$

L'équation montre que TPT peut prédire de manière adéquate la teneur totale en composés phénoliques à différents niveaux de trois variables de processus influençant l'extraction, car le manque d'ajustement est statistiquement significatif ( $p < 0,05$ ).

**Tableau X** : Analyse de variance (ANOVA) pour la teneur en polyphénols totaux (Y) des extraits de feuilles d'échalotes en fonction de la concentration en éthanol (X<sub>1</sub>), du temps d'extraction (X<sub>2</sub>), de la température (X<sub>3</sub>) et leurs interactions.

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Rapport F	Prob.>F
[C] éthanol (X <sub>1</sub> )	1	802,9952	13,3623	0,0044*
Temps (X <sub>2</sub> )	1	17,7156	0,2948	0,5991
Température (X <sub>3</sub> )	1	1154,7652	19,2159	0,0014*
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub>	1	0,7381	0,0123	0,9139
X <sub>1</sub> *X <sub>3</sub>	1	11,9805	0,1994	0,6647
X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub>	1	0,7021	0,0117	0,9161
X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	1	83,7798	1,3941	0,2650
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>	1	92,1768	1,5339	0,2438
X <sub>3</sub> <sup>2</sup>	1	1235,3241	20,5565	0,0011*
Modèle	9	6184,7418	11,4353	
Résidus	10	600,9417	<b>Prob. &gt; F</b>	
Total	19	6785,6835	0.0004*	

La valeur F et la valeur P du manque d'ajustement trouvés sont de 4,3626 et 0,0004 respectivement, ce qui implique qu'elles ne sont pas significatives par rapport à l'erreur pure qui est de 0,0659 (**Tableau X**), ainsi que l'équation du modèle est adéquate pour prédire le taux d'extraction des composés phénoliques totaux sous n'importe quelle combinaison de variables.

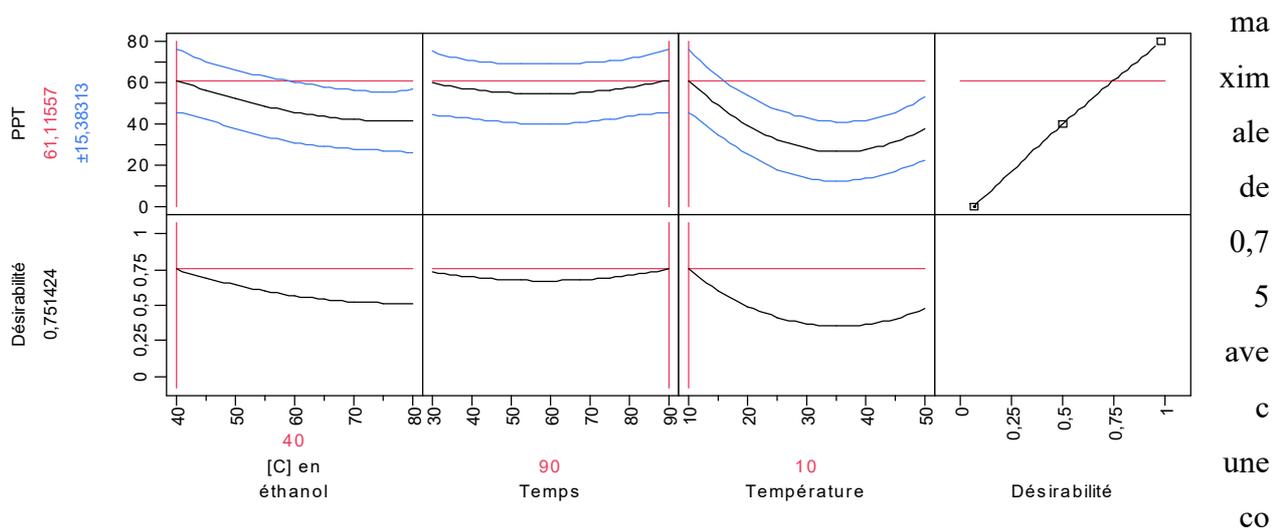
**Tableau XI** : Paramètres de l'ajustement du modèle.

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Manque d'ajustement	5	488,87979	97,7760	4,3626
Erreur pure	5	112,06193	22,4124	<b>Prob. &gt; F</b>
Erreur totale	10	600,94172		0,0659
R carré	0,91144			<b>R carré max.</b>
R carré ajusté	0,831736			0,9835

### ❖ Conditions optimales d'extraction des composés à partir des feuilles d'échalotes

Le calcul théorique des conditions optimales d'extraction des polyphénols totaux a été évalué par l'algorithme d'optimisation non linéaire et un contenu phénolique total maximum de 61,115 mg EAG/100 g MS a été atteint pour l'extrait de feuilles d'échalotes. Cette valeur maximale a été calculée dans des conditions optimales ; plus précisément, à une concentration d'éthanol de 40%, temps d'extraction de 90 min et une température de 10°C.

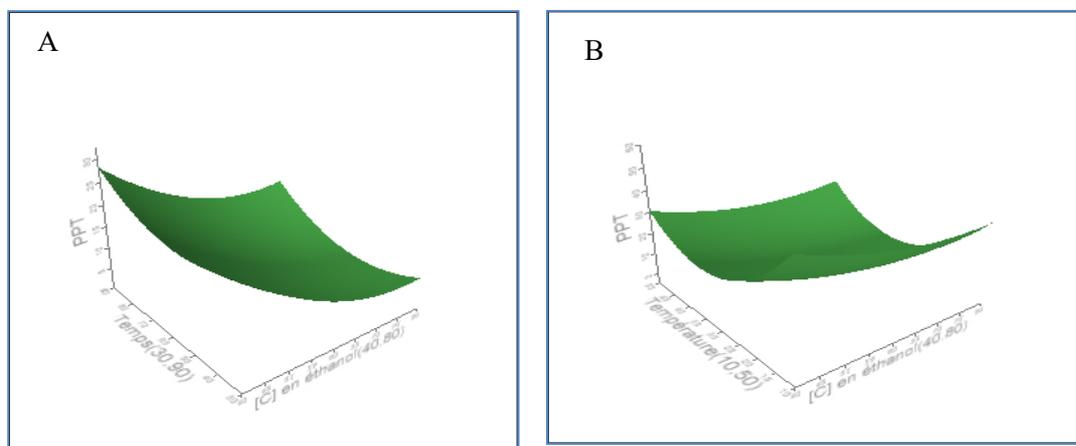
Les niveaux de désirabilité pour les trois variables d'extraction pour une extraction optimale des polyphénols sont présentés sous forme de profils de désirabilité (**Figure n°29**), indiquant que la désirabilité maximale de 1,0 (sur une échelle de 0 à 1) peut être atteinte avec les conditions optimales susmentionnées. Le niveau de désirabilité a atteint la valeur



composition éthanol/eau de 40:60 (v/v), un temps d'extraction de 90 min et une température de 10 °C.

**Figure n°9** : Teneur prévue en polyphénols totaux et niveau de désirabilité pour les différentes variables d'optimum extraction de polyphénols à partir d'extraits de feuilles d'échalote.

**Carrera et al. (2012)** ont conclu contrairement à beaucoup de chercheurs que les basses températures ont un effet positif sur l'extraction des TPC, 10 °C est une température adéquate d'extraction des TPC à partir des extraits des raisins.



**Figure n°10** :Surfaces de réponse des interactions pour l'ultrason.

(A) : temps- solvant, (B) : température-solvant.

### III.3. Extraction des polyphénols totaux d'épluchures de la pomme de terre

#### III.3.1. Etude préliminaire (expériences à un seul facteur)

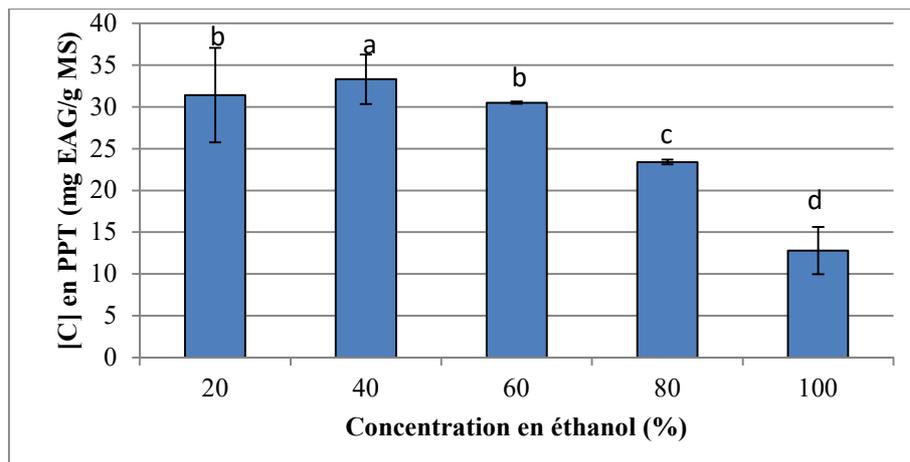
##### A- Effet de la concentration en éthanol

Les composés phénoliques sont généralement extraits en utilisant les solvants organiques aqueux tels que le méthanol, l'éthanol, l'acétone et acétate d'éthyle. Cependant, les solvants organiques comme le méthanol sont toxiques et ne sont pas acceptables pour les aliments (**Wu et al., 2012**).

L'utilisation d'éthanol présente plusieurs avantages par rapport à l'utilisation d'autres solvants, y compris une efficacité d'extraction plus élevée, compatibilité environnementale et une toxicité et un coût inférieurs. Cependant, le pourcentage de l'éthanol dans l'eau en tant que solvant d'extraction peut affecter l'efficacité de l'extraction (**Wu et al., 2012**). Pour cette

raison, différentes concentrations d'éthanol ont été testées dans la présente optimisation d'extraction des composés phénoliques d'épluchures de la pomme de terre.

Dans la **figure n°11**, l'efficacité de l'extraction des PPT augmente avec l'augmentation de concentration en éthanol et plafonné à près de 40% d'éthanol, après le rendement d'extraction a commencé à diminuer lentement, mais considérablement au-delà de 80% d'éthanol. Cela suggère que les composés phénoliques sont plus solubles dans l'éthanol 40%.



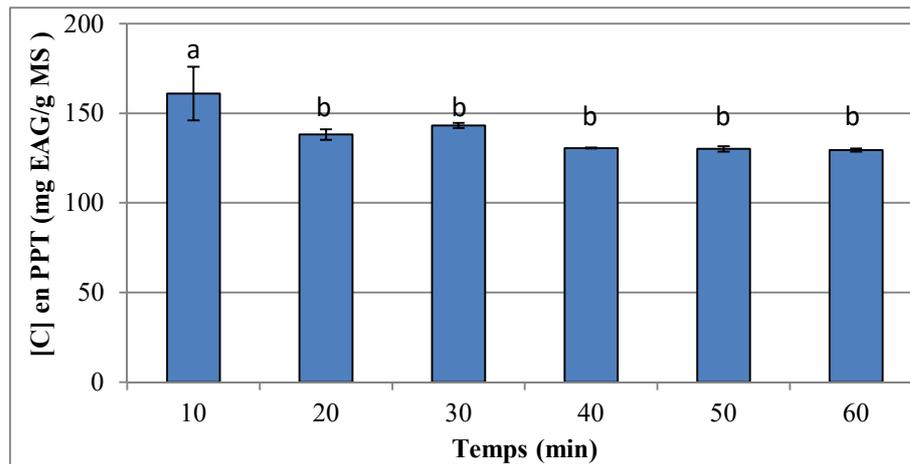
**Figure n°11** : Effet de la concentration en éthanol sur l'extraction des polyphénols totaux des épluchures de la pomme de terre.

Les moyennes en concentrations en polyphénols totaux affectées de différentes lettres indiquent des différences significatives ( $P < 0,05$ ), celles suivies de la même lettre ne sont significativement différentes.

L'éthanol pur (100 %) n'a extrait qu'une fraction de ce qui a été réalisé par l'éthanol à 40%. Un effet similaire a été signalé par **Falleh et al. (2012)** lors de l'extraction des composés phénoliques des baies coupée en deux.

### B. Effet de temps

La **figure n°12** montre que la meilleure teneur en PPT (**Annexe I**) est observée à un temps d'extraction de 10 min. Ensuite, la durée d'extraction ne semble pas avoir d'effet significatif sur les teneurs obtenues.



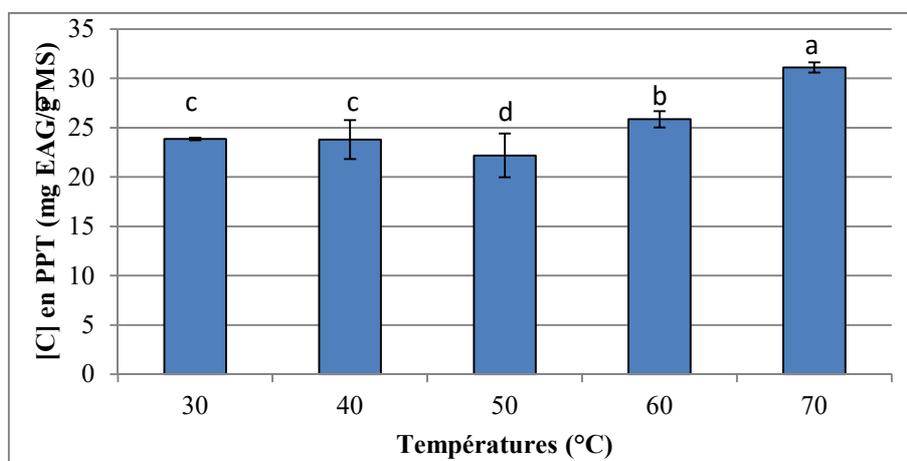
**Figure n°12 :** Effet de temps sur l'extraction des polyphénols totaux des épluchures de la pomme de terre.

Les moyennes en concentrations en polyphénols totaux affectées de différentes lettres indiquent des différences significatives ( $P < 0,05$ ), celles suivies de la même lettre ne sont significativement différentes.

L'efficacité d'extraction n'a montré qu'une faible fluctuation au fur et à mesure que le temps d'extraction passait de 20 à 60 min, c'est-à-dire l'extraction a été achevée en 10 min. Un temps d'extraction plus court est également favorable car il réduit la consommation d'énergie. D'après Carrera et al. (2012), le temps d'extraction des PPT est supérieur à 6 min mais ne dépasse pas 15 min pour une extraction très efficace.

### C. Effet de la température

Comme le montre la figure ci-dessus, une augmentation notable de l'efficacité d'extraction a été observée lorsque la température a été augmentée de 30 à 70 °C, et la valeur en PPT (Annexe I) est la plus élevée à 70 °C.



**Figure n°13:** Effet de la température sur l'extraction des polyphénols totaux des épluchures de la pomme de terre.

Les moyennes en concentrations en polyphénols totaux affectées de différentes lettres indiquent des différences significatives ( $P < 0,05$ ), celles suivies de la même lettre ne

Configuration	Concentration en éthanol %	Temps (min)	Température (°C)	Valeurs expérimentales	Valeurs prédites
000	40	30	60	34,42	32,61
++-	70	50	40	2,49	2,14
+--	70	10	40	7,72	4,69
+++	70	50	80	30,75	29,35

sont significativement différentes.

A une température élevée, la solubilité des composés phénoliques pourrait être améliorée et la viscosité des extraits a été diminuée, accélérant ainsi la libération et la dissolution de ces composés (Wu et al., 2012).

### III.3.2. Optimisation par la méthodologie de surface de réponse

Les résultats des expériences du plan central composite précis avec répétition du centre, sont représentés dans le tableau ci-dessous :

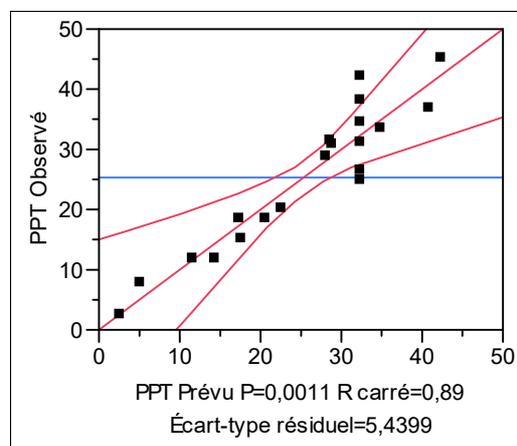
**Tableau XII** : Plan et résultats d'optimisation des conditions d'extraction par le plan central composite précis pour les extraits des épiluchures de la pomme de terre.

000	40	30	60	37,9	32,61
--+	10	10	80	11,75	11,97
---	10	10	40	33,26	34,53
0A0	40	50	60	14,91	16,94
a00	10	30	60	28,82	27,60
+++	70	10	80	19,87	22,93
0a0	40	10	60	18,38	16,85
000	40	30	60	31,02	32,61
000	40	30	60	24,75	32,61
000	40	30	60	26,46	32,61
-++	10	50	80	11,8	14,70
+-	10	50	40	31,47	28,28
00a	40	30	40	36,63	41,92
A00	70	30	60	18,29	20,01
00A	40	30	80	45,03	44,24
000	40	30	60	42,1	32,61

D'après les résultats obtenus dans le tableauXII, la teneur en composés phénoliques varie de 2,49 à 45,03 mg/g de MS, ce qui confirme l'influence des paramètres (concentration en éthanol, temps et température) sur le taux d'extraction des polyphénols à partir des épluchures de la pomme de terre. De plus, les résultats expérimentaux sont proches des ceux prédits.

### ❖ Coefficient de corrélation ( $R^2$ )

Dans le processus d'optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques par ultrasons à partir des épluchures de la pomme de terre, le coefficient de corrélation est égal à 0,89, ce qui signifie que 11% des variations ne sont pas expliquées par le modèle (**Figure n°14**). En outre, le coefficient de corrélation ajusté ( $R^2_{ajusté}$ ) est de 0,79 ce qui est assez élevé pour confirmer la haute significativité du modèle.



**Figure n°14 :** Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs réelles.

### ❖ Analyse de la variance

Afin de vérifier si l'effet des facteurs individuels sur l'efficacité de l'extraction est statistiquement significatif, une ANOVA a été utilisée pour interpréter les données expérimentales obtenues à partir de l'optimisation. La signification de chaque facteur a été évaluée en calculant la valeur F et les résultats sont résumés dans le tableau XIII. L'influence des paramètres sur les teneurs moyennes en PPT extraits diminue de l'ordre de :  $X_1$  (concentration en éthanol) >  $X_3$  (température) >  $X_2$  (temps d'extraction) selon les valeurs F. Les paramètres significatifs (à un niveau de confiance de 95 %) ce sont avérés les effets quadratiques de temps d'extraction suivi de température puis de la concentration d'éthanol. Il n'y avait pas de différence significative dans les effets linéaires.

Les valeurs Y (teneurs en PPT) obtenues expérimentalement analysées par plusieurs régressions pour construire le modèle mathématique (équation), qui après suppression des facteurs non significatifs ( $p > 0,05$ ) est donné comme suit :

$$Y = 32,32 + 10,19X_1X_3 - 8,07X_1^2 - 14,98X_2^2 + 9,20X_3^2$$

**Tableau XIII:** Analyse de variance (ANOVA) pour la teneur en polyphénols totaux (Y) des extraits de feuilles d'échalotes en fonction de la concentration en éthanol ( $X_1$ ), du temps d'extraction ( $X_2$ ), de la température ( $X_3$ ) et leurs interactions.

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Rapport F	Prob.>F
[C] éthanol ( $X_1$ )	1	144,24804	4,8746	0,0517
Temps ( $X_2$ )	1	0,01936	0,0007	0,9801
Température ( $X_3$ )	1	5,82169	0,1967	0,6668
$X_1 * X_2$	1	6,82651	0,2307	0,6413
$X_1 * X_3$	1	832,11601	28,1196	0,0003*
$X_2 * X_3$	1	40,27531	1,3610	0,2704

$X_1^2$	1	179,15401	6,0541	0,0336*
$X_2^2$	1	617,21346	20,8574	0,0010*
$X_3^2$	1	232,94404	7,8719	0,0186*
<b>Modèle</b>	9	2353,2891	8,8361	
<b>Résidus</b>	10	295,9199	<b>Prob. &gt; F</b>	
<b>Total</b>	19	2649,2090	0,0011*	

La valeur F et la valeur P du manque d'ajustement trouvé sont de 0,3253 et 0,0011 respectivement, ce qui implique qu'elles ne sont pas significatives par rapport à l'erreur pure qu'est de 0,8784 (**Tableau XIII**).

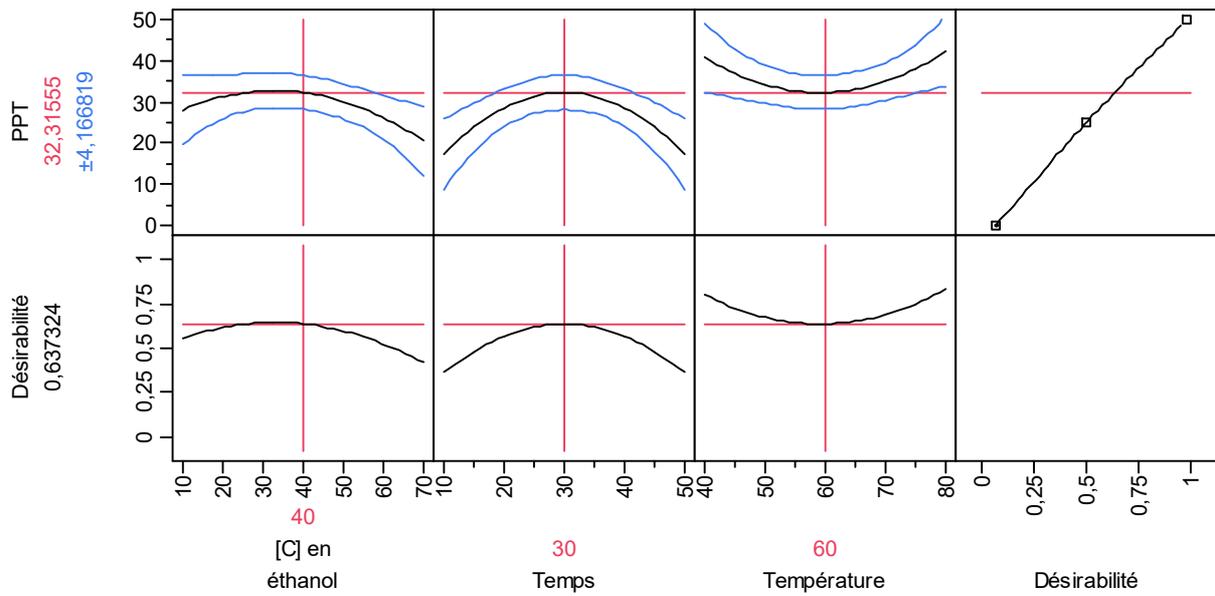
**Tableau XIV** : Paramètres de l'ajustement du modèle.

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Manque d'ajustement	5	72,63277	14,5266	0,3253
Erreur pure	5	223,28715	44,6574	<b>Prob. &gt; F</b>
Erreur totale	10	295,91992		0,8784
R carré	0,888299			<b>R carré max.</b>
R carré ajusté	0,787768			0,9157

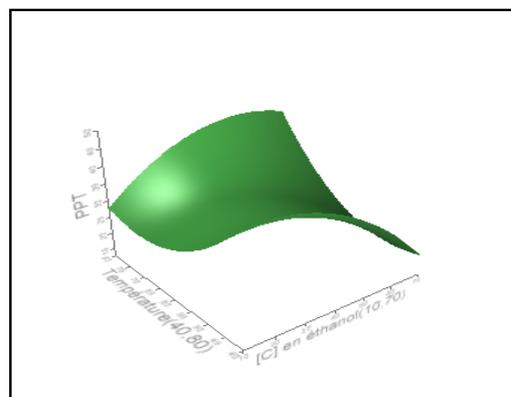
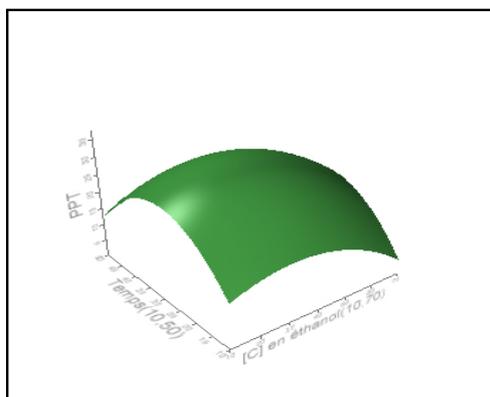
#### ❖ Conditions optimales d'extraction des composés à partir des épiluchures de la pomme de terre

L'utilisation d'un modèle mathématique a permis d'estimer l'ensemble des conditions optimales et la valeur en PPT maximale prédite.

L'estimation est basée sur la fonction de désirabilité (**Figures n°15**), dont la maximisation a fourni la valeur optimale pour toutes les variables de processus considérées. Le contenu en PPT maximal de  $32,31 \pm 4,16$  mg EAG/g MS est obtenu en utilisant des mélanges éthanol/eau requis (40%, v/v), temps de 30 min et  $T=60^\circ\text{C}$ .



**Figure n°15 :** Teneur prévue en polyphénols totaux et niveau de désirabilité pour les différentes variables d'optimum d'extraction de polyphénols à partir d'extraits des épiluchures de la pomme de terre.



**Figure n° 16:** Surfaces de réponse des interactions pour l'ultrason.

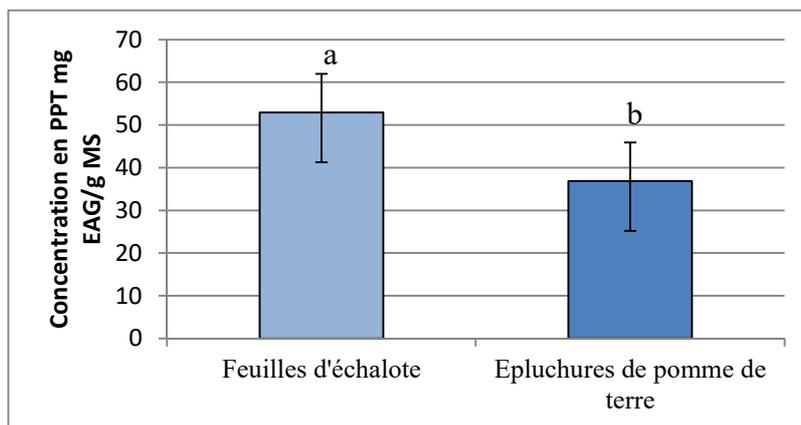
(A): temps- solvant (B) : température-solvant.

Dans la partie qui suit la détermination des polyphénols totaux, flavonoïdes et détermination de l'activité antioxydante vont être appliqués pour les optimums obtenus des deux échantillons.

### III.4. Teneurs en polyphénols totaux et en flavonoïdes des extraits obtenus dans les conditions optimales d'extraction

#### III.4.1. Teneurs en polyphénols totaux

Les résultats obtenus en adoptant les conditions optimales (**Figure n° 17**) sont de  $52,93 \pm 9,06$  et  $36,84 \pm 11,65$  pour les extraits de feuilles d'échalote et des épluchures de la pomme de terre, respectivement. Ces valeurs sont proches des valeurs prédites, ce qui confirme la validité des modèles. L'extrait de feuilles d'échalote a montré une valeur significativement ( $P \leq 0,05$ ) plus importante.



**Figure n°17** : Concentrations en PPT (mg EAG/g MS) des feuilles d'échalotes et épluchures de la pomme de terre.

Les moyennes en concentrations en polyphénols totaux affectées de différentes lettres indiquent des différences significatives ( $P < 0,05$ ), celles suivies de la même lettre ne sont significativement différentes.

**Ribarova et Atanassova (2005)** ont trouvé que les teneurs en composés phénoliques totaux pour *Allium cepa* sont de 81,0 mgEAG/100g. En outre, **Putri et al. (2021)** ont enregistré des concentrations en PPT pour cinq variétés des échalotes vertes qui varient de 7,71 à 11,03mg EAG/g.

D'après **Wijngaard et al. (2012)**, la teneur en composés phénoliques des épluchures de la pomme de terre varie de 159 à 439mg EAG/100 g MS.

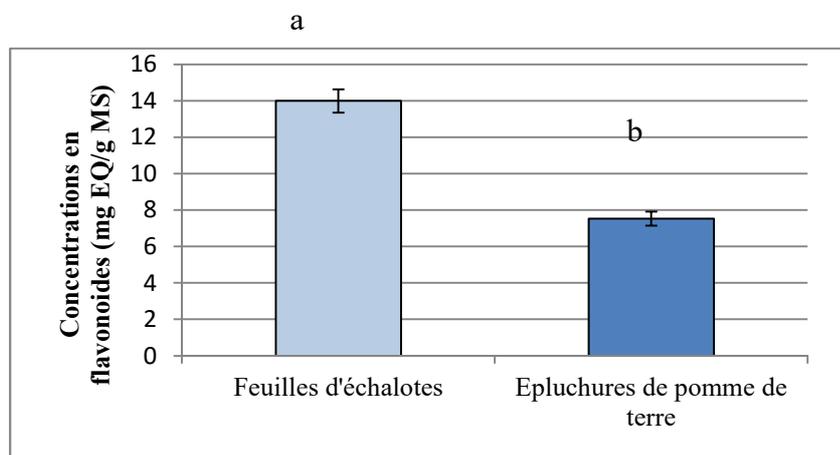
Les différences trouvées comparativement à celles révélées dans la littérature concernant les épiluchures de la pomme de terre peuvent être dues à plusieurs facteurs. Des études récentes ont montré que les facteurs extrinsèques (facteurs géographiques et climatiques), les facteurs génétiques mais également le degré de maturation de la plante et la durée de stockage ont une forte influence sur le contenu en composés phénoliques (Cheurfa et Allem, 2016).

Pour les feuilles d'échalotes, parmi les facteurs qui peuvent impacter la teneur en PPT (Annexe II) la variété. Cette teneur a tendance également à diminuer avec l'âge des feuilles (Putri et al., 2021).

Cependant, il est difficile de comparer ces résultats avec ceux de la bibliographie car l'utilisation de différents solvants et de différentes méthodes d'extraction réduit la fiabilité d'une comparaison entre les études.

### III.4.2. Teneurs en flavonoïdes

Les quantités en flavonoïdes totaux déterminées dans les extraits de feuilles d'échalotes et d'épiluchures de la pomme de terre obtenus dans les conditions optimales sont illustrées dans la figure suivante :



**Figure n°18 :** Concentrations en flavonoïdes (mg EQ/g MS) des feuilles d'échalotes et d'épiluchures de la pomme de terre.

Les moyennes en concentrations en polyphénols totaux affectées de différentes lettres indiquent des différences significatives ( $P < 0,05$ ), celles suivies de la même lettre ne sont significativement différentes.

Une valeur plus grande avec une différence significative ( $P \leq 0,05$ ) est révélée dans l'extrait de feuilles d'échalotes ( $13,99 \pm 0,64$  mg EQ/g MS) comparativement à l'extrait, d'épluchures de la pomme de terre ( $7,52 \pm 0,38$  mg EQ/g MS) (**Annexe II**).

D'après **Ribarova et Atanassova (2005)**, les feuilles d'*Allium cepa* renferment une teneur comparable à celle trouvée dans cette étude qui est de 11,7 mg EC/100 g MS.

Selon les résultats de **Friedman et al. (2017)**, les épluchures de différentes variétés de pomme de terre contiennent des concentrations en flavonoïdes qui oscillent entre  $7,8 \pm 1,41$  mg/g (rouge conventionnelle) et  $29,7 \pm 0,42$  mg/g (roux biologique). Les épluchures des variétés or biologique de yukon, or conventionnelle, rouge bio et roux conventionnel ont des teneurs de  $8,7 \pm 0,41$  ;  $9,1 \pm 0,31$  ;  $12,5 \pm 3,91$  et  $23,0 \pm 5,52$ , respectivement

La teneur trouvée dans cette étude rentre dans la gamme trouvée par ces auteurs mais la variété étudiée n'est pas identifiée.

### III.5. Evaluation des activités antioxydantes des extraits obtenus dans les conditions optimales

Les résultats des différents tests utilisés afin d'estimer les propriétés antioxydantes des extraits de feuilles d'échalotes et d'épluchures de la pomme de terre (**Annexe II**) sont récapitulés dans le tableau suivant :

**Tableau XV** : Résultats des activités antioxydantes ( $IC_{50}$  en  $\mu\text{g/ml}$ ) des extraits de feuilles d'échalotes et d'épluchures de la pomme de terre.

Activité	Feuille des échalotes	Epluchures de pomme de terre
DPPH	$204,29 \pm 0,09$	$125,42 \pm 2,78$
Phosphomolybdate	$45,85 \pm 3,46$	$87,21 \pm 7,72$
Chélation du fer	$1004,10 \pm 145,73$	$200,77 \pm 13,38$

Pour le test au DPPH, **Dziri et al. (2012)**, ont trouvé une  $IC_{50}$  largement supérieure à celle trouvée dans cette étude mais pour l'extrait d'*Allium roseum* var, *odoratissimum* qui est de  $520 \pm 0,011$   $\mu\text{g/ml}$ .

En utilisant toujours le test au DPPH, **Ali et Naz (2017)** ont enregistré une  $IC_{50}$  de  $4011 \pm 0,109$   $\mu\text{g/ml}$  pour l'extrait d'épluchures de la pomme de terre de donc une faible activité comparativement à l'extrait évalué dans cette étude.

En comparant entre les IC<sub>50</sub> de notre travail, des extraits de feuilles d'échalotes et des épiluchures de la pomme de terre, il est bien clair que l'extrait d'épiluchures de pomme de terre est plus actif avec une meilleure activité antioxydante.

### III.6 Analyses physico-chimiques du fromage frais

Les résultats des analyses-physico-chimiques effectués pour le fromage frais élaboré avec les poudres et avec les morceaux de feuilles d'échalotes et d'épiluchures de pomme de terre sont consignés dans le tableau suivant :

**Tableau XVI** : Taux des paramètres pH, MG et EST du fromage frais.

Paramètre	FF (Témoin)	FPFE	FMFE	FPEP	FMEP
pH	5,50	5,49	5,45	5,46	5,53
EST	31,91	31,24	33,12	32,43	30,74
MG%	15,8	15,5	15,7	15,5	15,5

**FF** : Frais : fromage frais, **FPFE** : Fromage enrichi avec poudre de feuilles d'échalote, **FMFE** : Fromage enrichi avec des morceaux de feuilles d'échalote, **FPEP** : Fromage enrichi avec poudre des épiluchures de la pomme de terre, **FMEP** : Fromage enrichi avec des morceaux des épiluchures pelure de la pomme de terre.

La valeur du pH des cinq types du fromage varie entre 5,45 et 5,53, cette valeur est inférieure à celle trouvée par **Correspondance et Mallaye (2016)** qui varie de 6,60 à 6,80 pour le fromage frais.

Les valeurs des extraits secs des cinq types du fromage varient de 33,12 à 33,91 et sont proches à celle trouvée par **Correspondance et Mallaye (2016)** qui est de 30,77 pour le fromage frais.

Pour la matière grasse, les valeurs varient de 15,5 à 15,8 pour les cinq types des fromages frais, qui sont des valeurs comprises dans l'intervalle des valeurs trouvées (15,25 à 15,50) par **Correspondance et Mallaye (2016)**.

### III.7 Analyses microbiologiques

Les résultats des analyses microbiologiques effectuées sur le produit fini (fromage frais et fromage frais enrichi) sont illustrés dans le tableau suivant :

**Tableau XVII :** Résultats des analyses microbiologique du fromage frais et enrichi.

Germes	Résultats				
	Ech 1	Ech 2	Ech 3	Ech 4	Ech 5
Staphylococcus	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence
Entérobactéries	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence
Levures et moisissure	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence

Au vu des résultats des analyses microbiologiques présenté dans le tableau XVII, nous remarquons une absence de différents germes recherchés montrant que les différents échantillons sont de bonne qualité microbiologique. Ces résultats peuvent s'expliquer de l'application par les bonnes pratiques d'hygiène et l'efficacité du traitement thermiques appliqué.

### III.7 Analyses sensorielles

Les données des analyses sensorielles sont rassemblées à partir des questionnaires distribués aux dégustateurs. Les échantillons évalués sont désignés comme suit : Ech 1 :fromage frais témoin;Ech 2 :fromage frais enrichi avec poudre des échalotes ;Ech 3 : fromage frais enrichi avec feuilles d'échalotes coupée ;Ech 4 : fromage frais enrichi avec poudres des épluchures de pomme de terre et Ech 5 : fromage frais enrichi avec les épluchures de pomme de terre coupés);puis sont traités avec logiciel XI STAT ;qui est un outil complet d'analyse des données et de statistiques ;impliqué dans les études de marketing et l'analyse du comportement des consommateurs. Ce logiciel utilise Microsoft Excel comme une interface de récupération des donnés et d'affichage des résultats (Addinsoft,2013).

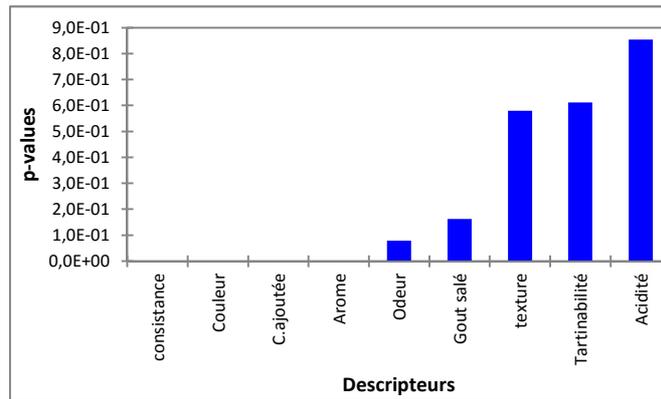
#### III.7.1. Caractérisation du produit

C'est l'identification des descripteurs qui discriminent le mieux les produits pour déterminer leur caractéristique importante dans le cadre de l'analyse sensorielle (Husson et al., 2009).

##### III.7.1.1. Pouvoir discriminant par descripteurs

Ce test montre les descripteurs qui sont ordonnés de celui qui a le plus fort pouvoir discriminant sur les produits à celui qui en a le plus faible.

Les résultats obtenus sont représentés dans la figure ci-dessous.

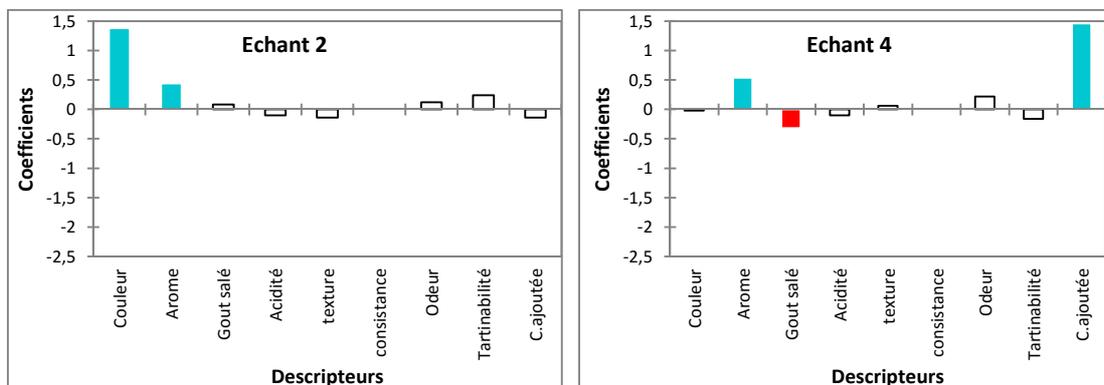


**Figure n°19** : Pouvoir discriminant par descripteur.

La consistance, la couleur, c. ajouté (composant ajouté) et l'intensité de l'arôme sont les caractéristiques qui varient le plus entre les échantillons (pouvoir discriminant le plus élevé), suivi de l'odeur et du goût salé. La texture, la tartinabilité et l'acidité sont les paramètres qui varient le moins entre les fromages, donc ils ont un pouvoir discriminant le plus faible.

### III.7.1.2. Coefficients des modèles

Les coefficients des modèles sont sélectionnés pour chaque descripteur et chaque produit. Dans la figure 20 ; la couleur bleue indique les caractéristiques dont le coefficient est significativement positif, par ailleurs, la coloration rouge désigne celles dont les coefficients sont significativement négatifs et le blanc indique les caractéristiques qui ne sont pas significatives.



**Figure n°20** : Coefficient des modèles de l'échantillon 2 et l'échantillon 4.

D'après la figure, l'échantillon 2 est caractérisé positivement par sa couleur et son arôme, par ailleurs les autres caractères ne sont pas significatifs. Pour l'échantillon 4, nous remarquons qu'il est caractérisé positivement par le composant ajouté et l'arôme et négativement par le goût salé et enfin le reste des caractères ne sont pas significatifs.

L'échantillon 1 a un caractère significativement négatif pour le composant ajouté, couleur et arôme. Pour ce qui reste, ils ne sont pas significatifs (**Annexe IV**).

L'échantillon 3 a un seul caractère significativement positif qui est la couleur et un autre significativement négatif qui le composant ajouté et les autres caractères ne sont pas significatifs. Cependant, l'échantillon 5 a un seul caractère significativement positif qui est le composé ajouté et un autre significativement négatif qui la couleur et les autres caractères ne sont pas significatifs (**Annexe IV**).

### III.7.1.3. Moyennes ajustées par produits

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

Le tableau ci-dessous permet de faire ressortir les moyennes lorsque les différents produits et les caractéristiques sont croisés. La couleur bleue indique les moyennes qui sont significativement plus grandes que la moyenne globale et la couleur rouge celles qui sont significativement plus petites que la moyenne globale.

**Tableau XVIII :** Moyennes ajustées par produit.

	Arome	Odeur	C.ajoutée	Couleur	consistance	Tartinabilité	Gout salé	Texture	Acidité
Echant 4	3,100	2,500	4,400	2,600	2,500	3,600	2,600	2,500	2,500
Echant 2	3,000	2,400	2,800	4,000	2,500	4,000	3,000	2,300	2,500
Echant 5	2,700	2,300	4,100	1,900	2,500	3,600	2,900	2,100	2,600
Echant 3	2,800	2,400	2,400	3,600	2,500	3,800	3,200	2,500	2,700
Echant 1	1,200	1,800	1,000	1,000	2,500	3,800	2,900	2,800	2,700

**L'échantillon 4 :** les produits 4 ont une intensité de l'arôme plus élevée comparant aux autres fromages, cependant celle du goût salé est plus faible. Le produit ajouté identifié est la pomme de terre sa couleur est beige un peu foncée. Les autres caractéristiques sont d'une intensité proche de la moyenne.

**L'échantillon 2** : est caractérisé par une intensité de l'arôme et de la couleur supérieure à la moyenne des notes attribuées par les juges, la couleur du fromage est verte. Les autres caractéristiques sont d'une intensité proche de la moyenne.

**L'échantillon 5** : le produit ajouté identifié est la pomme de terre, sa couleur est beige. Les autres caractéristiques sont d'une intensité proche de la moyenne.

**L'échantillon 3** : le produit identifié c'est l'échalote, la couleur de ce fromage est verte. Les autres caractéristiques sont d'une intensité proche de la moyenne.

**L'échantillon 1** : les propriétés : arôme, odeur et couleur sont d'une intensité inférieure à la moyenne. De produits ne sont pas ajoutés à ce fromage et sa couleur est blanche.

L'acidité de tous les fromages varie entre faible vers la moyenne, leur texture varie entre faiblement est moyennement granuleuse et leur tartinabilité est facile.

### III.7.2. Cartographie des préférences

Ce test permet de visualiser sur une même représentation graphique, d'une part des objectifs (produits) et d'autre part des indications montrant le niveau de préférences du jury expert en certains points de l'espace de représentation.

#### III.7.2.1. Analyse en composantes principales

L'ACP est l'une des méthodes d'analyse des données multivariées les plus utilisées dès lors que l'on dispose du tableau de données quantitatives (continues ou discrètes) dans lequel les observations (individus, produit,) sont décrites par p variable (descripteurs attributs, mesurés...) (Jolliffe, 2002).

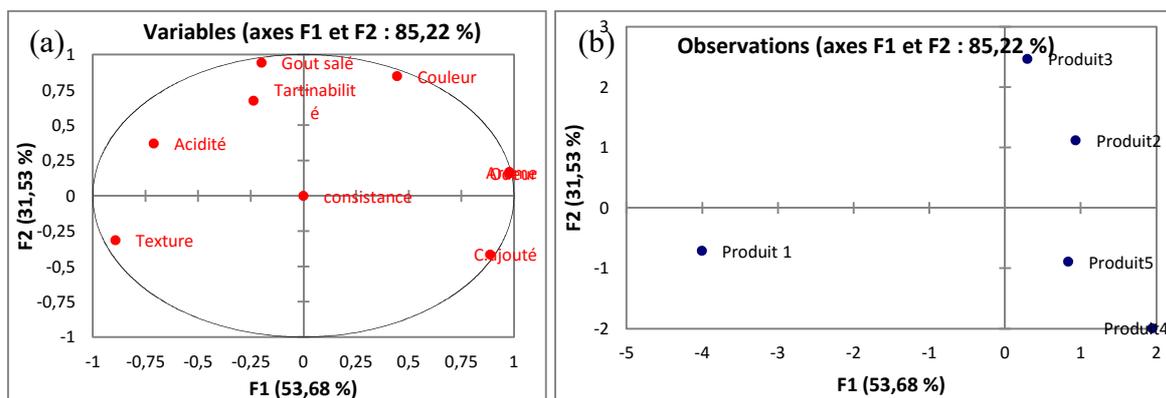


Figure n°21 : Corrélation entre les variables (a) et les facteurs (b).

D'après (a) toutes les caractéristiques sont en corrélation et d'après la figure (b):

**Échantillon 3** : est caractérisé essentiellement par son gout salé, sa tartinabilité plus facile, sa couleur et son acidité plus intense comparant aux autres.

**Échantillon 2** : est caractérisé essentiellement par son odeur et son arôme, et sa consistance.

**Échantillon 5** : est caractérisé essentiellement par sa consistance et son composé ajouté.

**Échantillon 4** : est caractérisé seulement par son composé ajouté.

**Échantillon 1** : est caractérisé seulement par sa texture.

### III.7.2.2. Préférence MAPPING (cartographie des préférences)

Cette méthode permet de relier les préférences exprimées par les consommateurs aux caractéristiques physico-chimiques, sensorielles ou économiques des produits. Le pourcentage de satisfaction des juges pour chaque objet est résumé dans le tableau suivant :

**Tableau XIX** : Pourcentages de juges satisfaits pour chaque objet.

Objet	%
Produit 1	0
Produit 2	80
Produit 3	80
Produit 4	60
Produit 5	60

Le tableau montre que les échantillons 2 et 3 ont le pourcentage de satisfaction les plus élevés (80%). Alors que les échantillons 4 et 5 (60%) et l'échantillon 1 est le moins apprécié par les juges (0 à 20%). Cela montre que l'appréciation des 5 échantillons par les juges n'est pas au même niveau.

# **Conclusion et Perspectives**

## Conclusion et perspectives

---

La présente étude a permis d'optimiser les conditions d'extraction aux ultrasons des polyphénols totaux et d'évaluer les paramètres phytochimiques (dosage des polyphénols totaux, flavonoïdes et les activités antioxydantes) des extraits de feuilles d'échalotes et d'épluchures de pomme de terre. Une étude physicochimique et sensorielle de cinq fromages frais différents selon l'ingrédient ajouté (poudre et morceaux des feuilles d'échalotes, poudre et morceaux des épluchures de pomme de terre) est également réalisée.

La valeur maximale en PPT de 70,44 mg EAG/g MS des feuilles d'échalotes est atteinte avec l'éthanol 40% (v/v), un temps d'extraction de 90 min et une température de 10 °C. Tandis que, le contenu en PPT maximal des épluchures de la pomme de terre de  $45,03 \pm 4,16$  mg EAG/g MS est obtenu en utilisant un mélange éthanol/ eau (40%, v/v), un temps de 30 min et une température de 60 °C et les teneurs en flavonoïdes sont de 13,99 et 7,52 EQ/g MS, respectivement.

L'évaluation des propriétés antioxydantes des extraits des feuilles d'échalote et d'épluchures de pomme de terre par le pouvoir réducteur au phosphomolybdate d'ammonium et le test antiradicalaire du DPPH et la chélation de fer, révèle que l'extrait des épluchures de pomme de terre manifeste une forte activité antioxydante par rapport à l'extrait des feuilles d'échalote. Les  $IC_{50}$  données par l'extrait d'épluchures de pomme de terre sont de  $87,21 \pm 7,72$  µg/mL pour le phosphomolybdate,  $125,42 \pm 2,78$  µg/mL pour le DPPH et de  $200,77 \pm 13,38$  µg/mL pour la chélation de fer. Les résultats obtenus pour les feuilles d'échalotes sont de  $45,85 \pm 3,46$  ;  $204,29 \pm 0,09$  et  $1004,10 \pm 145,73$  µg/mL pour les tests au phosphomolybdate, DPPH et chélation de fer, respectivement.

Les résultats des analyses physicochimiques pour les fromages frais, ont montré que les cinq fromages frais possèdent une qualité satisfaisante et conforme aux normes en vigueur, et son propre à la consommation.

L'analyse sensorielle réalisée montre que parmi les cinq fromages élaborés, les fromages enrichis en poudre et morceaux des feuilles d'échalote sont les plus appréciés par tous les jurys experts.

## Conclusion et perspectives

---

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

- La caractérisation des extraits des plantes utilisées (feuilles d'échalote et épluchures de pomme de terre) dans la préparation alimentaire.
- Etude de la formulation du fromage frais par le plan d'expériences pour trouver la meilleure formule possible.
- Des études des différents effets (conservation, nutritionnel et rhéologique...) des deux plantes sur le fromage frais.
- Des essais de fabrication d'autres types de fromage enrichi.

# **Références bibliographiques**



- AACC. (2000).** Official methods of analysis. 10<sup>ème</sup> édition. American Association of Cereal Chemistry. Etats-Unis, St. Paul ; Minnesota.
- AACC. (2012).** Official methods of Analysis. 11<sup>ème</sup> édition. American Association of Cereal Chemistry. Etats-Unis, St. Paul ; Minnesota.
- Addinsoft. (2013).** XLSTAT, Analyse de données et statistique avec MxExcel. Addinsoft, NY, USA.
- AFNOR. (1980).** De la qualité des produit laitiers-analyses physico-chimiques.
- AFNOR. (1999).** Lait et produits laitiers. Tome 1, p147, 159.
- AFNOR. (1999).** Lait et produits laitiers. Tome 2, p147.
- Alam, M.d., Bristi, J.N., Rafiquzzaman, M.d. (2013).** Review on *in vivo* and *in vitro* methods evaluation of antioxidant activity. Saudi Pharmaceutical Journal. 21: 143-152.
- Alara, O. R., Abdurahman, N. H., Mudalip, S. K. A., &Olalere, O. A. (2018).** Characterization and effect of extraction solvents on the yield and total phenolic content from *Vernonia amygdalina* leaves. Journal of Food Measurement and Characterization, 12(1), 311-316.
- Algarni, E. H. (2016).** Soft cheese supplemented with thyme, cumin and turmeric herbs to increases shelf life during storage period. Advances in Environmental Biology, 10(12), 227-236.
- Ali, H., & Naz, N. (2017).** Free radical scavenging activity of pulps and peels of some selected vegetables commonly used in Pakistan. *Pakistan Journal of Agricultural Research*, 30(1).
- Amiarsi, D., Sasmitaloka, K. S., Arif, A. B., &Widayanti, S. M. (2019).** Curing Process Modification of Shallot Through Cutting Leaves. In IOP Conference Series: Earth and Environmental Science (Vol. 309, No. 1, p. 012022). IOP Publishing.
- Anonyme I:** <https://www.fromagesdici.com/fr/tout-sur-les-fromages/19/comment-bien-conserver-le-fromage> 03/08/2021.
- Anonyme II :** [http://fr.wikipedia.org/wiki/%C3%89\\_chalote](http://fr.wikipedia.org/wiki/%C3%89_chalote).09/08/2021.
- Arapoglou D, Varzakas Th, Vlyssides A, Israilides C. (2010).** Ethanol production from Potato peel waste (PPW). *Waste Management*. 30: 1898–1902.
- Arora A, Camire ME. 1994.** Performance of potato peels in muffins and cookies. *Food Research International*. 27:15-22.

**Azadi, H. G., Ghaffari, S. M., Riazi, G. H., Ahmadian, S., & Vahedi, F. (2008).** Antiproliferative activity of chloroformic extract of Persian Shallot, *Allium hirtifolium*, on tumor cell lines. *Cytotechnology*, 56(3), 179-185.

### B

**Ben Amor, B. (2008).** Maîtrise de l'aptitude technologique de la matière végétale dans les opérations d'extraction de principes actifs: texturation par détente instantanée contrôlée (DIC) (Doctoral dissertation, La Rochelle).

**Benderradji, B., Sebbaner. R. (2018).** Evaluation de l'activité antioxydante des extraits de *Zizyphus lotus* (Doctoral dissertation).

**Boizot, N., & Charpentier, J. P. (2006).** Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Cahier des Techniques de l'INRA*, 79-82.

**Boonkird, S., Phisalaphong, C., & Phisalaphong, M. (2008).** Ultrasound-assisted extraction of capsaicinoids from *Capsicum frutescens* on a lab-and pilot-plant scale. *Ultrasonics Sonochemistry*, 15(6), 1075-1079.

**Bougandoura, N., & Bendimerad, N. (2013).** Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja calamintha* ssp. *Nepeta* (L.) Briq. *Nature & Technology*, (9), 14.

**Brahmi, F., Hauchard, D., Guendouze, N., Madani, K., Martin, K., Léocadie, K., ... & Duez, P. (2015).** Phenolic composition, *in vitro* antioxidant effects and tyrosinase inhibitory activity of three Algerian *Mentha* species: *M. spicata* (L.), *M. pulegium* (L.) and *M. rotundifolia* (L.) Huds (Lamiaceae). *Industrial Crops and Products*, 74, 722-730.

**Brahmi, F., Boulkbatche-Makhlouf, L., Drifa, Y. G., Chibane, M., & Madani, K. (2014).** Comparative study on the antioxidant effect of aqueous and ethanolic extracts of *Mentha pulegium* L. grown at two different locations. *PhytoChem & BioSub Journal*, 8(3), 138-149.

**Block, E., Putman, D., & Zhao, S.H. (1992).** Allium chemistry: GC-MS analysis of thiosulfinates and related compound from onion, leek, scallion, shallot, chive, and Chinese chive. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 40, 2431-2438.

**Bourget D. 1998.** Le grand livre des variétés de pomme de terre. AD Hoc. France : Sylvain Cousin. ISBN : 978-2951318502.

**Bradshaw, J. E., & Ramsay, G. (2009).** Potato origin and production. In *Advances in potato chemistry and technology* (pp. 1-26). Academic Press.

**Brandwein, B.J. (1965).** The pigments in three cultivars of the common onion (*Allium cepa*). *Journal of Food Science* 30, 680-685.

### C

- Carol, L.Vignola., 2002.** Science et technologie du lait. Edit. Fondation de technologie laitière du Québec Inc., Canada, 599.
- Carrera, C., Ruiz-Rodriguez, A., Palma, M., & Barroso, C. G. (2012).** Ultrasound assisted extraction of phenolic compound from grapes. *Analytica chimica acta*. 732, 100-104.
- Chaabi, M. (2008).** Etude phytochimique et biologique d'espèces végétales africaines: *Euphorbia stenoclada* Baill. (Euphorbiaceae), *Anogeissus leiocarpus* Guill. & Perr. (Combretaceae), *Limonia strumfeyi* (Girard) Batt. (Plumbaginaceae) (Doctoral dissertation, Strasbourg 1).
- Chapoutot, P., Rouille, B., Sauvant, D., & Renaud, B. (2018).** Les coproduits de l'industrie agro-alimentaire : des ressources alimentaires de qualité à ne pas négliger. INRA Productions Animales, Paris: INRA, 2018, 31 (3), pp.201-220. ff10.20870/productions-animales.2018.31.3.2353ff. ffhal02623504f.
- Cheurfa, M., & Allem, R. (2016).** Evaluation de l'activité antioxydante de différents extraits des feuilles d'*Aloysia triphylla* (L'Hérit) d'Algérie in vitro. *Phytothérapie*, 14(3), 181-187.
- Correspondance, P., & Mallaye, M. N. (2016).** Essai de fabrication d'un fromage frais traditionnel à partir du lait de vache, coagulé par la papaïne naturelle. *Revue Scientifique du Tchad*.
- Couplan, F., 1998.** Guide nutritionnel des plantes sauvages et cultivées. Delachaux et Niestlé.

### D

- Dif, M. M., Benchiha, H., Mehdadi, Z., Benali-Toumi, F., Benyahia, M., & Bouterfas, K. (2015).** Étude quantitative des polyphénols dans les différents organes de l'espèce *Papaver rhoeas* L. *Phytothérapie*, 13(5), 314-319.
- Do, Q. D., Angkawijaya, A. E., Tran-Nguyen, P. L., Huynh, L. H., Soetaredjo, F. E., Ismadji, S., & Ju, Y. H. (2014).** Effect of extraction solvent on total phenol content, total flavonoid content, and antioxidant activity of *Limnophila aromatica*. *Journal of Food and Drug Analysis*, 22(3), 296-302.
- DU CODEX, R. D. C. (1989).** Codex alimentarius commission.
- Dziri, S., Hassen, I., Fatnassi, S., Mrabet, Y., Casabianca, H., Hanchi, B., & Hosni, K. (2012).** Phenolic constituents, antioxidant and antimicrobial activities of rosygarlic (*Allium roseum* var. *odoratissimum*). *Journal of Functional Foods*, 4(2), 423-432.

### E

ECK et GILLIS JC.,(2006).le fromage, lavoisier ,3éme édition ,Paris. P :845<sup>E</sup>.

### F

**Falleh, H., Ksouri, R., Lucchessi, M. E., Abdelly, C., & Magné, C. (2012).** Ultrasound-assisted extraction : Effect of extraction time and solvant power on the levels of polyphenols and antioxidant activity of *Mesembry anthemum edule* L. Aizoaceae shoots. Tropical Journal of Pharmaceutical Research, 11(2), 243-249.

**FAO/WHO. (1994).** Codex alimentarius, vol 4, 2<sup>éme</sup> édition.

**FAO. (2008).** Pomme de terre, nutrition et diététique. 2pp.  
[http://www.fao.org/potato2008/fr/pomme de terre/Typ-3fr.pdf](http://www.fao.org/potato2008/fr/pomme%20de%20terre/Typ-3fr.pdf). 15-8-2021.

**Faraguna, M., & Muschert, M. (2018).** Modules de technologie culinaire. Editions BPI, 671 pages.

**Fenwick, G.R., Hanley, A.B., & Whitaker, J.R. (1985).** The genus *Allium*—part 1. Critical Reviews in Food Science & Nutrition 22, 199-271.

**Fonteneau Suzzan. (1997).** Comment faire les fromages. Editions Rustica/FLER.ISBN 2840382105 ?9782840382102. 110P.

**Fortin, F. (1996).** L'encyclopédie visuelle des aliments. Edition Québec/Amérique. ISBN978-2-7644-1098-1

**Fox, P. F., McSweeney, P. L., Cogan, T. M., & Guinee, T. P. (Eds.). (2004).** Cheese: Chemistry, Physics and Microbiology, Volume 1: General Aspects. Elsevier.

**Fox, P. F., Guinee, T. P., Cogan, T. M., & McSweeney, P. L. (2017).** Fundamentals of cheese science (pp. 121-183). New York: Springer US.

**Franciosi, F., Settani, L., Cologna, N., Cavazza, A., & Poznanski, E. (2011).** Micribial analysis of rawcow'smilkused for cheese-making : influence of storage treatments on microbial composition and other technological taits. World Journal of Microbiology and Biotechnology, 27(1), 171-180.

**Friedman M, Kozukue N, Kim HJ, Choi SH, Mizuno M. 2017.** Glycoalkaloid, phenolic, and flavonoid content and antioxidative activities of conventional nonorganic and organic potato peel powders from commercial gold, red, and Russet potatoes. Journal of Food Composition Analytic. 62 : 69-75.

### G

- Gravouelle JM. 1996.** Utilisation pour l'alimentation humaine In Rousselle R, Robert Y,
- Grospiron P. (1988).** Les industries agricoles et alimentaires. Tech et Doc, Lavoisier, Paris. 354p.
- Gülçin, İ., Şat, İ. G., Beydemir, Ş., Elmastaş, M., & Küfrevioğlu, Ö. İ. (2004).** Comparison of antioxidant activity of clove (*Eugenia caryophyllata* Thunb) buds and lavender (*Lavandula stoechas* L.). Food chemistry, 87(3), 393-400.

### H

- Harbutt, J. (1999).** Le grand livre des fromages. Manise.
- Hayaloglu A.A & Farkye N.Y,(2011).** Cheese with added herbs,spices and condiments.
- Hawkes, JG. (1990).** The potato: evolution, biodiversity and genetic resources. Belhaven Press, Oxford, England/Smithsonian Institution Press, Washington, D. C.
- Hossain, M. B., Tiwari, B. K., Gangopadhyay, N., O'Donnell, C. P., Brunton, N. P., & Rai, D. K. (2014).** Ultrasonic extraction of steroidal alkaloids from potato peel waste. Ultrasonics Sonochemistry, 21(4), 1470-1476.
- Husson, F.L.Ê.S & Pagés J. (2009).** Senso Mine R dans Evaluation sensorilles-Manuel méthodologique,3<sup>ème</sup> 2d. Lavoisier,vol.23,p.16.

### J

- Jeantet R ;Croguennet T ;Schuck P ;Brule G.(2006).** Sience des aliments : Technologie des Produits alimentaires.Tech et Doc ,Lavoisier ,Paris .40-55p.
- Jolliffe, I. (2002).** Principal composant analysis. Encyclopedia of Statistics in Behavioral Science.
- Jung, E. J., Bae, M. S., Jo, E. K., Jo, Y. H., & Lee, S. C. (2011).** Antioxidant activity of diffrent parts of eggplant. Journal of Medicinal plants Research, 5(18), 4610-4615. 9-263.

### L

- Lamoureux, M., Jean, J., & Fliss, I. (2002).** Microbiologies du lait, in : Lapointe-Vignola, C. (Ed.), Science et technologie du lait : transformation du lait, Presses inter polytechnique, pp.75-97.

## Références bibliographiques

---

**Lapointe-Vignola, C. (2002).** Science et technologie du lait: transformation du lait. Presses inter Polytechnique.

**Larpent, J.P. (1997).** Microbiologie alimentaire. Ed. Paris : Lavoisiers. 1073p.

**Lefebvre, A., & Bassereau, J. F. (2003).** L'analyse sensorielle, une méthode de mesure au service des acteurs de la conception: ses avantages, ses limites, ses voies d'amélioration. Application aux emballages, 10, 3-11.

**Li, P. (2012).** Potato physiology. (Ed.). Elsevier.

**Lupien, J. R. (1998).** Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine. Collection FAO. Alimentation et Nutrition 28. ISBN 92-5-20534-6.

### M

**McSweeney, P. L. H., Ottogalli, G., & Fox, P. F. (2004).** Diversity of cheese varieties: an overview. Cheese: chemistry, physics and microbiology, 2, 1-23.

**Michahelles, E. (1974).** Überneue Wirkstoffeaus Knoblauch (*Allium sativum* L.) undKüchenzwiebel (*Allium cepa* L.).

**Mochizuki, E., Yamamoto, T., Suzuki, S., & Nakazawa, H. (1996).** Electrophoretic identification of garlic and garlic products. Journal of AOAC International 79, 1466-1470.

**Molyneux, P. (2004).** The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. Songklanakarin Journal Science Technology, 26(2), 211-219.

**Mukherjee KA, Adhikari H, & Rai KS. (2008).** Production of alkaline protease by a thermophilic *Bacillus subtilis* under solid-state fermentation (SSF) condition using Imperata.

### N

**Nagavani, V., Madhavi, Y., Rao, D. B., Rao, P. K., & Rao, T. R. (2010).** Free radical scavenging activity and qualitative analysis of polyphenols by RP-HPLC in the flowers of *Couroupitagua nensis*Abul. Electronic Journal of Environmental, Agricultural & Food Chemistry, 9(9).

### O

**Orr PH, Toma RB, Munson ST, & D'Appolonia B. (1982).** Sensory evaluation of breads containing various levels of potato peel. American Potato Journal. 59(12):605-612.

### P

- Pandurangan, V., Amanulla, S. S. D., & Ramanathan, K. (2016).** Anticancer efficacy of dry and fresh *Allium ascalonicum* (shallot) against HepG2 cell line. *Natl J Physiol Pharm Pharmacol*, 6(3), 196-199.
- Prior, R.L., Wang, X., Schaich, K. (2005).** Standardized Methods for the Determination of Antioxidant Capacity and Phenolics in Foods and Dietary Supplements. *Journal Agriculture and Food Chemistry*. 53: 4290-4302.
- Pudzianowska, M., Gajewski, M., Przybyl, J. L., Buraczynska, A., Gaczkowska, O., Matuszczak, M., & Dziechciarska, M. (2012).** Influence of storage conditions on flavonoids content and antioxidant activity of selected shallot (*Allium cepa* var. *ascalonicum* Backer) hybrid cultivars. *Vegetable Crops Research Bulletin*, 77, 101.
- Putri, F., Aziz, S. A., Andarwulan, N., Melati, M., & Suwanto, S. (2021).** Leaf Pigment, Phenolic Content, and Production of Green Shallot of Five Different Shallot Varieties. *PLANTA TROPIKA: Jurnal Agrosains (Journal of Agro Science)*, 9(1), 48-57.

### R

- Ribarova, F., & Atanassova, M. (2005).** Total phenolics and flavonoids in Bulgarian fruits and vegetables. *Journal of the university of chemical technology and metallurgy*, 40(3), 255-260.
- Rodriguez DSD, Hadley M, & Wolf-Hall C. (1998).** Potato peel extract a non mutagenic antioxidant with potential antimicrobial activity. *Journal of Science Food*. 63(5):907-910.
- Rousselle, P., Robert, Y., & Crosnier, J. C. (1996).** La pomme de terre: production, amélioration, ennemis et maladies, utilisations. Editions Quae.
- Rubat du Merac, M.L., 1949.** Recherches sur la métabolisme glucidique du genre *Allium* et en particulier d'*Allium ursinum* L. Paris: These Fac. Sci. Univ. Acc. to Ekberg (Bot. Not. 125 (1972) 87-92) he has described anatomy of *A. ursinum*. *Alliaceae\*\**(PMBD, 185103268).
- Ruch, R.J., Cheng, S.-j., Klaunig, J.E., 1989.** Prevention of cytotoxicity and inhibition of intercellular communication by antioxidant catechins isolated from Chinese green tea. *Carcinogenesis* 10, 1003-1008.

### S

- Saadoudi, M., 2019.** Caractérisation biochimique, conservation et essai.
- Samaranayake, M., Wickramasinghe, S., Angunawela, P., Jayasekera, S., Iwai, S., Fukushima, S., 2000.** Inhibition of chemically induced liver carcinogenesis in Wistar rats by garlic (*Allium sativum*). *Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to*

Pharmacological and Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives 14, 564-567.

**Sindic, M., Gérard, A., Massart, S., Daube, G., &Vandenbol, M. (2019).** Caractérisation physico-chimique et microbiologique des fromages fermiers.

### T

**Tabuti, J.R., Dhillion,S.S., & Lye, K,A. (2003).** « Ethnoveterinary medicines for cattle (Bosindicus) in Bulamogi, Uganda : plant species and mode of use ». Journal of Ethnopharmacology,88(2),279-286.

**Torri, L., Piochi, M., Marchiani, R., Zeppa, G., Dinnella, C., &Monteleone, E. (2016).** A sensory-and consumer-basedapproach to optimize cheese enrichment with grape skin powders. Journal of Dairy Science, 99(1), 194-204.

### W

**Walther, B., Schmid, A., Sieber, R., & Wehrmüller, K. (2008).**Cheese in nutrition and health. Dairy Science and Technology, 88(4-5), 389-405.

**Wang, L., Boussetta, N., Lebovka, N., &Vorobiev, E. (2018).** Effects of ultrasound treatment and concentration of ethanol on selectivity of phenolic extraction from apple pomace. International journal of food science &Technology, 53(9), 2104-2109.

**Wang, H., Zhao, M., Yang, B., Jiang, Y., & Rao, G. (2008).** Identification of polyphenols in tobacco leaf and their antioxidant and antimicrobial activities. Food Chemistry, 107(4), 1399-1406.

**Wang, M. R., Zhang, Z., Zámečník, J., Bilavčík, A., Blystad, D. R., Haugslie, S., & Wang, Q. C. (2020).** Droplet-vitrification for shoot tip cryopreservation of shallot (*Allium cepa* var. *aggregatum*): effects of PVS3 and PVS2 on shoot regrowth. Plant Cell, Tissue and Organ Culture (PCTOC), 140(1), 185-195.

**Wijngaard, H. H., Ballay, M., &Brunton, N. (2012).** The optimisation of extraction of antioxidants from potato peel by pressurised liquids. Food Chemistry, 133(4), 1123-1130.

**Wu, T., Yan, J., Liu, R., Marcone, M. F., Aisa, H. A., &Tsao, R. (2012).** Optimization of microwave-assisted extraction of phenolics from potato and its downs tream waste using orthogonal array design. Food Chemistry, 133(4), 1292-1298.

### Z

**Zhao S., Zhao X., Su H., Liu X., & Suo X. (2010).** Development of MTT assay for the detection of peripheral blood T cell proliferation of swine. China Animal Husbandry and Veterinary Medicine. 37(12): 35-38.

**Zidoune, M. N. (2017).** Fabrication et caractérisation d'un fromage traditionnel algérien «Bouhezza». Thèse doctorat : Sciences Alimentaires. Constantine : Université Constantine 1,160p.

# **Annexes**

## Annexes

### Annexe I : Etudes préliminaires

**Tableau I :** Effet de la concentration en éthanol sur l'extraction des polyphénols totaux des feuilles des échalotes et épluchures de pomme de terre.

	20%	40%	60%	80%	100%
<b>Feuille des échalotes</b>	0,474	0,490	0,573	0,312	0,061
	0,523	0,741	0,589	0,346	0,006
<b>Epluchures de pomme de terre</b>	0,165	0,187	0,183	0,144	0,095
	0,210	0,210	0,182	0,142	0,073

**Tableau II :** Effet de temps sur l'extraction des polyphénols totaux des feuilles des échalotes et épluchures de pomme de terre.

	10min	20min	30min	40min	50min	60min
<b>Feuille des échalotes</b>	0,119	0,128	0,071	0,028	0,021	0,140
	0,180	0,144	0,091	0,093	0,022	0,151
<b>Epluchures de pomme de terre</b>	0,970	0,795	0,817	0,740	0,745	0,731
	0,852	0,771	0,806	0,742	0,732	0,738

**Tableau III :** Effet de température sur l'extraction des polyphénols totaux des feuilles des échalotes et épluchures de pomme de terre.

	30 °C	40°C	50°C	60°C	70°C
<b>Feuille des échalotes</b>	0,955	0,195	0,253	0,153	0,131
	1,009	0,115	0,223	0,143	0,114
<b>Épluchures de pomme de terre</b>	0,360	0,293	0,277	0,294	0,402
	0,358	0,262	0,242	0,307	0,410

## Annexes

### Annexe II : Courbes d'étalonnage de dosage des poly phénols totaux et flavonoïdes.

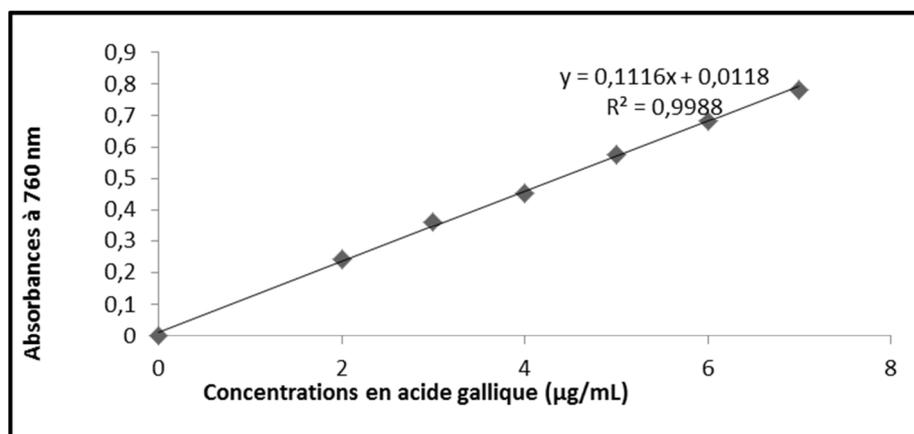


Figure 1 : Courbe d'étalonnage du dosage des polyphénols totaux.

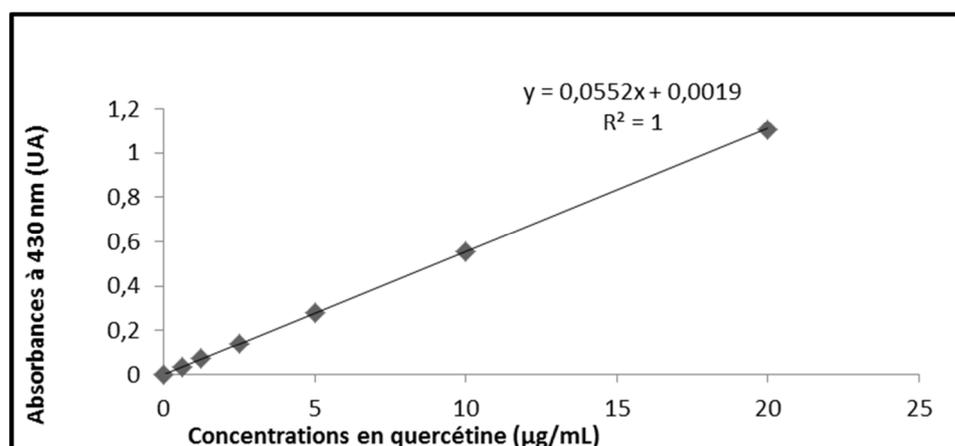


Figure 2 : Courbe d'étalonnage du dosage des flavonoïdes.

Tableau I : Résultats obtenus du dosage des flavonoïdes.

		Absorbance à 430 nm	Concentration en mg EAG/g MS	Moyenne	Ecart type
Feuille des échalotes	Essai 1	0,745	13,54	13,995	0,64346717
	Essai 2	0,795	14,45		
Épluchures de pomme de terre	Essai 1	0,429	7,8	7,525	0,38890873
	Essai 2	0,399	7,25		

## Annexes

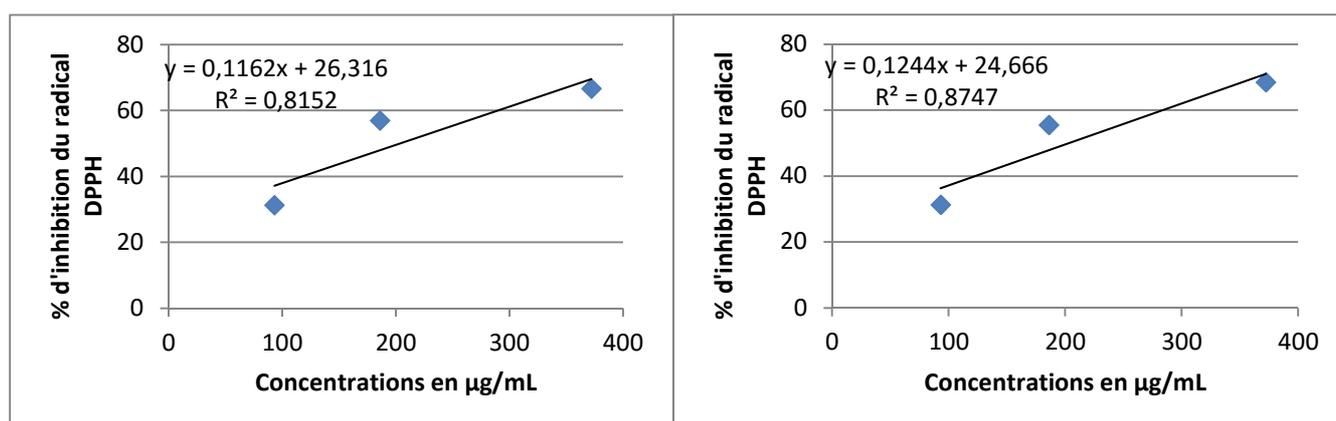
### Annexe III : Résultats des activités antioxydantes

#### 1. Test au DPPH

**Tableau I :** Résultats de test DPPH des feuilles d'échalote.

Volume (ml)	Absorbance		% d'inhibition	Concentration (µg/mL)
<b>0 (blanc)</b>	0,760			
<b>0,1</b>	<b>Essai 1</b>	0,523	31,18	93,02
	<b>Essai 2</b>	0,523	31,18	
<b>0,2</b>	<b>Essai 1</b>	0,328	56,84	186,04
	<b>Essai 2</b>	0,339	55,39	
<b>0,4</b>	<b>Essai 1</b>	0,254	66,57	372,09
	<b>Essai 2</b>	0,240	68,42	

**Figure 1 :** Courbe de détermination des IC<sub>50</sub> du test au DPPH des feuilles d'échalote.

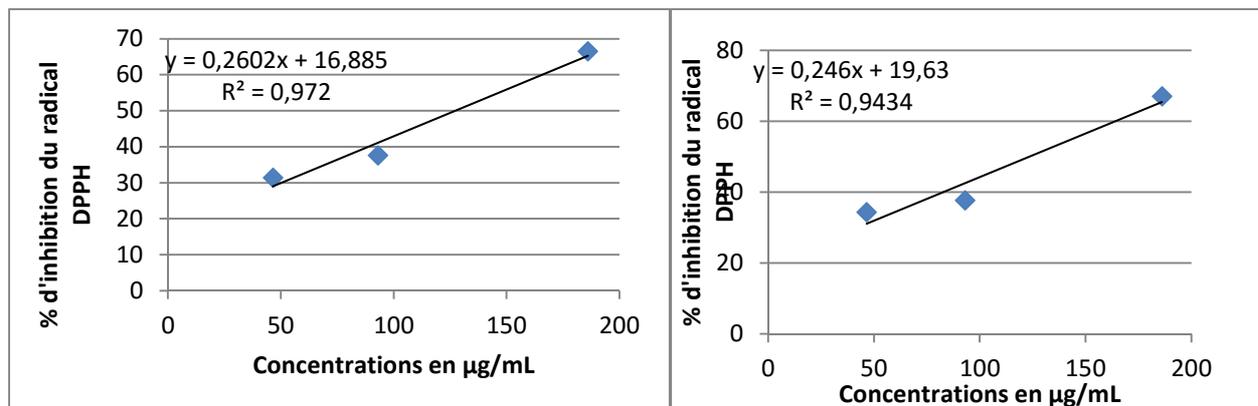


**Tableau II :** Résultats de au DPPH des épiluchures de pomme de terre.

Volume (ml)	Absorbance		% d'inhibition	Concentration (µg/mL)
<b>0( blanc)</b>	0,746			
<b>0,05</b>	<b>Essai 1</b>	0,512	31,36	46,51
	<b>Essai 2</b>	0,489	34,31	
<b>0,1</b>	<b>Essai 1</b>	0,466	37,53	93,02
	<b>Essai 2</b>	0,465	37,66	
<b>0,2</b>	<b>Essai 1</b>	0,250	66,48	186,04
	<b>Essai 2</b>	0,260	67,02	

## Annexes

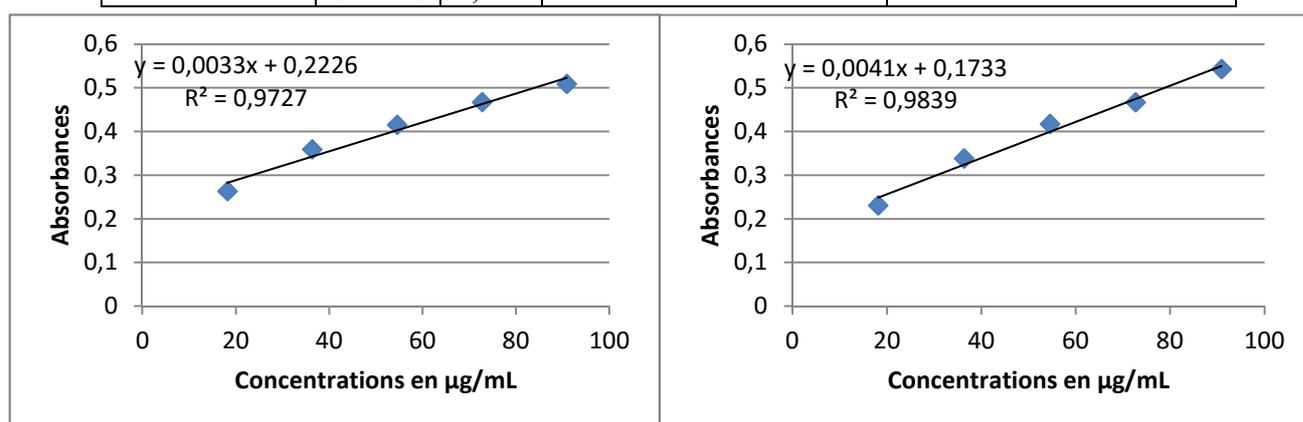
**Figure 2 :** Courbe de détermination des IC<sub>50</sub> du test au DPPH des épiluchures de pomme de terre.



## 2. Test au phosphomolybdate

**Tableau I :** Résultats de test au phosphomolybdate des feuilles d'échalotes.

Volume (mL)	Absorbance		Concentration de la Dilution (mg/mL)	Concentration (µg/mL)
	Essai 1	Essai 2		
0,05	Essai 1	0,986	1	90,9
	Essai 2	0,967		
0,04	Essai 1	0,816	0,8	72,72
	Essai 2	0,874		
0,03	Essai 1	0,688	0,6	54,54
	Essai 2	0,761		
0,02	Essai 1	0,316	0,4	36,36
	Essai 2	0,484		
0,01	Essai 1	0,247	0,2	18,18
	Essai 2	0,183		

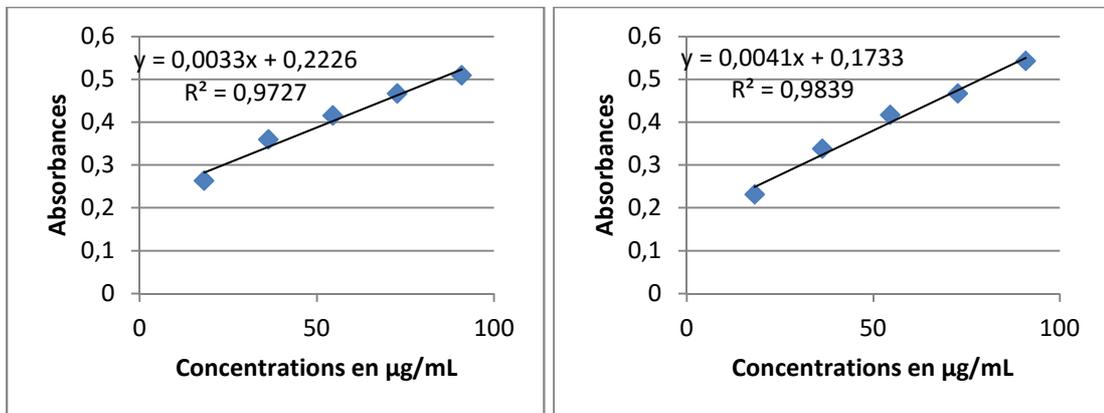


**Figure 1 :** Courbe de détermination des IC<sub>50</sub> de test au phosphomolybdate des feuilles d'échalote.

## Annexes

**Tableau II :** Résultats de test au phosphomolybdate des épluchures de pomme de terre.

Volume (mL)	Absorbance		Concentration de la Dilution (mg/mL)	Concentration (µg/mL)
	Essai 1	Essai 2		
0,05	Essai 1	0,509	1	90,9
	Essai 2	0,543		
0,04	Essai 1	0,403	0,8	72,72
	Essai 2	0,467		
0,03	Essai 1	0,415	0,6	54,54
	Essai 2	0,417		
0,02	Essai 1	0,359	0,4	36,36
	Essai 2	0,338		
0,01	Essai 1	0,263	0,2	18,18
	Essai 2	0,231		



**Figure 2 :** Courbe de détermination des  $IC_{50}$  de test au phosphomolybdate des épluchures de pomme de terre.

### 3. Test de chélation de fer

Tableau I : Résultats de test de chélation de fer des feuilles d'échalotes.

Volume (mL)	Absorbance		% d'inhibition	Concentration de la dilution (mg/ml)	Concentration (µg/mL)
0(blanc)	1,064				
0,1	Essai 1	0,632	40,60	0,25	10,86
	Essai 2	0,605	43,13		
0,2	Essai 1	0,504	52,63	0,5	43,47
	Essai 2	0,416	60,9		
0,3	Essai 1	0,347	67,38	0,75	97,82
	Essai 2	0,440	58,64		

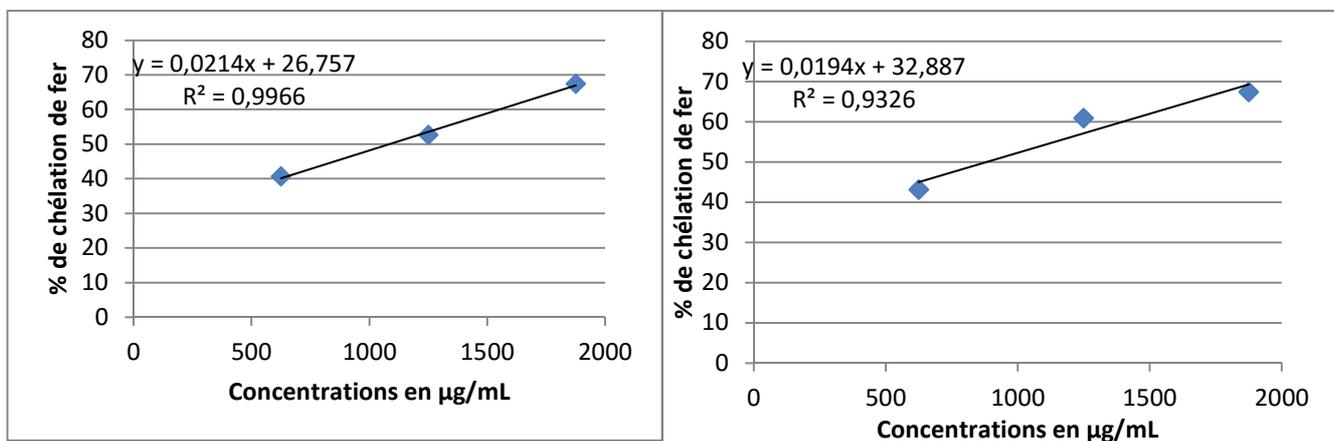
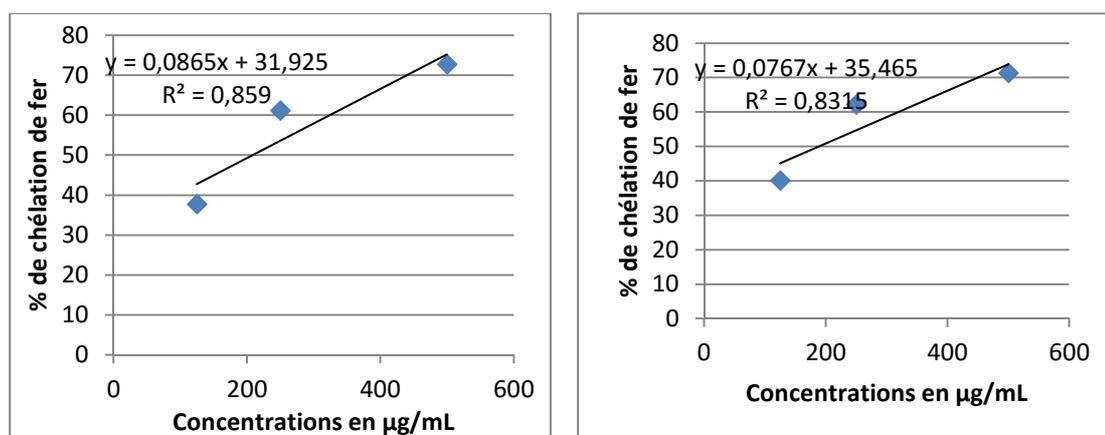


Figure 1 : Courbe de détermination des IC<sub>50</sub> de test de chélation de fer des feuilles d'échalote.

## Annexes

**Tableau II :** Résultats chélation de fer des épluchures de pomme de terre.

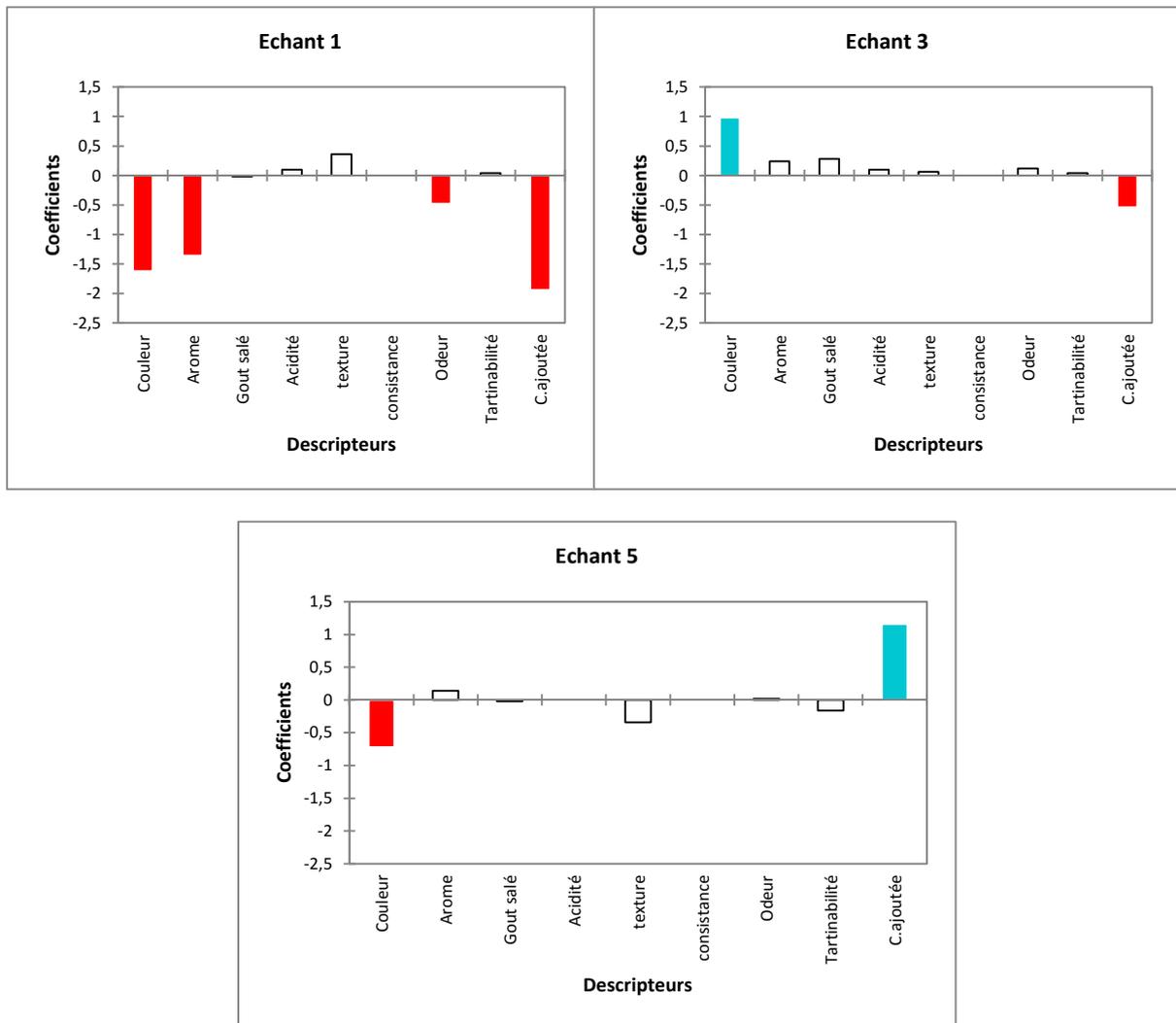
Volume (mL)	Absorbance	% d'inhibition		Concentration de la dilution (mg/mL)		Concentration (µg/mL)	
0(blanc)	1.064						
0,05		Essai 1	0,627	40,07	0,05	1,08	
		Essai 2	0,663	37,68			
0,1		Essai 1	0,403	62,12	0,1	4,34	
		Essai 2	0,410	61,14			
0,2		Essai 1	0,305	71,33	0,2	17,39	
		Essai 2	0,291	72,65			



**Figure 2 :** Courbe de détermination des  $IC_{50}$  de test de chélation de fer des épluchures de pomme de terre.

# Annexes

**Annexe IV : Résultats du test de coefficient des modèles des échantillons 1, 3 et 5.**



**Figure 1 :** Histogramme montre les coefficients des modèles des échantillons des fromages 1, 3 et 5.

## **Résumé**

Cette étude est menée dans le but d'enrichir un fromage frais avec les sous-produits alimentaires qui sont les feuilles des échalotes et les épluchures de la pomme de terre. Au préalable, une optimisation des conditions d'extraction des polyphénols totaux (PPT) aux ultrasons est réalisée. Ensuite, les teneurs en PPT, en flavonoïdes et l'activité antioxydante ont été évaluées pour les extraits obtenus en adoptant les paramètres optimaux. D'autre part, nous avons effectué quelques analyses physico-chimiques, microbiologiques et sensorielles du fromage élaboré. La valeur maximale en PPT de 70,44 mg EAG/g MS des feuilles d'échalotes est atteinte avec l'éthanol 40% (v/v), un temps d'extraction de 90 min et une température de 10 °C. Tandis que, le contenu en PPT maximal des épluchures de la pomme de terre de  $45,03 \pm 4,16$  mg EAG/g MS est obtenu en utilisant un mélange éthanol/ eau (40%, v/v), un temps de 30 min et une température de 60 °C et les teneurs en flavonoïdes sont de 13,99 et 7,52 EQ/g MS, respectivement. A partir des tests antioxydants nous avons déduit que les épluchures de la pomme de terre présentes un pouvoir antioxydant plus élevé avec des  $IC_{50}$  de  $125,42 \pm 2,78$  µg/mL pour le DPPH, de  $87,21 \pm 7,72$  µg/mL pour le phosphomolybdate et de  $200,77 \pm 13,38$  µg/mL pour le chélation de fer, comparativement avec les résultats obtenus pour les feuilles d'échalotes qui sont de  $204,29 \pm 0,09$ ,  $45,85 \pm 3,46$  et  $1004,10 \pm 145,73$  µg/mL, respectivement. Les résultats des analyses physico-chimique ont montré que le fromage formulé est conforme. Les analyses microbiologiques montrent que la qualité hygiénique du fromage élaboré est satisfaisante. D'après les analyses sensorielles, les experts ont apprécié le fromage frais enrichi avec la poudre et les morceaux des feuilles des échalotes.

**Mots clés :** feuilles des échalotes ; épluchures de pomme de terre ; optimisation d'extraction, composés phénoliques ; activité antioxydante ; fromage frais .

## **Abstract**

This study was carried out with the aim of enriching a fresh cheese with the food by-products which are the leaves of shallots and the peels of potatoes. Firstly, the conditions for extracting the total polyphenols (TPP) using ultrasound are optimized. Then, the contents of PPT, flavonoids and antioxidant activity were evaluated for the extracts obtained by adopting the optimal parameters. On the other hand, we have carried out some physico-chemical, microbiological and sensory analyzes of the cheese produced. The maximum PPT value of 70.44 mg GAE / g DM of shallot leaves was reached with 40% (v/v) ethanol, an extraction time of 90 min and a temperature of 10 °C. While, the maximum TPP content of potato peels of  $45.03 \pm 4.16$  mg GAE/g DM was obtained using an ethanol / water mixture (40%, v/v), a time of 30 min and a temperature of 60 °C and the flavonoid contents were 13.99 and 7.52 QE/g DM, respectively. From the antioxidant tests we deduced that the potato peels present a higher antioxidant power with  $IC_{50}$ s of  $125.42 \pm 2.78$  µg/mL for DPPH, of  $87.21 \pm 7.72$  µg/mL for phosphomolybdate and  $200.77 \pm 13.38$  µg/mL for iron chelation, compared with the results obtained for shallot leaves which were  $204.29 \pm 0.09$ ,  $45.85 \pm 3,46$  and  $1004.10 \pm 145.73$  µg/mL, respectively. The results of the physico-chemical analyzes have shown that the formulated cheese was compliant to standards. Microbiological analyzes show that the hygienic quality of the cheese produced was satisfactory. According to the sensory analyzes, the experts liked the cheese enriched with the powder and pieces of the leaves of the shallots.

**Keywords :** shallots leaves ; potato peels ; phenolic compounds ; optimisation of extraction ; antioxidant activity ; fresh cheese