



République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université Abderrahmane Mira Bejaïa  
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires

Réf : .....

En vue de l'obtention du diplôme MASTER en production et  
transformation laitière.

*Thème*

*Valorisation d'un déchet industriel de la moutarde :  
extraction des composés phénoliques par ultrasons et  
incorporation dans un fromage frais*

Présenté par :

Mlle. Azril Rachida & Mlle. Saadi Nour El Houda

Soutenu le : 10/09/2023

Devant le jury composé de :

OUCHEMOUKH Nadia	Professeur	Présidente
MEKHOUKHE Aida	MCA	Examinatrice
GUEMGHAR Hayate	Professeur	Promotrice
ACHRAR Salima	Doctorante	Invitée

Année universitaire : 2022/2023

# Remerciements

**En tout premier lieu, on remercie le bon dieu, tout puissant, de nous avoir données le courage, la patience, la volonté et la force nécessaire pour survivre, ainsi que l'audace pour dépasser toutes les difficultés et les obstacles qui sont hissés au travers de notre chemin d'étude.**

**Nos vifs remerciements et profonde gratitude s'adressent à notre encadreur Madame Haddadi Hayate qui a accepté de nous encadrer, nous la remercions infiniment pour sa grande patience, ses encouragements, son aide et ses conseils judicieux, durant la réalisation de ce travail.**

**Nos vifs remerciements s'adressent à Madame Ouchemoukh Nadia d'avoir accepté de présider le jury de notre travail.**

**Nous tenons à remercier également Madame Mekhoukh Aida d'avoir accepté d'examiner notre mémoire de fin d'étude.**

**Nous tenons à remercier particulièrement notre co-promotrice la doctorante Achrar Salima qui nous a aidés durant la réalisation de ce travail, merci de nous avoir accompagnés et guidés et au niveau de laboratoire tout au long de nos travaux pratiques et aussi pour ses précieux conseils et son suivi qu'elle nous a prodigués.**

**Nous remercions vivement les techniciens de laboratoire d'analyse instrumentale, et aussi Mademoiselle Mekhoukh Aida pour son aide, Mademoiselle Touati Naima pour ses conseils, et toutes les personnes qui ont participé au succès de notre stage.**



*A.Rachida & S.Nour El Houda -*

# Dédicace

*Tout d'abord je tiens à remercier Allah et le tout puissant de m'avoir donné le courage et patience pour mener à terme de pouvoir réaliser ce mémoire.*

*A mes chers parents mon père et ma mère qui m'ont beaucoup encouragé.*

*A mes chers frères et à leurs femmes.*

*A mes chères sœurs et à leurs maris.*

*A mon grand-père et ma grand-mère.*

*A tous les membres de la famille.*

*A toutes mes chères amies.*

*A ma chère binôme et sa famille.*

*A tous mes collègues.*

*Avec toute mon affection et mon amour.*

*Je leur dédie ce modeste travail.*



*- A. Rachida -*

# Dédicace

**Avec tous mes sentiments de respect, avec l'expérience de ma reconnaissance, je dédie ma remise de diplôme et ma joie**

**A celui qui m'a fait une femme, ma source de vie, d'amour et d'affection, à mon support qu'était toujours à mes côtés pour me soutenir et m'encourager, à mon ange papa « El Samid »**

**A mon paradis, à la prunelle de mes yeux, à la source de ma joie et mon bonheur qui ma donner beaucoup d'espoir qui a allumer mon chemin, ma moitié maman « Houria »**

**A mes frères « Nacer » « Mourad » et « Vaakoub » pour leurs amour qu'ils me réservent.**

**A mes adorables sœurs « Sabrina » et « Fatiha » qui me donnent beaucoup d'amour qui m'ont soutenu, qui n'ont pas cessées de me conseiller et m'encourager tout au long de mes études**

**A mes beaux-frères Achour et Salim.**

**A ma belle-sœur Sabrina.**

**A mes petits-enfants « Ayoub » « Ilyes » « Jyed » « Cerine »  
« Eline » « Amine » « Macélin » et « Mira ».**

**A ma binôme « Rachida » pour sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet.**

**A tous mes collègues de promotion M2 17 L.**

**- S. Nour El Souda -**

# *Table de matière*

## Table de matière

---

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

**Introduction Générale..... 1**

### Partie théorique

#### **I. Fromage frais**

I.1. Généralité sur le fromage frais ..... 4

I.2. Définition du fromage frais ..... 4

I.3. Caractéristiques du fromage frais..... 5

I.4. Valeur nutritionnelle ..... 6

I.5. Technologie fromagère ..... 6

I.5.1. Préparation du lait ..... 6

I.5.2. Coagulation ..... 6

I.5.2.1. Coagulation par acidification ..... 7

I.5.2.2. Coagulation par action de la présure ..... 7

I.5.2.3. Coagulation mixte ..... 7

I.5.3. Egouttage..... 8

I.5.4. Salage et moulage..... 8

#### **II. Graines de moutarde**

II.1. Historique..... 10

II.2. Description de la plante ..... 10

II.3. Différentes variétés de moutarde ..... 11

II.3.1. Moutarde Jaune / Blanche (*Brassica alba L.*)..... 11

II.3.2. Moutarde Brune (*Brassica juncea L.*) ..... 11

II.3.3. Moutarde noire (*Brassica nigra L.*) ..... 12

II.4. Compositions des graines de moutarde..... 12

II.4.1. Nutriments généraux ..... 12

II.4.2. Glucosinolates..... 14

II.4.3. Polyphénols..... 14

II.4.4. Protéines..... 15

II.4.5. Acides gras..... 15

II.5. Effets bénéfiques des graines de moutarde sur la santé..... 16

II.5.1. Activités antioxydantes ..... 16

## *Table de matière*

---

II.5.2. Activité antibactérienne .....	16
II.5.3. Activité anti-inflammatoire.....	16
II.5.4. Activité anticancéreuse .....	17

### **III. Extraction assistée par ultrason**

III.1. Historique .....	19
III.2. Extraction assistée par ultrasons (EAU).....	19
III.2.1. Principe.....	20
III.2.2. Applications.....	20
III.2.3. Avantages .....	21
III.2.4. Inconvénients.....	21

### **Partie pratique**

#### **IV. Matériels et méthodes**

IV.1. Matériel végétal.....	23
IV.2. Optimisation des conditions d'extraction des polyphénols.....	23
IV.2.1. Etude préliminaire .....	23
IV.2.2. Plan d'expérience .....	24
IV.3. Dosage des polyphénols totaux .....	24
IV.4. Activités antioxydantes .....	25
IV.4.1. Effet « scavenger » sur le radical DPPH .....	25
IV.4.2. Pouvoir réducteur .....	26
IV.4.3. Activité antioxydante totale .....	27
IV.5. Activité anti-inflammatoire .....	27
IV.6. Préparation du fromage frais .....	28
IV.7. Analyses physico-chimiques du fromage.....	30
IV.7.1. Mesure du pH.....	30
IV.7.2. Détermination du taux d'humidité .....	30
IV.7.3. Détermination du taux de matière grasse .....	30
IV.8. Analyses sensorielles.....	31
IV.9. Analyse statistique.....	31

**V. Résultats et discussion**

V.1. Etudes préliminaire .....	33
V.1.1. Effet de la concentration du solvant sur l'extraction .....	33
V.1.2. Effet de la température sur l'extraction .....	33
V.1.3. Effet du temps sur l'extraction .....	34
V.2. Optimisation de l'EAU des CPT du son de moutarde par plan d'expériences.....	34
V.2.1. Ajustement du modèle et significations des variables.....	36
V.2.2. Signification des variables.....	38
V.2.3. Analyse de la surface de réponse.....	38
V.4. Condition d'extractions optimales.....	40
V.5. Activités antioxydantes.....	40
V.5.1. Effet « scavenger » sur le radical DPPH .....	40
V.5.2. Pouvoir réducteur .....	41
V.5.3. Activité antioxydante totale.....	42
V.6. Activité anti-inflammatoire <i>in vitro</i> .....	43
V.7. Analyses physicochimiques du fromage .....	44
V.7.1. pH .....	45
V.7.2. Taux d'humidité .....	45
V.7.3. Matière grasse.....	45
V.8. Résultats des Analyse sensorielle .....	46
V.8.1. Pouvoir discriminant par descripteur.....	46
V.8.2. Coefficient des modèles.....	47
V.8.3. Moyennes ajustées par produits.....	50
V.8.4. Cartographie des préférences (préférence MAPPING PREFMAP) :.....	51
V.8.4.1. Analyse en composantes principales (ACP).....	52
V.8.4.2. Classification ascendante hiérarchique (CAH).....	53
V.8.5. Synthèse de MAPPING des préférences .....	54
V.8.6. Courbe de niveau et carte de préférence.....	55
<b>Conclusion Générale .....</b>	<b>57</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>59</b>
<b>Références numériques .....</b>	<b>66</b>
<b>Annexes</b>	

## *Liste des abréviations*

---

### **Liste des abréviations**

**AdjR<sup>2</sup>** : Coefficient de détermination ajusté

**ANOVA** : Analysis of variance

**ACP** : Analyse en composante principale

**BSA** : Sérum d'albumine bovin

**CAH** : Classification ascendante hiérarchique

**CLA** : Acide Linoléique Conjugué

**CPT** : Composés phénolique totaux

**CV** : Coefficient de variation

**DPPH** : 2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyle

**EAG** : Equivalent de l'acide gallique

**EAU** : Extrait assisté par ultrason

**L.** : Linné

**Mo** : Molybdate

**nm**: nanomètre

**pH** : potentiel d'hydrogène

**Pred. R<sup>2</sup>** : coefficient de détermination de prédiction

**R<sup>2</sup>** : coefficient de détermination

**Tr/ min**: Tours par minute

**Trolox** : acide 3,4-dihydro-6-hydroxyl-2,5,2,8-tétraméthyl-2H-1-benzopyran-2-carboxylique

**UV**: Ultra violet

**Liste des tableaux**

<b>Tableau I :</b> La composition chimiques de moutarde (100g de graines) .....	13
<b>Tableau II :</b> Variables indépendantes et niveaux de facteurs affectant l'extraction assistée par ultrasons.....	25
<b>Tableau III :</b> Effet de la concentration de l'éthanol sur l'extraction des composés phénoliques.....	34
<b>Tableau IV :</b> Effet de la température sur l'extraction des composés phénoliques.....	35
<b>Tableau V :</b> Effet de temps sur l'extraction des composés phénoliques totaux.....	35
<b>Tableau VI:</b> Plan expérimental de l'optimisation d'extraction des CPT assistée par ultrason (exprimé en mg d'équivalent d'acide gallique/100g de poudre sèche) à partir de son des graines de moutarde brune.....	36
<b>Tableau VII :</b> ANOVA pour l'effet de la concentration d'éthanol, de la température et de temps d'extraction sur le rendement en CPT.....	37
<b>Tableau VIII :</b> Paramètre descriptifs de l'ajustement du modèle.....	38
<b>Tableau IX :</b> Résultats des analyses physicochimiques de fromage frais.....	45
<b>Tableau X:</b> Evaluation du plan d'expérience .....	47
<b>Tableau X1 :</b> Moyennes ajustées par fromage .....	52
<b>Tableau XII:</b> Objet classés par ordre croissant de préférence .....	55
<b>Tableau XIII:</b> Pourcentage de juges satisfait pour chaque objet .....	56

**Liste des figures**

<b>Figure 1</b> : Schéma montrant les caractéristiques du fromage frais.....	5
<b>Figure 2</b> : Photographies représentant respectivement, [A] les feuilles, [B] la fleur de moutarde, [C] les graines de moutarde.....	11
<b>Figure 3</b> : La structure de glucosinolate : sinigrine (R1) et sinalbine (R2). .....	13
<b>Figure 4</b> : Génération des bulles de cavitation par l'action des ultrasons .....	20
<b>Figure 5</b> : son de moutarde ( Brassica juncea).....	
<b>Figure 6</b> : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH• et un antioxydant (AH) .....	25
<b>Figure 7</b> : Diagramme de fabrication de fromage frais .....	29
<b>Figure 8</b> : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prédites. ....	37
<b>Figure 9</b> : Surface de réponse pour l'interaction concentration en éthanol/température... ..	38
<b>Figure 10</b> : Surface de réponse pour l'interaction concentration en éthanol/temps d'extraction sur la teneur en CPT. ....	39
<b>Figure 11</b> : Surface de réponse pour l'interaction température d'extraction/ temps d'extraction sur la teneur en CPT. ....	39
<b>Figure 12</b> : Profil pour les valeurs prédites et la fonction de désirabilité.....	40
<b>Figure 13</b> : Pourcentage de pouvoir scavenger du radical DPPH de l'extrait éthanolique de son des graines de moutarde brune comparé avec le trolox .....	41
<b>Figure 14</b> : Pourcentage de pouvoir réducteur de l'extrait éthanolique de son des graines de moutarde brune comparé avec le trolox .....	42
<b>Figure 15</b> : Activité antioxydant totale de l'extrait éthanolique du son des graines de moutarde brune.....	43
<b>Figure 16</b> : Pourcentage d'inhibition de la dénaturation protéique par l'extrait éthanolique de son des graines de moutarde brune comparé avec l'indométacine. ....	44
<b>Figure 17</b> : Pouvoir discriminant par descripteur .....	47
<b>Figure 18</b> : Coefficients des modèles des quatre échantillons du fromage frais .....	49
<b>Figure 19</b> : Corrélation entre les variables et les facteurs .....	52
<b>Figure 20</b> : Profil des classes .....	53
<b>Figure 21</b> : Courbe de niveau et carte de préférence. ....	20

# *Introducción General*

### **Introduction**

L'expansion des industries de transformation des fruits et légumes se sont multipliées, de même que les pertes sous forme de déchets et sous-produits. Ces résidus de transformation, ne sont pas largement consommés mais ils contiennent des composés bioactifs précieux notamment des composés phytochimiques et des métabolites secondaires, qui sont utilisés pour le développement d'aliments fonctionnels ou enrichis (**Kumar, 2021**).

La moutarde est un membre de la famille des Brassicacées, également connue sous le nom de crucifères ou de famille des choux. Les graines de moutarde sont une source précieuse de nombreux composés bioactifs, tels que les acides gras polyinsaturés, les antioxydants (caroténoïdes, composés phénoliques, tocophérols) et les glucosinolates. La moutarde est connue pour ses saveurs et ses odeurs fortes, allant du sucré à l'herbe en passant par le piquant ou l'épicé. Son goût caractéristique permet son utilisation comme épices ou pour la fabrication des condiments et des médicaments (**McGuire., 2016 ; Grygier., 2022**).

La fabrication de la moutarde entraîne la production d'une quantité importante de sous-produit constitué d'enveloppes de graines appelées son de moutarde dont l'élimination coûteuse est nécessaire pour préserver l'environnement (**Reungoat et al., 2021**).

Les composés phénoliques de nature végétale ont fait l'objet d'une attention considérable en raison de leurs activités biologiques et leurs effets bénéfiques sur la santé au cours des dernières années. Les composés phénoliques constituent un vaste groupe de métabolites secondaires végétaux qui jouent un rôle d'antioxydants, de défense ou de signalisation. L'acide sinapique et ses dérivés sont les composés phénoliques prédominants dans les espèces de Brassicacées. Divers avantages pour la santé, tels que des activités antioxydantes, antimicrobiennes, anticancéreuses et anti-inflammatoires sont attribuées aux acides sinapiques (**Fahmi., 2016**).

L'extraction assistée par ultrasons (EAU) permet d'extraire les composés bioactifs des plantes, à l'aide des ondes sonores de haute intensité en perturbant le tissu végétal ce qui permet une libération des composants extractibles dans le solvant. Tout en préservant la qualité de l'extrait et en réduisant le temps et l'énergie nécessaires (**Fahmi., 2016 ; Kumar., 2021**).

## *Introduction Générale*

---

Le présent travail a pour objectif la valorisation du son de moutarde qui constitue un déchet industriel, afin d'apporter une valeur ajoutée à l'industrie agroalimentaire et élaborer un produit alimentaire à base de ressources bio et naturels.

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

Un autre type de fromage est le fromage frais enrichi en herbes, épices et autres plantes qui sont ajoutées au fromage pour améliorer sa saveur, sa couleur et son apparence, ainsi que son attrait. De plus, ces herbes et épices sont une source de composés qui favorisent la santé et le bien-être des consommateurs **(Hayaloglu et FarKye., 2011)**.

Le travail porte, en premier lieu, sur l'extraction des composés phénoliques du son de moutarde avec évaluation de l'activité antioxydante et anti-inflammatoire des extraits et en deuxième lieu sur l'incorporation du son de moutarde dans un fromage frais. Des analyses physico chimiques et sensorielles ont été réalisées afin de répondre à une problématique d'importance majeure : Est-il est possible d'incorporer le son de moutarde dans un fromage frais et quelle serait la valeur ajoutée du produit obtenu ?

*Partie théorique*

*I- Fromage frais*

### **I.1. Généralité sur le fromage frais**

Le fromage est l'un des dérivés du lait qui a toujours été une valeur sûre de l'alimentation humaine. C'est le résultat d'une transformation de lait très ancienne puisque des écrits témoignent de sa fabrication quelques trois mille ans avant notre ère en basse Mésopotamie. Source précieuse de protéines, le fromage a été l'un des premiers moyens de conservation du lait (**Boutonnier., 2000**).

Les fromages dont les qualités nutritionnelles et organoleptiques sont appréciées par l'homme dans presque toutes les régions du globe constituent des formes de conservation et de report ancestrales de la matière utile du lait (protéines, matière grasse ainsi qu'une partie du calcium et du phosphore) (**Jeantet et al., 2017**).

L'appellation fromage frais évoque chez le consommateur une notion de produit non affiné, d'assez courte durée de vie et conservé à basse température (**Luquet., 1990**).

### **I.2. Définition du fromage frais**

Les fromages frais résultent d'une coagulation lente du lait par acidification avec ou sans l'action combinée d'une faible quantité de présure. Les fromages frais présentent une grande diversité selon le degré d'égouttage du coagulum et la teneur en matière grasse du lait mis en œuvre (**Jeantet et al., 2017**).

### I.3. Caractéristiques du fromage frais

Les fromages frais sont facilement reconnaissable à leur blancheur, leur aspect généralement luisant et leur absence de croûte. Au-delà leurs caractéristiques communes, leur diversité est importante particulièrement en termes de texture (Harbutt, 2010).

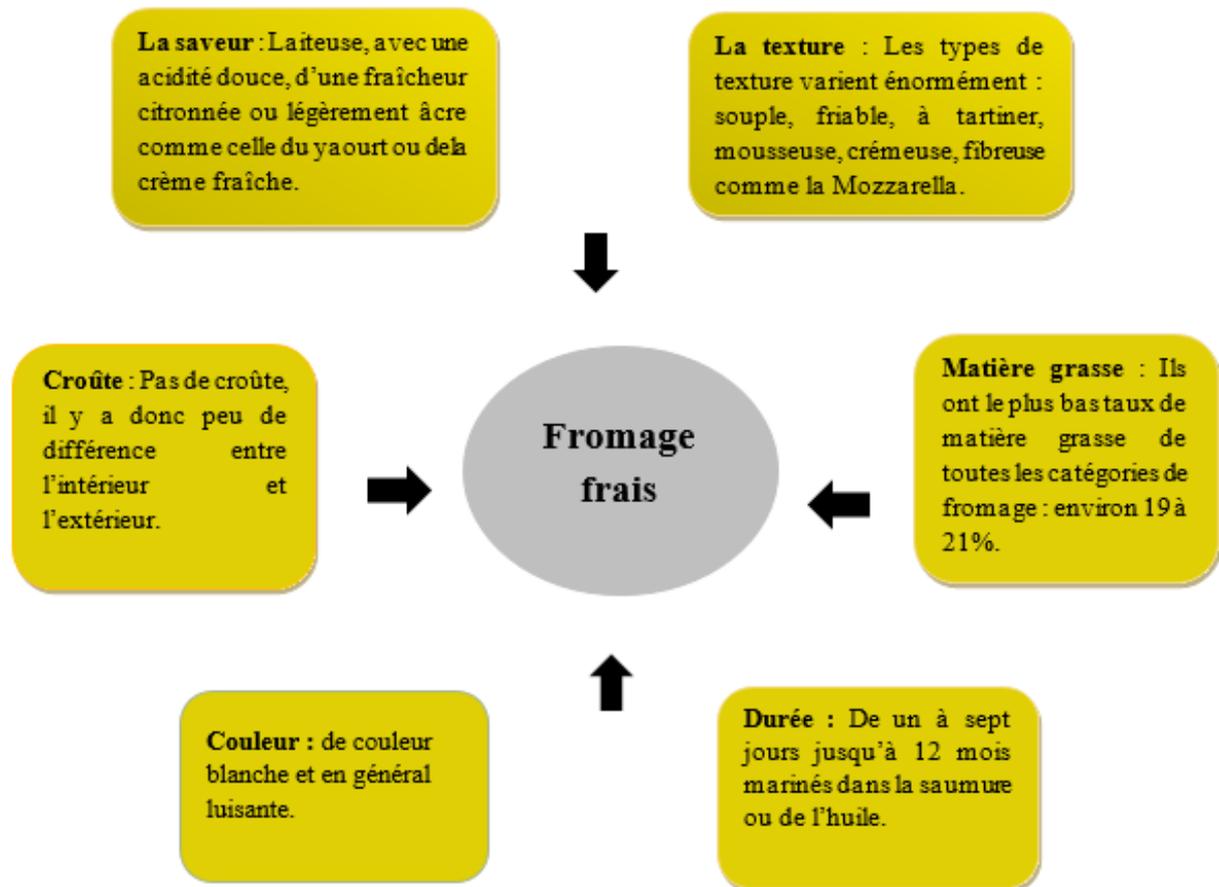


Figure 1 : Schéma montrant les caractéristiques du fromage frais (Harbutt, 2010).

#### I.4. Valeur nutritionnelle

Le fromage est l'un des produits alimentaires les plus populaires au monde, il constitue une source riche de calcium, c'est un minéral qui peut contribuer à augmenter le niveau d'énergie. L'aspect santé du fromage se concentre principalement sur le rôle joué par ce minéral spécifique, mais aussi sur le rôle spécifique joué par d'autres composants tels que les protéines, les bioactifs les peptides et CLA (Waether *et al.*, 2008).

#### I.5. Technologie fromagère

La fabrication du fromage peut être considérée comme un phénomène d'agglomération correspondant à la synérèse liée au phénomène d'écoulement, c'est un agglomérat d'éléments protéiques du lait principalement de la caséine, plus au moins modifiées qui emprisonnent les autres éléments. Ce phénomène d'agglomération est lié à l'écoulement de la phase liquide, constitué d'eau, du lait et des éléments solubles.

L'objectif de la technologie fromagère est d'assurer la conservation du lait et de différer sa consommation dans le temps (Ramet, 1993).

##### I.5.1. Préparation du lait

Idéalement le lait est amené directement de la salle de traite à la laiterie, où il est vérifié et testé afin de s'assurer de sa pureté et de sa propreté. Il peut à ce moment-là être pasteurisé, généralement à une température de 37°C pendant 15 secondes. Le lait est ensuite transféré dans une cuve et chauffé jusqu'à ce qu'il atteigne le niveau d'acidité requis en fonction du type de fromage à fabriquer (Harbutt, 2010).

##### I.5.2. Coagulation

La coagulation du lait correspond à l'ensemble des modifications physico-chimiques intervenant au niveau des micelles de caséines qui se traduit par la formation d'un gel ou plus spécifiquement un coagulum qui emprisonnant des éléments solubles du lait. Il s'agit de l'étape la plus importante pour réussir un fromage (Eck et Gillis, 2007 ; Hsieh et Pan, 2012 ; Bendimerad, 2013).

Les mécanismes proposés dans la formation du coagulum diffèrent totalement suivant que ces modifications sont induites par acidification ou par action d'enzyme coagulantes ou encore par l'action combinée des deux (Eck et Gillis, 2006).

### **1.5.2.1. Coagulation par acidification**

La coagulation acide du lait peut conduire suivant les conditions, soit à un précipité de caséines, soit à la fermentation d'un gel. Si l'acidification est rapide par addition d'un acide minéral ou organique, il y a floculation des caséines à pH 4,6 sous la forme d'un précipité plus ou moins granuleux dispersé dans le lactosérum, par contre une acidification progressive, obtenue soit par fermentation lactique, soit par hydrolyse de la gluconolactone, conduit à la formation d'un gel lisse homogène qui occupe entièrement le volume initial du lait (**Eck et Gillis, 1997**).

### **1.5.2.2. Coagulation par action de la présure**

Diverses enzymes protéolytiques ont la propriété de coaguler le lait. Elles sont soit d'origine animale (présure, pepsine), soit d'origine végétale (broméline, ficine), soit d'origine microbienne (enzymes de certaines moisissures ou de bactéries).

Les enzymes utilisées en fromagerie sont la présure, la pepsine et celles d'origine fongique. La plus ancienne et toujours très employée est la présure constituée d'un mélange de chymosine (80) et de pepsine (20); elle est sécrétée dans la caillette des jeunes ruminants nourris au lait. Outre son activité coagulante, spécifique sur la caséine, la chymosine a une activité de protéolyse générale pouvant se manifester sur toutes les protéines.

La coagulation du lait par la présure comprend deux phases : une phase enzymatique, au cours de laquelle la chymosine dégrade la caséine K de façon spécifique, et une phase de coagulation, qui correspond à la formation du gel par agrégation des micelles modifiées (**FAO, 1995**).

### **1.5.2.3. Coagulation mixte**

Elle résulte de l'action conjuguée de la présure et de l'acidification. La multitude de combinaisons conduisant à différents états d'équilibres spécifiques est à l'origine de la grande diversité des fromages (**Jeantet, 2017**).

### **I.5.3. Egouttage**

L'état de gel est physiquement instable. La phase dispersante se sépare spontanément du coagulum sous forme de lactosérum. Cette séparation s'accompagne de la séparation des différents composants originels du lait : la majeure partie de l'eau, le lactose, et une petite partie des matières grasses et des protéines sont éliminés par le sérum. La plupart des protéines et des graisses restent dans le coagulum et l'extrait sec du coagulum augmente progressivement à mesure que le sérum est éliminé. L'acidification du lait avant et après coagulation élimine les sels minéraux initialement fixés aux micelles. Le niveau de minéralisation protéique résiduelle détermine le degré de coagulation du coagulum, sa capacité à s'égoutter et l'extrait sec final du fromage (**Ramet, 1993**).

La méthode de fabrication spécifique à chaque type de fromage vise à améliorer, dans un temps défini, une acidification du caillé d'une intensité suffisante et assimilable avec les propriétés physico-chimiques recherchées dans le produit fini non affiné. Le mécanisme d'acidification est un phénomène qui nécessite la parfaite maîtrise des techniques de la fabrication fromagères passe par la connaissance, la maîtrise et l'utilisation rigoureuse des ferments lactiques (**Ramet, 1993**).

### **I.5.4. Salage et moulage**

Le salage peut être réalisé par pulvérisation et frottage à sec à la surface des fromages, par immersion dans des saumures, et pour certaines fabrications fromagères par addition dans la masse du caillé avant le moulage (**Jeantet, 2017**).

Il a un triple rôle : il complète le drainage et contribue à la formation de la croûte ; il régule l'activité de l'eau ( $A_w$ ) du fromage, favorisant, ralentissant ou orientant ainsi le développement de l'activité microbienne et enzymatique au cours de l'affinage ; il exalte le goût et masque ou améliore la saveur de certaines substances formées pendant la maturation (**FAO, 1995**).

On utilise deux procédés de salage : le salage à sec des fromages par saupoudrage à la main ou à la machine, par frottage ou par incorporation dans le caillé ; le salage en saumure généralement saturée en NaCl (318 g/litre à 20 °C). La plupart des fromages ont une teneur en sel de 1,5 à 2,5 pour cent, une fois le fromage est salé le caillé est alors placé dans des moules ou des cercles et parfois pressé avant d'être ressorti (**FAO, 1995 ; Harbutt, 2010**).

## *II- Graines de moutarde*

## **II.1. Historique**

Les graines de moutarde sont utilisées comme condiments depuis plus de 5000 ans dans des cultures anciennes telles que les Romaines, les Égyptiens, les Sumériens et les chinois. Des graines de moutarde ont été retrouvées dans des sites préhistoriques, de la Chine à l'Europe, les premières traces de l'utilisation de la moutarde comme condiment remontent aux Grecs et aux Romains de l'Antiquité (**Fahmi, 2016 ; Farrimod, 2018**).

Les Romains apportèrent la graine de moutarde en Gaule, introduisant ainsi ce qui allait devenir une épice fortement identifiée à la France et à la cuisine française. À partir de la France, l'utilisation de la moutarde s'est répandue dans toute l'Europe. Elle a été introduite en Angleterre, puis en Amérique avec les premiers explorateurs espagnols. Aujourd'hui, la moutarde pousse à l'état sauvage dans toutes les régions tempérées du monde. Elle est cultivée dans de nombreux pays, mais c'est le Canada qui répond à la majorité des besoins commerciaux en moutarde (**Jordan, 2015**).

## **II.2. Description de la plante**

La moutarde est une plante annuelle appartenant à la famille des Crucifères ou Brassicacées et à la classe des dicotylédones, mesure de 30 à 80 cm de hauteur (**Arvy et Gallouin, 2003 ; McGuire, 2016**).

Il s'agit d'une plante printanière dont la période de végétation s'étend de 80 à 128 jours. Les plantes de moutarde ont une plus grande tolérance aux conditions de croissance difficiles telle que la sécheresse et la chaleur (**Fahmi, 2016 ; Grygier, 2022**).

- **La tige** : Est dressée, simple ou ramifiée et velue, et une racine pivotante.
- **Les feuilles** : Sont alternes, pourvues d'un pétiole légèrement velu, elles sont lycées et pennatifides, les lobes sont ovales, dentés et crénelés de façon inégale.
- **Les fleurs** : Sont des grappes simples, souvent odorantes et de couleurs jaune claire, et régulières (fleurs actinomorphes). La floraison a lieu du mois de mai à août.
- **Les fruits** : Sont des siliques de 10 à 20 mm de long, les siliques renferment 3 à 5 graines globuleuses, presque lisses, d'environ 2 mm de diamètre (**Arvy et Gallouin, 2003**).



**Figure 2 :** Photographies représentant respectivement, [A] les feuilles, [B] la fleur de moutarde, [C] les graines de moutarde (Anonyme, 2022).

### II.3. Différentes variétés de moutarde

Parmi les espèces de moutarde les plus courantes, il existe principalement trois types de graines qui sont couramment utilisés comme condiments : la moutarde jaune ou blanche (*Brassica alba*), la moutarde brune ou orientale (*Brassica juncea*) et la moutarde noire ou brun foncé (*Brassica nigra*) (Dasetal, 2022).

#### II.3.1. Moutarde Jaune / Blanche (*Brassica alba* L.)

La moutarde jaune ou blanche est originaire du sud de l'Europe. Actuellement, elle est largement cultivée en Australie, en Chine, au Chili, au Danemark, en Italie, au Japon, au Royaume-Uni, aux Pays-Bas, en Afrique du Nord, au Canada et aux Etats-Unis. *Brassica alba* est une plante herbacée annuelle. Les feuilles sont alternes, longues, ramifiées et hérissées, irrégulièrement dentées, pétiolées, poilues des deux côtés. Les fleurs sont petites, jaunes avec quatre pétales, cruciformes, les graines sont globuleuses et jaunâtres, elles mesurent environ 1,5-3 mm et sont légèrement piquées (Thomas *et al.*, 2012).

#### II.3.2. Moutarde Brune (*Brassica juncea* L.)

La moutarde brune a été introduite à l'origine de la Chine et dans le nord de l'Inde, d'où elle s'est étendue à l'Afghanistan via le Panjab. Elle est communément appelée moutarde indienne, moutarde chinoise, moutarde brune, moutarde orientale, principalement cultivé dans les pays asiatiques, notamment en Inde, en Chine, au Vietnam, au Pakistan, au Bangladesh et au Népal, elle est également cultivé dans certain régions des Etats-Unis, du Canada, du Japon et du l'Australie. Il s'agit d'une plante herbacée annuelle, érigée et très ramifiée, qui est la principale source de piquant parmi les moutardes cultivées.

Les fleurs sont petites et de couleur jaune. Les graines sont petites environ 1mm de diamètre, de couleur brun-noirâtre (Arvy et Gallouin, 2003 ; Thomas *et al.*, 2012 ; Kole et Mohapatra, 2022).

### II.3.3. Moutarde noire (*Brassica nigra L.*)

La moutarde noire est originaire de la région méditerranéenne, avec un second centre d'origine au Moyen-Orient. Se trouve dans toute l'Europe, l'Afrique de Nord, l'Asie mineure, les Antilles, la Sibérie, la Chine et l'Amérique du Nord et du Sud. Il s'agit d'une plante herbacée annuelle qui atteint une hauteur d'environ 1 m. Les feuilles sont alterne et pétioles, de couleurs vert foncé. Les fleurs sont petites, de couleur jaune, cruciforme avec quatre pétales. Les fruits sont des siliques, lisses avec un bec court et mince. Les graines sont petites de couleur rouge-brun à noire et minutieusement piquées, elles ont une taille d'environ 2 mm ou moins (Thomas *et al.*, 2012 ; Sawicka *et al.*, 2013).

## II.4. Compositions des graines de moutarde

Les graines de moutarde sont généralement perçues comme des épices saines et bénéfiques pour l'organisme. En effet, elles sont très riches en vitamines, en fibres alimentaires, en glucosinolate et leurs produits de dégradation, en polyphénols et en composants volatils, ainsi que d'autres composants photochimiques (Sawicka *et al.*, 2013 ; Tian et Deng, 2020).

### II.4.1. Nutriments généraux

Les graines de moutarde, qui sont l'un des principaux oléagineux, sont très riches en calories. 100 g de graines fournissent 508 calories. Les graines contiennent des protéines, des huiles essentielles, des vitamines, des minéraux et des fibres alimentaires. Les graines de moutarde sont une excellente source de vitamines essentielles, telles que le complexe vitaminique B et les folates, la niacine, la thiamine, la riboflavine, la pyridoxine (vitamine B6) et l'acide pantothénique, et des petites quantités de vitamines antioxydantes telles que la vitamine A, la vitamine C et la vitamine K, et une excellente source de vitamine E. En outre, les graines de moutarde peuvent être composées également des divers oligoéléments, tels que Ca, Fe, Zn, Se, Cu, Mn, Mg et des électrolytes tels que Na et K (Tableau I) (Sawicka *et al.*, 2013 ; Tian et Deng, 2020).

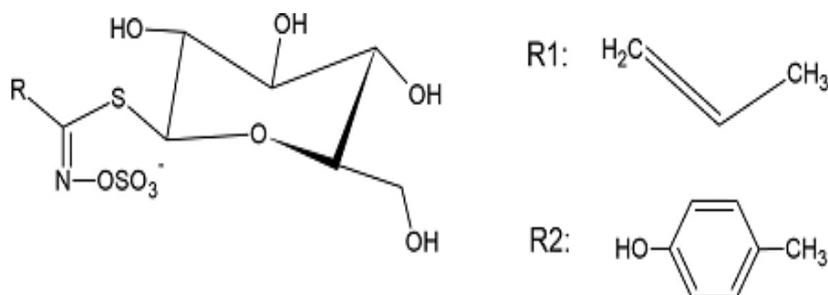
**Tableau I :** La composition chimiques de moutarde (100g de graines) (Sawicka et al, 2013).

<b>Compositions</b>	<b>Valeur nutritionnelle</b>
<b>Calories</b>	508 Kcal
<b>Hydrate de carbone</b>	28,09g
<b>Protéines</b>	26,08g
<b>Lipides</b>	36,24g
<b>Folates (B9)</b>	162,00µg
<b>Niacine (B3)</b>	4,733mg
<b>Acide panathénaïque (B5)</b>	0,810mg
<b>Pyridoxine (B6)</b>	0,397 mg
<b>Riboflavine B2</b>	0,261 mg
<b>Thiamine (B1)</b>	0,805 mg
<b>Vitamine A</b>	31IU
<b>Vitamine C</b>	7,1 mg
<b>Vitamine E</b>	19,82 mg
<b>Vitamine k</b>	5,4 µg
<b>Calcium</b>	266 mg
<b>Cuivre</b>	0,645 mg
<b>Fer</b>	9,21mg
<b>Magnésium</b>	370 mg
<b>Manganèse</b>	2,448 mg
<b>Sélénium</b>	208,1µg
<b>Zinc</b>	6,08 mg
<b>Sodium</b>	13 mg
<b>Potassium</b>	738 mg

## II.4.2. Glucosinolates

Les graines de moutarde contiennent divers métabolites secondaires tels que les glucosinolates, qui comprennent l'azote et le soufre. Ils sont dégradés en isothiocyanates par l'action enzymatique de la myrosinase spécifique à la plante ou par la flore intestinale de l'organisme. Les glucosinolates produisent des isothiocyanates qui donnent un goût piquant, chaque espèce de graine de moutarde présente un profil différent, le principal glucosinolate de *Brassica juncea* est la sinigrine, qui est hydrolysée par la myrosinase pour produire l'isothiocyanate d'allyle, tandis que le principal glucosinolate de *Sinapis alba* est la sinalbine qui produit de l'isothiocyanate de p-hydroxybenzule (Abul-Fadl *et al.*, 2011 ; Cools et Terry, 2018 ; Gök *et al.*, 2020).

Les glucosinolates, et plus précisément leurs produits d'hydrolyse, sont des composés responsables de nombreuses propriétés bénéfiques tels que les activités antibactériennes et antifongiques ainsi que leur activité préventive contre le cancer (Font *et al.*, 2004).



**Figure 3 :** Structure de glucosinolate : sinigrine (R1) et sinalbine (R2) (Grygier, 2022).

## II.4.3. Polyphénols

Les graines de moutarde, comme d'autres graines oléagineuses, sont riches en composés phénoliques, notamment des acides benzoïques et cinnamiques et leurs dérivés, tels que les acides sinapiques, caféiques, p-coumariques et féruliques, ainsi que des dérivés de l'acide benzoïque comme l'acide vanillique, gallique, protocatéchique et p-hydroxybenzoïque plus de 70% du contenu phénolique total de la moutarde est constitué de sinapine, qui se présente sous forme d'esters de choline de l'acide sinapique. Les graines de moutarde reforment également d'autres composés phénoliques tels que les flavonoïdes, principalement les flavonols et les anthocyanines (Ildikóet *al.*, 2006 ; Kumar *et al.*, 2011 Gök *et al.*, 2020).

Les composés phénoliques ont été associés à de nombreux effets bénéfiques sur la santé, tels que des activités antioxydants, antimicrobiennes, anticancéreuses et anti-inflammatoires. L'acide sinapique et ses dérivés a été signalé comme étant un antioxydant efficace avec une activité antimicrobienne contre diverses bactéries (**Fahmi, 2016**).

#### II.4.4. Protéines

Les graines de moutarde ont une teneur énergétique élevée et contiennent une quantité relativement élevée en protéines (28 à 36%), la composition en acides aminés de ces protéines est bien équilibrée ; elle est riche en acides aminés essentiels. Les deux principales protéines de stockage présentes dans les graines de moutarde sont la napine (albumine 2S) représentant environ 45 à 50 % des protéines totales, et la cruciférine (globuline 12S) représentant environ 25 % des protéines totales (**Kumar et al, 2011 ; Ildikó et al, 2006**).

En outre, les graines de moutarde sont riche en acides aminés essentiels, notamment une quantité importante d'acides aminés aromatiques tels que la phénylalanine et la tyrosine, ainsi que d'acides aminés contenant du soufre comme la méthionine et la cystine. Elle également une source exceptionnelle de leucine, de valine et de lysine (**Abul-Fadletal, 2011**).

#### II.4.5. Acides gras

La moutarde est largement cultivée en tant que plante oléagineuse avec une teneur en huile variant de 28 à 42 %. Les graines renferment entre 22,4 et 38,9 % d'huile glycérique. Les principaux composants des triacylglycérols sont l'acide érucique, l'acide oléique l'acide palmitique, l'acide gadoléique et l'acide linoléique. Les graines de moutarde contiennent également entre 3,6 à 6,9 % de phospholipides, dont les principaux représentants sont la phosphatidylcholine, le phosphatidylinositol et la phosphatidyléthanolamine (**Antova et al., 2017**).

Les acides gras essentiels présents dans la moutarde sont bénéfiques pour de plusieurs systèmes de l'organisme, notamment le systèmes cardiovasculaire, reproductif, immunitaire et nerveux (**Rai et al., 2022**).

## II.5. Effets bénéfiques des graines de moutarde sur la santé

La moutarde est une source de vitamines, minéraux, fibres alimentaires, glucosinolates, de polyphénols et de composés volatiles. Récemment, divers produits chimiques bioactif ont été identifiés dans la moutarde, qui présentes plusieurs effets pharmacologiques, tels que des activités anti-oxydantes, anti-inflammatoire et antimicrobiennes. La moutarde utilisé dans le traitement de diverses maladies, notamment le cancer, le diabète, l'obésité (Tiwari *et al.*, 2022).

### II.5.1. Activités antioxydantes

Les graines de moutarde présentent une activité antioxydante grâce à la présence de composés tels que les composés phénoliques, les glucosinolates et les vitamines comme vitamines A et vitamine C. Ces composés peuvent jouer un rôle dans la protection de la santé humaine et animale, et d'autre part, ils peuvent prolonger la durée de vie du produit préparé avec la moutarde (Ildikó *et al.*, 2006 ; Tian et Deng, 2020).

### II.5.2. Activité antibactérienne

Les graines de moutarde contiennent plusieurs métabolites secondaires tels que les glucosinolates (principalement leurs produits hydrolytiques ; les isothiocyanates), et les acides hydroxy-cinnamiques (notamment l'acide sinapique) qui ont des activités antibactériennes contre plusieurs souches bactérienne, y compris des agents pathogènes (Engels *et al.*, 2012).

### II.5.3. Activité anti-inflammatoire

L'étude phytochimique de la moutarde a révélé la présence de flavonoïdes dans les extraits de plantes. Il est universellement établi que les flavonoïdes ont des effets anti-inflammatoires. Leurs effets anti-inflammatoires sont attribuables à leurs actions sur les vaisseaux sanguins, les cellules inflammatoires et les médiateurs de l'inflammation. Par ailleurs, les acides gras essentiels de la moutarde jouent un rôle crucial dans le fonctionnement du système immunitaire en régulant l'inflammation et en renforçant la capacité du corps humain à lutter contre les infections (Alam *et al.*, 2011 ; Rai *et al.*, 2022).

#### **II.5.4. Activité anticancéreuse**

La présence de l'activité anti-cancérogène dans la moutarde à un effet antiprolifératif et préventif sur les cellules tumorales serait étroitement lié à ses composants bioactifs tels que les poly phénols, les flavonoïdes, les glucosinolates, et leurs produits de décompositions, en particulier les glucosinolates tels que la sinigrine et son produit de dégradation (les isothiocyanates) qui inhibe de manière significative la prolifération des cellules cancéreuses. En outre, l'extrait de moutarde a été associé à une réduction du risque de cancer dans plusieurs types de cancer, notamment le cancer de colon, le cancer du poumon, le cancer gastrique et le cancer de sein (**Tian et Deng, 2020**).

### *III- Extraction assistée par ultrason*

### III.1. Historique

La découverte des ultrasons est attribuée au biologiste italien L Spallanzani en 1794, qui a observé la capacité des chauves-souris à se déplacer avec précision dans l'obscurité totale grâce à l'écho-réflexion des ultrasons à haute fréquence. En 1880 les français Pierre et Jacques Curie ont découvert l'effet piézoélectrique, ou un potentiel électrique est produit par une pression mécanique sur un cristal de quartz. La première utilisation des ultrasons est une invention du physicien français Paul Langevin, Au cours de la première Guerre mondiale, il les utilise dans la marine comme moyen de détecter les sous-marins ennemis. Les applications et utilisation industrielles des ultrasons sont apparus à la fin des années 50. À cette époque de nombreux laboratoires ont mis en évidence l'extrême diversité des applications des ultrasons (Assami, 2014).

L'utilisation des ondes sonores en chimie a connu un développement à partir de 1980 avec l'avènement des premiers générateurs ultrasonores faibles, cette dynamique d'utilisation des ultrasons pour des applications chimiques s'est concrétisée en 1994 par l'apparition de la revue scientifique «Ultrasonics Sonochemistry». L'utilisation des ultrasons en chimie concrète dans différents domaines tels que la chimie organique, la préparation des matériaux, l'extraction, l'électrochimie (Assami, 2014 ; Chatel, 2016).

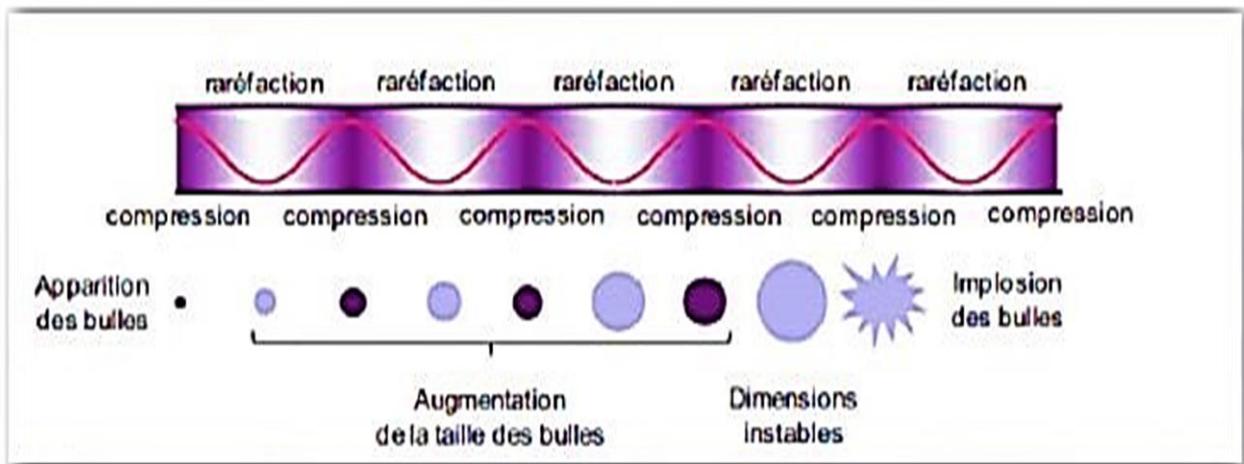
### III.2. Extraction assistée par ultrasons (EAU)

Les ultrasons sont des ondes mécaniques dont la fréquence (>20 kHz) est supérieure à la gamme de fréquences audibles par l'homme (20Hz à 20 kHz). Ces ondes consistent en une série de cycle de compression et de raréfaction qui peuvent se propager dans un liquide ou gazeux, induisant le déplacement et le délogement des molécules de leur position d'origine (Kumar *et al.*, 2021).

L'extraction assistée par ultrasons (EAU) est une technologie émergente qui accélère le transfert de chaleur et de masse dans le processus d'extraction, les ondes ultrasonores modifient les propriétés physiques et chimiques du matériau végétal, facilitant la libération des composés extractibles en perturbant les parois cellulaires grâce à l'effet de cavitation. Cette méthode propre réduit l'utilisation des solvants, le temps de travail et génère moins de déchets. Les ultrasons permettent des extractions complètes en quelques minutes avec une grande reproductibilité, offrant une plus grande pureté au produit final et consommant moins d'énergie fossile par rapport aux méthodes d'extraction conventionnelles (Chemat etKhan, 2011).

### III.2.1. Principe

L'extraction assistée par ultrasons est réalisée à l'aide d'un bain ultrasonique et d'une sonde ultrasonique, qui sont basés sur un transducteur piézoélectrique comme source d'énergie ultrasonique. Les ultrasons mettent en jeu des phénomènes dits de cavitation, correspondant à la formation de bulles de gaz dans un liquide lorsque la pression en un point de celui-ci devient inférieure à sa pression de vapeur saturante. Les bulles de cavitation ainsi formées sont alors soumises à l'onde ultrasonore qui provoque leur oscillation, leur croissance, leur résonance et leur implosion. Cette phase engendre, à des températures de l'ordre de 5000 K et des pressions d'environ 1000 atmosphères, ce qui constitue la théorie du point de chaud (Kumar et al 2021).



**Figure 4 :** Génération des bulles de cavitation par l'action des ultrasons (Mason et al, 2003).

### III.2.2. Applications

L'extraction assistée par ultrasons est la plus utilisée dans l'industrie agroalimentaire pour extraire des composés spécifiques tels que les poly phénols, les caroténoïdes, les arômes, les polysaccharides et des composants spécifiques comme la pectine et les antioxydants, à partir des matrices végétales telles que les graines, les herbes et les sous-produits. Ces composés extraits peuvent être utilisés directement sous forme de liqueurs ou comme additifs alimentaires ou cosmétiques (huile essentielle ou molécules ayant une activité particulière) (Fabiano et al., 2016 ; Kumar et al., 2021).

### **III.2.3. Avantages**

Les avantages de l'extraction assistée par ultrasons sont nombreux en particulier ; l'amélioration des taux d'extraction globaux et du rendement, la possibilité d'utiliser moins de solvants, l'utilisation de sources de produits bruts moins coûteuses, l'amélioration de l'extraction des composés sensibles à la chaleur. La température de l'extraction est plus faible, ce qui permet d'extraire des substances thermosensible (**Fabiano et al. 2016**).

### **III.2.4. Inconvénients**

Inconvénients de l'extraction par ultrasons L'un des inconvénients l'extraction par ultrasons réside dans le système de sonde où seules de petites quantités de masse peuvent être traitées. Cependant, ce problème peut être résolu en opérant en série. Le principal inconvénient du système à bain est sa faible reproductibilité car l'eau contenue dans la cuve en acier inoxydable ou dans la verrerie atténue l'énergie qui n'est pas transmise de manière adéquate au solvant (**Rodriguez De Luna et al., 2020**).

## *Partie pratique*

### *I- Matériels et méthodes*

## IV.1. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans cette étude correspond au son de moutarde brune de l'espèce *Brassica Juncea* ; qui provient de l'entreprise agroalimentaire Cevital ligne El Kseur (Bejaïa).

Le son des graines de *Brassica juncea* a été séché à l'étuve à 50 °C pendant 4 à 5 jours, puis broyé à l'aide d'un broyeur électrique jusqu'à obtention d'une poudre fine, le broyage a été suivi par un tamisage (granulométrie de 250 µm), puis la poudre a été conservé hermétiquement au réfrigérateur à 4 °C.



**Figure 05** : Son de moutarde (*Brassica juncea*).

## IV.2. Optimisation des conditions d'extraction des polyphénols

### IV.2.1. Etude préliminaire

L'extraction des composés phénoliques de son des graines de *Brassica juncea* a été effectuée par ultrason, l'éthanol est le solvant utilisé dans l'extraction en raison de sa faible toxicité, sa solubilité dans l'eau et sa capacité à extraire efficacement les composés phénoliques.

L'optimisation des paramètres d'extraction des composés phénoliques dans l'étape préliminaire consistait à fixer des facteurs initiaux puis les modifier l'un après l'autre suivant une succession bien déterminé pour pouvoir à la fin avoir des paramètre optimaux et qui ont donné le meilleurs rendement d'extraction. Et dans ce travaille les paramètres suivant ont étaient fixé comme point de départ pour l'optimisation :

- **La concentration d'éthanol** : 20%, 40%, 60% et 80%.
- **La température d'extraction** : 20°C, 40°C, 60°C puis 70°C.
- **Le temps d'extraction** : 5min, 10min, 15min, 20min, 35min et 60min.

- **Le ratio** : 10ml /g, 20ml/g, 30ml/g, 40ml/g et 50ml/g.

L'extraction a été effectuée en utilisant 1g de la poudre du son de moutarde dans 30ml de solvant d'extraction (éthanol), les mélanges ont été placés dans un bain à ultrasons. Les extraits ont été récupéré après centrifugation à 5000 tr/min pendant 10mn. Chaque extraction a été répétée trois fois.

#### IV.2.2. Plan d'expérience

Les plans d'expériences sont des techniques qui permettent de quantifier les effets de divers facteurs sur une réponse et de les optimiser dans des domaines expérimentaux bien déterminer (**Fadil et al., 2015**).

L'étude préliminaire menée a permis la détermination du domaine expérimentale en fixant les niveaux bas et haut de chaque variable affectant le rendement de l'extraction.

Trois facteurs A, B, et C à trois niveaux -1, 0, et +1 ont été appliqué pour optimiser l'extraction des polyphénols à partir de la poudre de son de moutarde (**Tableau II**).

**Tableau II** : Variables indépendantes et niveaux de facteurs affectant l'extraction assistée par ultrasons.

Les variables indépendantes	Niveau des facteurs		
	-1	0	+1
<b>A : Concentration d'éthanol</b>	<b>40%</b>	<b>60%</b>	<b>80%</b>
<b>B : Température d'extraction</b>	<b>20°C</b>	<b>40°C</b>	<b>80°C</b>
<b>C : Temps d'extraction</b>	<b>10min</b>	<b>35min</b>	<b>60min</b>

#### IV.3. Dosage des polyphénols totaux

- **Principe**

Le réactif Folin-Ciocalteu est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique. Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleu tungstène et de molybdène, l'intensité de cette coloration est proportionnelle avec le taux des composés phénoliques présents dans les extraits (**Boizot et Charpentier, 2006**).

- **Mode opératoire**

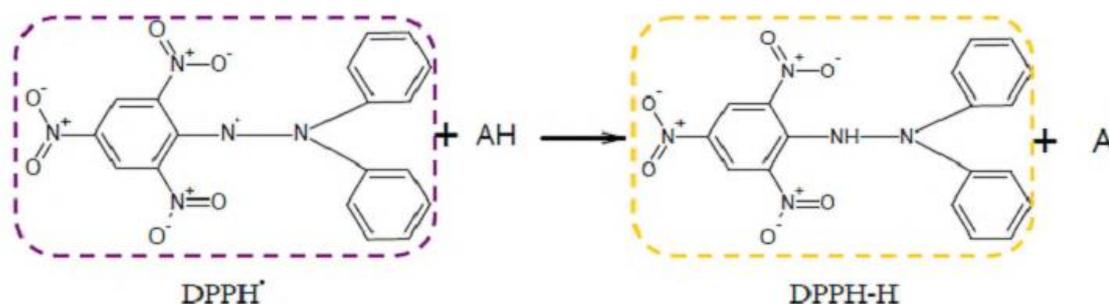
Un volume de 200 $\mu$ l d'extrait a été ajouté à un volume de 1ml du réactif de Folin-Ciocalteu (dilué 10 fois), ensuite 1ml de carbonate de sodium à 6% Na<sub>2</sub> CO<sub>3</sub> (6%) a été additionné au mélange. Les mélanges ont été incubés à température ambiante pendant 1 heure. La lecture de l'absorbance a été effectuée contre un blanc sans extrait à l'aide d'un spectrophotomètre UV à 760 nm. Les résultats sont exprimés en milligrammes équivalent d'acide gallique par 100 g de matière végétale sèche (**Annexe I**) (**Bougandoura, N., et al 2013**).

#### IV.4. Activités antioxydantes

##### IV.4.1. Effet « scavenger » sur le radical DPPH

- **Principe**

Le DPPH• est un radical libre, il se caractérise par une coloration violette en état oxydé et une coloration jaune en état réduit (**Parejo et al., 2002**). Le principe de cette méthode est basé sur la mesure du piégeage des radicaux libres de DPPH (2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyl de couleur violette). En présence de molécules dites antioxydantes, le DPPH• est transformé en sa forme réduite (diphényl picryl-hydrazine de couleur jaune) comme le montre la figure 5 ci-dessous, ce qui conduit à une diminution de l'absorbance. La décoloration du DPPH• est directement proportionnelle à la capacité des molécules bioactives à le réduire (**Mansouri et al., 2005**).



**Figure 06** : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH• et un antioxydant (AH) (**Sanchez-Moreno, 2002**).

- **Mode opératoire**

L'effet « scavenger » sur le radical DPPH (2,2-Diphenyl-1-Picrylhydrazyl) a été mesuré par la méthode rapporté par **Haddadi-Guemghar et al.. (2014)**.

Un volume de 500µl d'extrait a été mélangé à 1,5 ml de solution éthanolique de DPPH, le mélange réactionnel a été incubé pendant 30 minutes dans l'obscurité à une température ambiante. L'absorbance de la solution résultante est mesurée à 515 nm à l'aide d'un spectrophotomètre. Le Trolox (équivalent hydrosoluble de l'α tocophérol) a été utilisé comme standard, en remplaçant l'extrait par ce dernier.

L'activité scavenger sur le radical DPPH pour chaque échantillon a été calculée suivant l'équation suivante :

$$\text{Activité scavenger (\%)} = \frac{AC - AE}{AC} \times 100$$

**AC** : absorbance du contrôle.

**AE** : absorbance d'extrait / Trolox.

## IV.2. Pouvoir réducteur

- **Principe**

L'analyse de pouvoir réducteur est basée sur la réduction de fer ferrique Fe<sup>3+</sup> du ferricyanure de potassium en fer ferreux (Fe<sup>2+</sup>), en présence d'antioxydant réducteur. La forme réduite donne une couleur verte qui est proportionnelle au pouvoir réducteur de l'extrait (**Dar et al., 2017**).

- **Mode opératoire**

Un volume d'extrait à différentes concentrations (0,2, 0,4, 0,6, 0,8 et 1 mg/ml) est additionnées à 2,5 ml de tampon phosphate (p 6,9) et 2,5 ml de ferricyanure de potassium K<sub>2</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>. L'ensemble est incubé au bain-marie à 50°C pendant 20 minutes. Après refroidissement 2,5 d'acide trichloracétique (TCA) à 10 % sont ajoutés à la solution pour stopper la réaction. Un volume de 2,5 ml de ce mélange est récupéré et combiné à 1,25 ml d'eau distillé ensuite 500µl d'une solution aqueuse de chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub>) à 0,1% sont additionnées. La lecture de l'absorbance du milieu réactionnel est faite à 700 nm (**Liu et al., 2008**).

### IV.4.3. Activité antioxydante totale

- **Principe**

Le test de phosphomolybdate est basé sur la capacité de l'extrait à réduire le molybdate- VI (Mo VI), en Mo (V), ce qui entraîne le développement d'un complexe phosphate/Mo V de couleur verte dans un environnement acide (**Karou, 2005 ; Arabshahi-Dlouee et Urooj, 2007**).

- **Mode opératoire**

L'activité antioxydante totale est évaluée par la méthode décrite par **Sethiya et al., (2014)**.

Un volume de 200µl d'extrait mélangé à 2 ml d'un réactif composé de l'acide sulfurique H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0,6M), de phosphate de sodium Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (28 mM) et du molybdate d'ammonium (4 mM). Le tube a été ensuite bien fermé puis incubé à 95 °C pendant 90 minutes. Après refroidissement, l'absorbance a été mesurée à l'aide d'un Spectrophotomètre, à une longueur d'onde de 695 nm contre un témoin (blanc).

### IV.5. Activité anti-inflammatoire

- **Principe**

L'activité anti-inflammatoire a été évaluée par le test impliquant la dénaturation des protéines qui est une cause bien documentée de l'inflammation. Dans le cadre de la recherche du mécanisme de l'activité anti-inflammatoire, la capacité de l'inhibition de la dénaturation des protéines par l'extrait de l'indométacine a été réalisée par la méthode de **kar et al. (2012)**.

- **Mode opératoire**

- La solution témoin (500µl) : Composé de 450 µl de la solution aqueuse BSA 5 % (serum d'albumine bovin) et 50 µL de l'eau distillé.

- La solution d'échantillon (500µl) : Composé de 50 µl d'extrait et de 450 µl de la solution aqueuse BSA 5%.

- La solution standard (500µl) : Composé de 450 µl de la solution aqueuse BSA 5% et 50µl de la solution standard de l'indométacine

Les échantillons ont été incubés dans un bain Marie à 37 ° C pendant 20 min et la température a été augmentée pour maintenir les échantillons à 57 °C pendant 3 mn. Après

refroidissement, 2,5 ml de la solution tampon phosphate à pH 6,4 ont été additionnés. L'absorbance a été mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre UV visible à 660 nm.

Le pourcentage d'inhibition de la dénaturation protéique a été calculé comme suit :

$$\text{Le pourcentage d'inhibition (\%)} = \frac{AC - AE}{AC} \times 100$$

**AC** : absorbance du contrôle négatif.

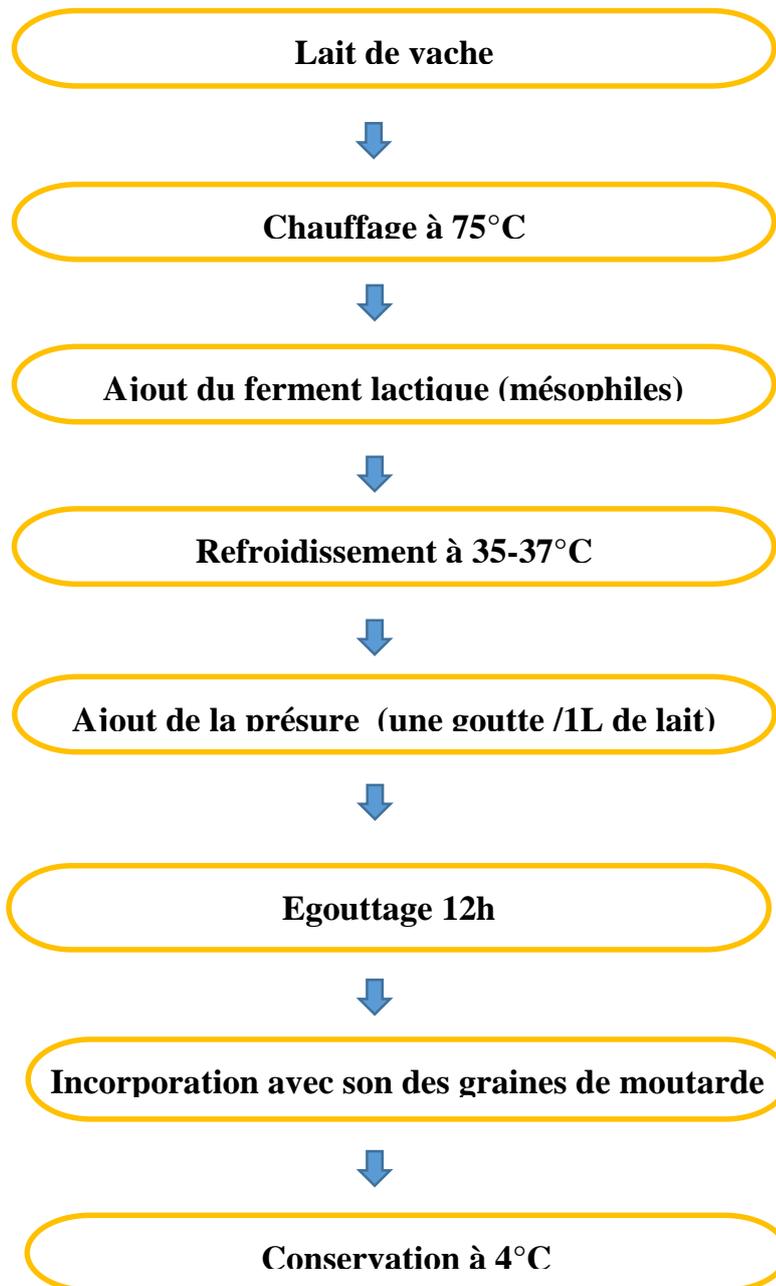
**AE** : absorbance d'extrait / indométacine.

#### **IV.6. Préparation du fromage frais**

Ce présent travail portera sur la valorisation de déchet des graines de la moutarde et l'essai d'incorporation dans un produit alimentaire « fromage frais », afin d'améliorer les caractéristiques organoleptiques et sensorielles de ce produit fini, un ensemble des analyses physico-chimiques ont été effectués au niveau de laboratoire de l'entreprise RAMDY situé à AKBOU, et des analyses sensorielles qu'ont été réalisés au sein de l'Université par un ensemble des jury experts.

Le fromage a été préparé à partir du lait de vache locale, une quantité de 5 litres qui a été ramené d'une laiterie situé à El Kseur, assurer la préparation d'une quantité de 500g du fromage frais, la **figure 7** montre les étapes de la fabrication du fromage.

L'enrichissement du fromage frais a été faite à différentes concentrations de sous-produit 0,5%, 1% et 2%.



**Figure 7 :** Diagramme de fabrication du fromage frais

## **IV.7. Analyses physico-chimiques du fromage**

### **IV.7.1. Mesure du pH**

- **Principe**

La mesure du pH a été réalisée à l'aide d'un pH-mètre et la valeur du pH est directement affichée sur l'écran de l'appareil (AFNOR, 1980).

- **Mode opératoire**

Une quantité de 10g de fromage frais homogénéisé dans 90 ml de l'eau distillée a été utilisée pour mesurer le pH à l'aide d'un pH-mètre préalablement étalonné par des solutions tampons.

### **IV.7.2. Détermination de taux l'humidité**

- **Principe**

Le taux d'humidité est déterminé à l'aide d'un dessiccateur infrarouge, cet appareil émet des radiations infrarouges qui permettent l'évaporation de l'eau dans l'échantillon. Le poids de l'échantillon est contrôlé à l'aide d'une balance intégrée (AFNOR, 1985).

- **Mode opératoire**

Dans un dessiccateur infrarouge possédant une balance de précision intégrée est placée une capsule préalablement lavée et séchée, contient 1gramme de l'échantillon à analyser, la température de dessiccateur varie selon l'humidité de l'échantillon.

La lecture des résultats se fait par affichage (en pourcentage) sur l'écran du dessiccateur.

### **IV.7.3. Détermination du taux de matière grasse**

- **Principe**

La détermination du taux de la matière grasse a été réalisée par la méthode acido-butyromètre Gerber. Cette méthode est basée sur la dissolution de la matière grasse à doser par l'acide sulfurique sous l'influence d'une force centrifuge et grâce à l'adjonction d'une faible quantité d'alcool isoamylique, la matière grasse se sépare en couche claire dont les graduations du butyromètre révèlent le taux (ISO 488, 1983).

- **Mode opératoire :**

Une quantité de 3 grammes de fromage frais est introduite dans la panse de butyromètre, additionné d'acide sulfurique par l'ouverture de la tige, jusqu'à ce que le niveau de l'acide dépasse le godet. Le butyromètre est placé dans le bain Marie à 65°C jusqu'à la fente du fromage. Après deux heures le butyromètre est retiré du bain Marie. Un volume de 1mL d'alcool iso-amylque est ajouté à l'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) puis dilué jusqu'au trait 50 de la graduation. Une agitation modérée du butyromètre est appliqué suivi d'une centrifugation à 1200 tours/mn pendant 5 min. La teneur en matière grasse est exprimée en g /100 g de fromage et donnée par lecture directe sur le butyromètre.

#### **IV.8. Analyses sensorielles**

Pour mieux apprécier la qualité organoleptique du fromage un test organoleptique sur 15 dégustateurs experts a été réalisé.

- Quatre échantillons de fromage codés comme suit :

Fromage A : c'est le témoin (fromage frais sans addition de son de moutarde).

Fromage B : fromage frais avec 0.5 % de son de moutarde.

Fromage C : fromage frais avec 1 % de son de moutarde.

Fromage D : fromage frais i avec 2 % de son de moutarde.

- Le questionnaire de cette épreuve est représenté dans l'annexe II
- Les donnes statistiques ont été traitées à l'aide d'un logiciel **XL-STAT**.

#### **IV.9. Analyse statistique**

Une analyse descriptive des résultats est réalisée à l'aide du logiciel Microsoft office Excel 2016, afin de déterminer les moyennes et l'écart types.

Les résultats sont analysés par STATISTICA 8.0, basé sur l'analyse de la variance (ANOVA). D'autres parts, les résultats expérimentaux du plan d'expérience sont analysés par le logiciel The DESIGN EXPERT software version 8.0.1 Stat-Ease, Minneapolis, MN, USA et JMP version 7.0, SAS.

## *II- Résultats et discussion*

## V.1. Etudes préliminaire

Les études préliminaires permettent la détermination du domaine expérimental pour chaque variable indépendante ce qui permettra la construction du plan d'expérience.

### V.1.1. Effet de la concentration du solvant sur l'extraction

Différentes concentrations de solvants (Ethanol 20%, 40%, 60% et 80%) ont été utilisées pour étudier l'influence de la concentration du solvant sur l'extraction des CPT lorsque les autres conditions d'extraction ont été définies comme suit : temps d'extraction 30min et température 40°C. Les résultats obtenus pour les différentes concentrations d'éthanol sont résumés dans le **tableau III**. D'après les résultats obtenus, c'était l'éthanol 80% qui a significativement donné le meilleur rendement en CPT. L'intervalle éthanol 40% et 80% a été retenu comme domaine expérimental dans le plan d'expérience.

**Tableau III** : Effet de la concentration de l'éthanol sur l'extraction des composés phénoliques.

<b>Ethanol</b>	20%	40%	60%	80%
<b>CPT (mg/100g)</b>	1366,97±25,38d	1535,14±9,52c	1841,35±15,21b	2050,77±5,25a

Les résultats sont présentés sous forme de moyennes  $\pm$  écart type. Des lettres différentes indiquent une différence significative selon l'ANOVA et le test de Tukey ( $p < 0,05$ ).

### V.1.2. Effet de la température sur l'extraction

Différentes températures ont été fixées à 20°C, 40°C, 60°C et 80°C pour étudier l'influence de la température sur la récupération des CPT lorsque les autres conditions d'extraction ont été définies comme suit : temps d'extraction 30min et proportion éthanol 80%. Les résultats obtenus pour les différentes températures sont résumés dans le tableau V.

Les résultats obtenus montrent que l'extraction des CPT a été significativement influencée par la température d'extraction ( $p < 0,05$ ). L'extraction augmente avec l'augmentation de la température. La gamme 40°C à 80°C a été sélectionnée pour le plan d'expérience.

**Tableau IV** : Effet de la température sur l'extraction des composés phénoliques.

	20°C	40°C	60°C	80°C
<b>CPT (mg/100g)</b>	1511,30±68,23c	1849,18±39,56b	2063,98±52,56a	2110,47±63,25a

### V.1.3. Effet du temps sur l'extraction

Le temps d'extraction est un autre facteur important qui influence le processus d'EAU. La quantité de composé phénolique extrait peut-être influencée par l'augmentation du temps d'extraction, la récupération des CPT affectée par différents temps d'extraction (5, 10, 15, 20, 25, 30, 60 et 90 min) est indiquée dans le **tableau V**, lorsque les deux autres facteurs concentration de solvant et température ont été fixés à 80% et 80°C respectivement. La gamme 10 à 60 mn a été sélectionnée pour le plan d'expérience.

**Tableau V** : Effet de temps sur l'extraction des composés phénoliques totaux.

	5min	10min	15min	20min	25min	30min	60min	90min
<b>CPT (mg/100g)</b>	1013,03 ±3.21g	1073,25 ±19.23f	1974,00 ± 6.23e	2089,31 ± 7.23d	2356,73± 1.23c	2594,20 ±2.56a	2592,16 ±65.21a	2448,46 ± 10.23b

Les résultats sont présentés sous forme de moyennes ± écart type. Des lettres différentes indiquent une différence significative selon l'ANOVA et le test de Tukey ( $p < 0,05$ ).

## V.2. Optimisation de l'EAU des CPT du son de moutarde par plan d'expériences

L'optimisation d'extraction par ultrasons des CPT de l'extrait de son des graines de moutarde brune a été réalisée par plan composite centré (**Tableau VI**).

Un modèle polynomial de second ordre a été généré avec des conditions opérationnelles : concentration de solvant A, température d'extraction B, et temps d'extraction C.

**Tableau VI:** Plan expérimental de l'optimisation d'extraction des CPT assistée par ultrason (exprimé en mg d'équivalent d'acide gallique/100g de poudre sèche) à partir de son des graines de moutarde brune.

Facteurs			Réponse CPT (mg EAG/100g d'extrait)	
Concentration en éthanol (A) (%)	Température (B) °C	Temps d'extraction (C) min	Valeur expérimentales	Valeur prédites
60	60	35	2845,6	2897,9
80	60	35	3129,2	3212,6
60	60	35	2954,6	2897,9
80	80	10	3228,2	3219,2
60	80	35	3108,2	3207,1
40	80	60	2456,5	2448,5
40	80	10	2381,2	2335,8
60	60	35	2935,6	2897,9
40	40	10	2345,2	2336,2
60	60	35	3056,8	2897,9
40	60	35	2240,3	2339,3
60	60	35	2996,2	2897,9
80	80	60	3652,2	3615,6
60	60	60	2656,3	2737,7
80	40	10	2953,3	2915,7
40	40	60	2057,6	2021,0
60	60	10	2596,3	2697,2
80	40	60	2884,3	2884,1
60	40	35	2758,2	2841,6
60	60	35	2963,2	2897,9

### V.2.1. Ajustement du modèle et significations des variables

Le **tableau VII** représente l'analyse de la variance (ANOVA) pour le modèle polynomial quadratique du rendement en CPT en fonction des conditions d'EAU. Le test F a suggéré que le modèle avait une valeur élevée (28,44) et une valeur p très faible ( $p < 0,0001$ ) ce qui indique que le modèle est significatif. Le manque d'ajustement est une mesure de l'échec du modèle à représenter adéquatement les données expérimentales aux points non inclus dans la régression.

La valeur p de l'absence d'ajustement était supérieure à 0,05 ce qui indique qu'elle n'était pas statistiquement significative par rapport à l'erreur pure et que l'équation du modèle était adaptée à la prédiction des performances du CPT pour toute combinaison de valeurs de variables.

**Tableau VII :** ANOVA pour l'effet de la concentration d'éthanol, de la température et de temps d'extraction sur le rendement en CPT.

Source	Sommes des carrés	DF	Moyenne carrés	Valeur F	Valeur p Prob > F	
Modèle	2,642E+006	9	2,936E+005	28,44	< 0.0001	Significatif
Concentration en éthanol (A)	1,906E+006	1	1,906E+006	184,65	< 0.0001	
Température (B)	3,341E+005	1	3,341E+005	32,36	0,0002	
Temps d'extraction (C)	4112,78	1	4112,78	0,40	0,5421	
AB	46208,00	1	46208,00	4,48	0,0605	
AC	40242,85	1	40242,85	3,90	0,0766	
BC	91549,21	1	91549,21	8,87	0,0139	
A <sup>2</sup>	40903,55	1	40903,55	3,96	0,0746	
B <sup>2</sup>	43999,86	1	43999,86	4,26	0,0659	
C <sup>2</sup>	89505,46	1	89505,46	8,67	0,0147	
Résiduel	1,032E+005	10	10324,57			
Manque d'ajustement	78853,54	5	15770,71	3,23	0,1118	Non significatif
Erreur pure	24392,13	5	4878,43			
Erreur pure	2,746E+006	19				

Pour évaluer la qualité de l'ajustement du modèle, différentes analyses statistiques descriptives telles que le coefficient de détermination ( $R^2$ ), le coefficient de détermination

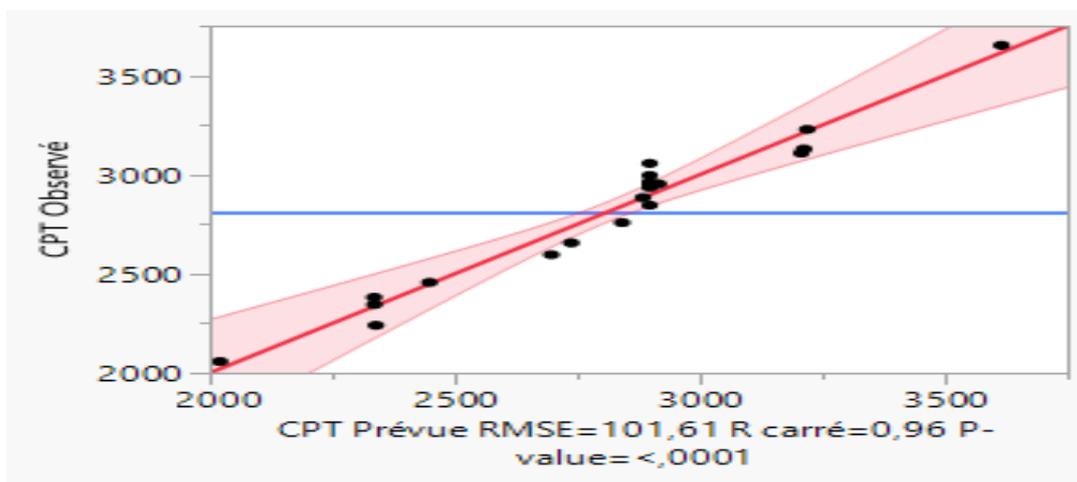
ajusté ( $\text{Adj } R^2$ ), le coefficient de détermination de prédiction ( $\text{Pred. } R^2$ ), la précision adéquate et le coefficient de variation ont été utilisés (**tableau VII**).

La valeur  $R^2$  était de 0,9624, ce qui implique que la variation de l'échantillon était statistiquement significative à 96,24 % et que seulement 3,76% de la variance totale ne pouvait être expliquée par le modèle. En d'autres termes, un coefficient de détermination proche de 1 indique un degré élevé de corrélation entre les données observées et prédites (**figure 08**) l' $\text{Adj } R^2$  (0,9286) et le  $\text{Pred } R^2$  (0,8532) de CPT étaient également satisfaisants pour confirmer l'importance du modèle. Le  $\text{Pred } R^2$  (0,8532) est en accord raisonnable avec l' $\text{Adj } R^2$  (0,9286) ; c'est-à-dire que la différence est inférieure à 0,75 qui est inférieure à 0,10.

Le coefficient de variation (CV) est utilisé pour évaluer le degré de dispersion des données. En général, un faible CV indique une meilleure reproductibilité, tandis qu'un CV élevé indique que la variation importante par rapport à la valeur moyenne, et ne développe pas de manière satisfaisante un modèle de réponse adéquat. Il est recommandé que le CV ne dépasse pas 10% et du cas de cette étude le CV était dans une fourchette acceptable (3,62%) (**Liyanapathirana et Shahidi, 2005 ; Maran et Manikandan, 2012**).

**Tableau VIII** : Paramètre descriptifs de l'ajustement du modèle.

Std. Dev.	101,61	R-carré	0,9624
Moyenne	2809,95	R-carré ajusté ( $\text{Adj } R^2$ )	0,9286
C.V. %	3,62	R-carré prédictif ( $\text{Pred } R^2$ )	0,8532
		Précision adéquate (Adeq Précision)	22,194



**Figure 08** : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prédites.

### V.2.2. Signification des variables

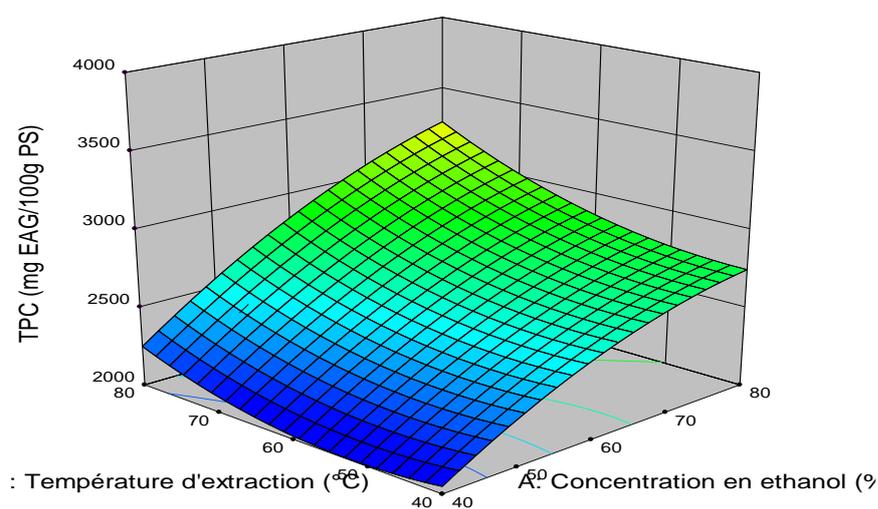
La signification de chaque coefficient a été déterminée à l'aide de la valeur  $p$  cette valeur est utilisée comme outil pour évaluer la signification de chaque coefficient et la force des interactions entre chaque variable indépendante. Une valeur de  $p$  inférieure à 0,05 indique que les termes du modèle sont significatifs. Dans ce cas, les principaux facteurs affectant l'extraction des CPT étaient le temps d'extraction et la température d'extraction suivie la concentration de solvant.

Après avoir négligé tous les termes non significatifs ( $p > 0,05$ ), le modèle quadratique ajusté pour le CPT dans les variables codées sont donnés dans l'équation suivante :

$$\text{TPC} = +2897,88 + 436,63*A + 182,78*B + 20,28*C + 76,00*AB + 70,93* AC + 106,98*BC - 121,96 *A^2 + 126,49 *B^2 - 180,41*C^2$$

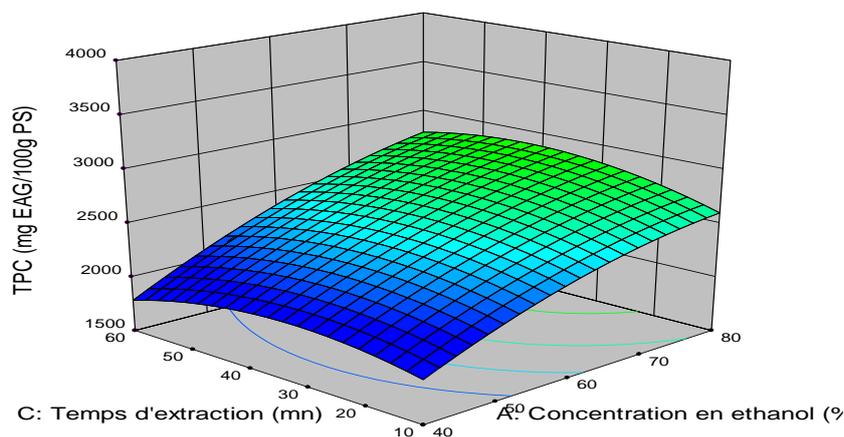
### V.2.3. Analyse de la surface de réponse

Le **figure 09** est un graphique de surface de réponse montrant l'interaction entre la concentration en éthanol et la température d'extraction sur le rendement de CPT en maintenant le temps d'extraction constant. Le rendement d'extraction augmente jusqu'à environ 3300 mg EAG/100g avec l'augmentation de la température environ de 75 à 80 °C et la concentration d'éthanol de 80% d'extraction sur la teneur en CPT.



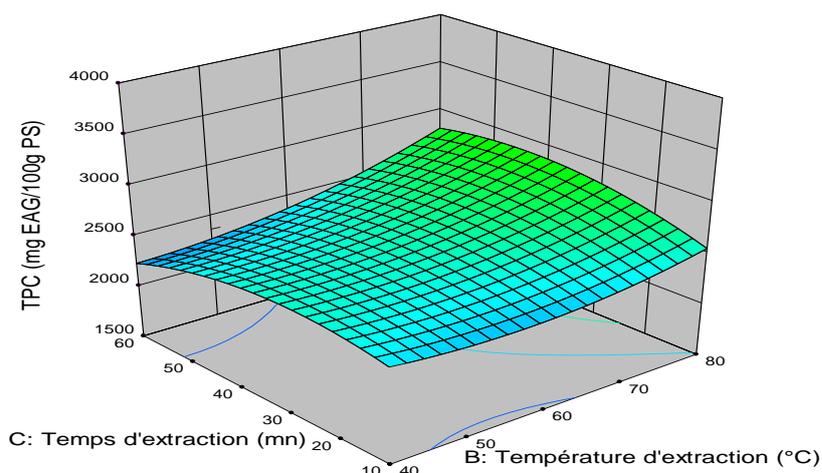
**Figure 09** : Surface de réponse pour l'interaction concentration en éthanol/température

La **figure 10** est un graphique de surface de réponse indiquant qu'en augmentant la concentration en éthanol et en prolongeant le temps, le rendement d'extraction CPT augmente progressivement pour atteindre son maximum 2820 mg EAG/100g de l'extrait de son des graines de moutarde brune à concentration en éthanol est à 80% et un temps allant de 55 à 60 min.



**Figure 10** : Surface de réponse pour l'interaction concentration en éthanol/temps d'extraction sur la teneur en CPT.

La **figure 11** montre l'effet de température d'extraction et le temps d'extraction sur la quantité en CPT. Le rendement d'extraction augmente avec le prolongement du temps d'extraction jusqu'à atteindre une valeur de 2900 mg EAG/100g. La meilleure extraction de CPT a été obtenue à 60 min et température 80°C.



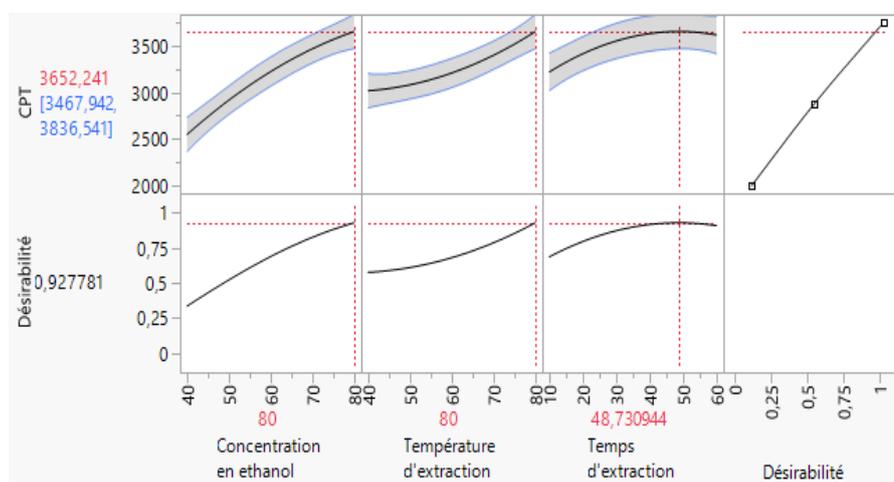
**Figure 11** : Surface de réponse pour l'interaction température d'extraction/ temps d'extraction sur la teneur en CPT.

## V.4. Condition d'extractions optimales

En utilisant un modèle quadratique pour optimiser trois variables expérimentales dans afin d'obtenir une extraction maximale des composés phénoliques de son des graines de moutarde brune.

L'optimisation à l'aide de la fonction de désirabilité (**figure 12**) a indiqué que les conditions optimales pour l'extraction des composés phénoliques avec une désirabilité 0,92 étaient les suivantes :

- Solvant d'extraction : Ethanol 80 %.
- Température d'extraction : 80 °C.
- Temps d'extraction : 48,73 min.



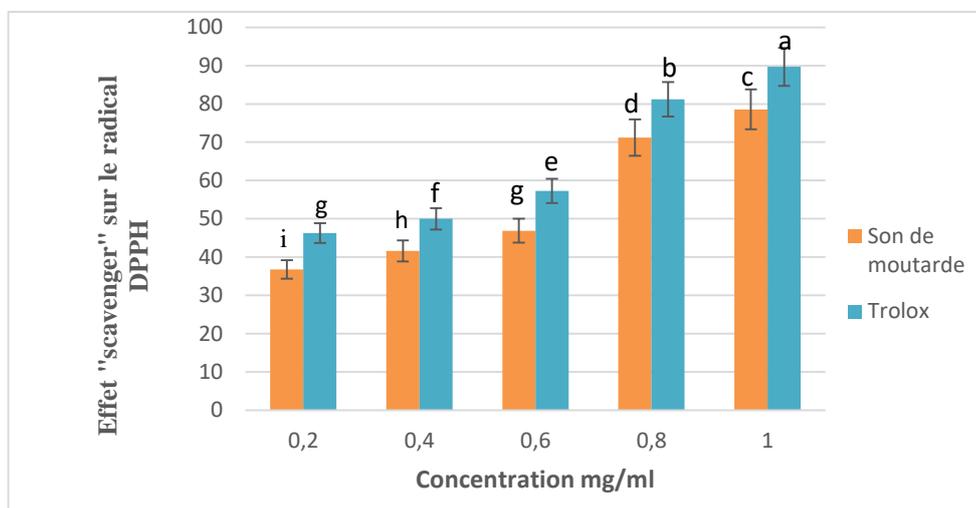
**Figure 12** : Profil pour les valeurs prédites et la fonction de désirabilité.

## V.5. Activités antioxydantes

### V.5.1. Effet « scavenger » sur le radical DPPH

Les effets « scavenger » se réfèrent à la capacité d'une substance à piéger ou à neutraliser les radicaux libres, comme le radical DPPH (2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyl) est un composé utilisé pour évaluer l'activité antioxydante d'une substance. Lorsqu'il réagit avec des antioxydants, il se transforme en une forme non-radicalaire et stable. Lorsqu'on mélange une solution de radical DPPH avec un échantillon, elle réagit avec ce radical libre, conduisant à une diminution de l'intensité de couleur violette. Cette réaction indique que l'échantillon possède des propriétés antioxydantes.

La **figure 13** montre que l'effet « scavenger » sur le radical DPPH augmente avec l'augmentation des concentrations de l'extrait de son des graines de moutarde et des concentrations du trolox. Cela indique que l'extrait possède une activité antioxydante significative



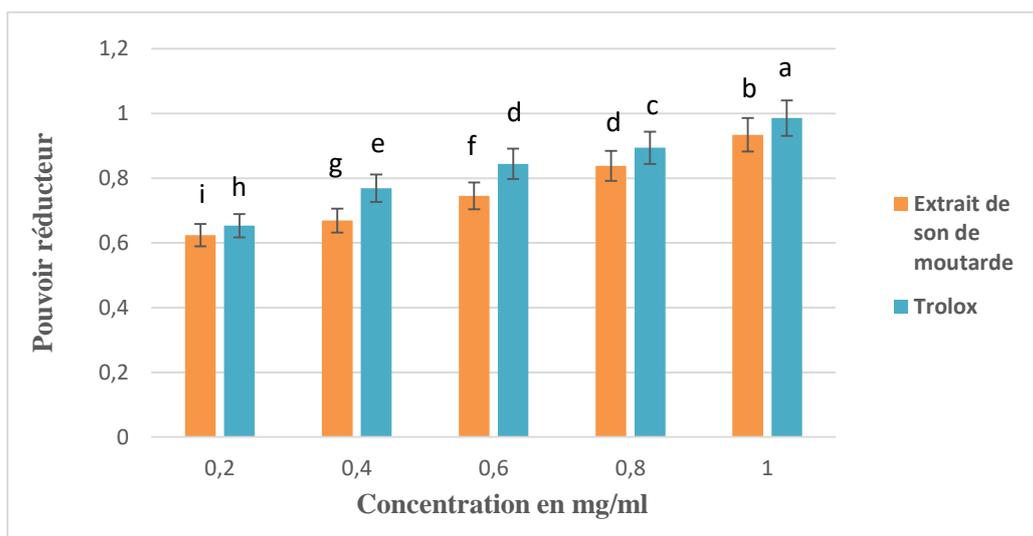
**Figure 13 :** Pourcentage de pouvoir scavenger du radical DPPH de l'extrait éthanolique de son des graines de moutarde brune comparé avec le trolox

La même lettre indique l'absence de différence significative ( $p < 0,05$ ) avec  $a > b > c > d > e > f > g > h > i$  et les barres verticales représentent les écarts types (nombre d'essais=3).

### V.5.2. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur est un test utilisé pour évaluer l'activité antioxydante d'un échantillon, ce test repose sur la capacité des antioxydants dans l'échantillon à réduire le fer ferrique ( $Fe^{3+}$ ) en fer ferreux ( $Fe^{2+}$ ), provoquant un changement de couleur du jaune-brun au bleu-verdâtre. L'intensité de couleur formée est proportionnelle à la quantité d'antioxydants présents dans l'échantillon. Ce qui permet d'estimer son activité antioxydante.

La **figure 14** montre que le pouvoir réducteur de l'extrait de son des graines de moutarde brune augmente avec l'augmentation des concentrations de l'extrait et du trolox.



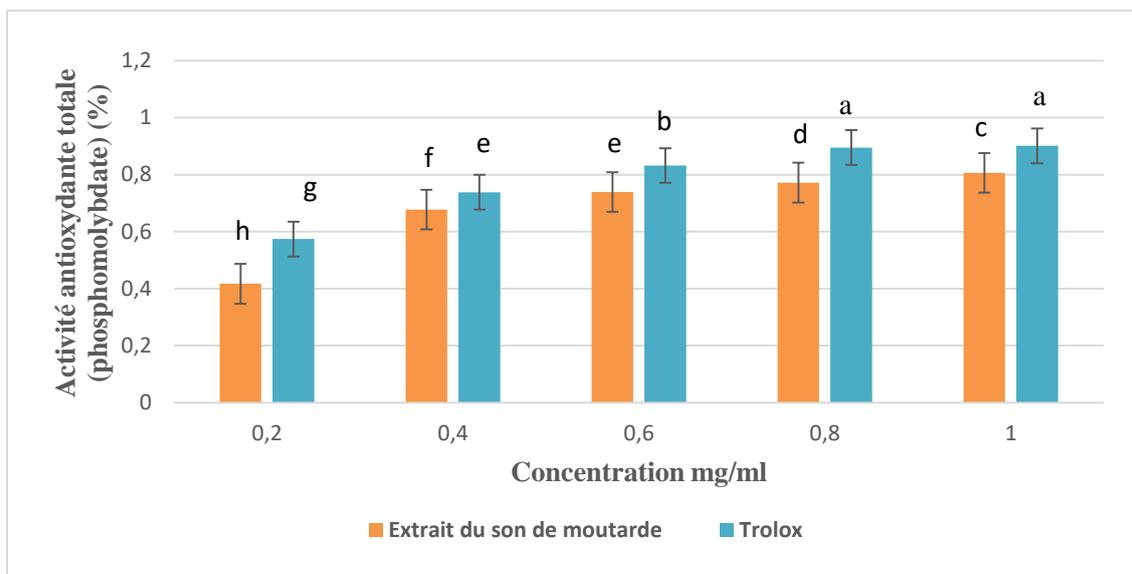
**Figure 14** : Pourcentage de pouvoir réducteur de l'extrait éthanolique de son des graines de moutarde brune comparé avec le trolox

La même lettre indique l'absence de différence significative ( $p < 0,05$ ) avec  $a > b > c > d > e > f > g > h > i$  et les barres verticales représentent les écarts types (nombre d'essais=3).

### V.5.3. Activité antioxydante totale

L'activité antioxydante totale est évaluée par la méthode phosphomolybdate. Cette méthode repose sur la capacité d'un échantillon à réduire les ions molybdate ( $\text{MoO}_4^{2-}$ ) en ions molybdène ( $\text{Mo}^{5+}$ ) pour former un complexe de molybdène de couleur vert ou bleu, dont l'intensité est directement proportionnelle à la capacité antioxydante dans l'échantillon.

L'activité anti-oxydante totale de l'extrait de son des graines de moutarde augmente de manière significative avec l'augmentation des concentrations de l'extrait de son des graines de moutarde brune et du trolox (**Figure 15**).



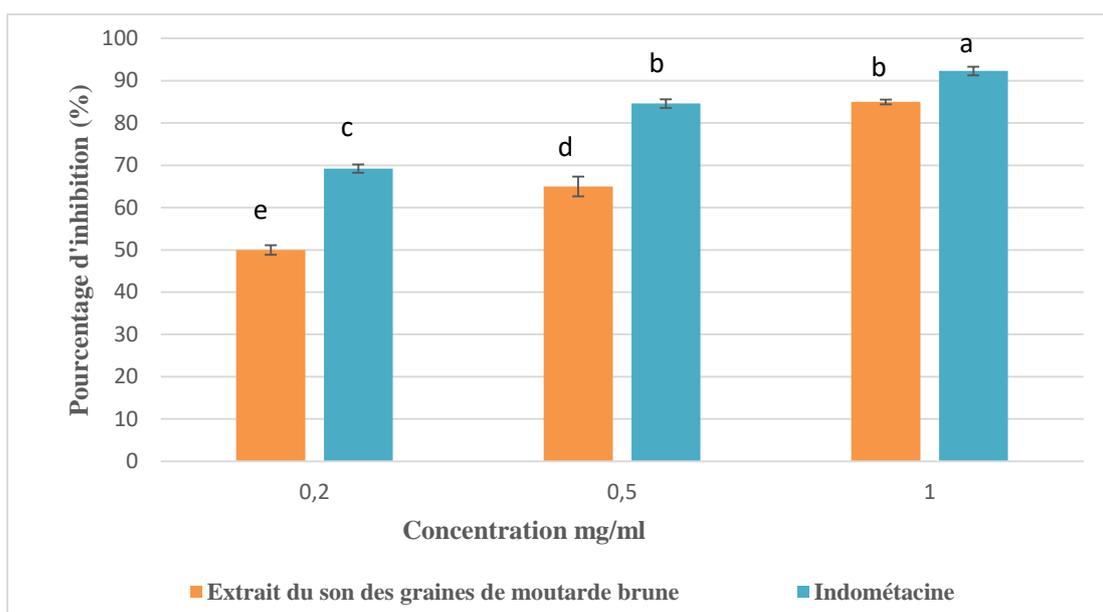
**Figure 15 :** Activité antioxydant totale de l'extrait éthanolique du son des graines de moutarde brune.

La même lettre indique l'absence de différence significative ( $p < 0,05$ ) avec  $a > b > c > d > e > f > g > h$  et les barres verticales représentent les écarts types (nombre d'essais=3).

## V.6. Activité anti-inflammatoire *in vitro*

L'indométacine est un anti-inflammatoire non stéroïdien souvent utilisé pour soulager la douleur, réduire l'inflammation et diminuer la fièvre. Elle agit par inhibition de la production de prostaglandines (des molécules que provoquent ces symptômes) (Limane, 2010).

La **figure 16** renseigne sur le pourcentage d'inhibition de la dénaturation protéique d'extrait de son des graines de moutarde et de l'indométacine. D'après les résultats obtenus L'extrait éthanolique de son des graines de moutarde brune démontre une inhibition maximale 85 % de la dénaturation des protéines à une concentration de 1 mg/ml. Parallèlement, l'indométacine présente une inhibition maximale de 92 % à la même concentration. Le pourcentage d'inhibition augmente avec l'augmentation des concentrations de l'extrait de son des graines de moutarde brune et de l'indométacine. Ces résultats indiquent une présence d'inhibition significative de la dénaturation des protéines suggérant une activité anti-inflammatoire.



**Figure 16 :** Pourcentage d'inhibition de la dénaturation protéique par l'extrait éthanolique de son des graines de moutarde brune comparé avec l'indométacine.

La même lettre indique l'absence de différence significative ( $p < 0,05$ ) avec  $a > b > c > d > e$  et les barres verticales indiquent les écarts types (nombre d'essais=3).

## V.7. Analyses physicochimiques du fromage

**Tableau IX :** Résultats des analyses physicochimiques de fromage frais.

Paramètre	pH	Humidité %	Matière grasse %
Echantillon			
Fromage blanc	4,98	41,95	19,5
Fromage avec moutarde	4,99	45,89	16
Normes	4,44±5,63	35 à 60	20

D'après ces résultats obtenus, nous constatons que tous les paramètres mesurés à savoir le pH, matière grasse et l'humidité sont conformes aux normes données par l'entreprise Ramdy.

### **V.7.1. pH**

Les résultats du pH du fromage blanc et le fromage avec des graines moutarde, sont montrés dans les tableaux précédents. Notre étude n'a montré aucune différence significative entre le pH du fromage blanc qui est de (4,98) et le fromage avec des graines de moutarde qui est de (4,99) et Ces résultats concordent avec les normes (4,44±5,63).

Les pH obtenus sont très proche l'un de l'autre et ils sont tous dans l'intervalle 4,44±5,63 donc absence d'acidification après l'ajout des graines moutarde.

### **V.7.2. Taux d'humidité**

Les résultats de l'humidité des deux types du fromage étudiée sont reportés dans les tableaux précédents. Le fromage avec des graines de moutarde est significativement plus riche en eau (45,89%) que le fromage blanc (41,95%). La valeur d'humidité du fromage blanc est inférieure de celle du fromage enrichi avec les graines de moutarde, cela est dû aux graines de moutarde ajoutées. La différence entre ces résultats peut être due au type de variété, aux conditions de culture. Donc le fromage blanc possède le bon paramètre contre le risque d'altération durant la conservation.

### **V.7.3. Matière grasse**

Le résultat obtenu montre que les deux fromages ont une valeur presque dans la norme qui est de 20% en matière grasse le fromage blanc à 19,5% et le fromage avec des graines de moutardes à 16%. On observe une diminution en matière grasse après l'ajout des graines de moutardes, la raison c'est à cause l'ajout de ces graines.

## V.8. Résultats des Analyse sensorielle

Après avoir réalisé le test organoleptique et avoir saisi sur le logiciel XLSTAT les données des jurys experts, la procédure de génération d'un plan d'expérience a été lancée.

**Tableau X** : Evaluation du plan d'expérience

<b>A-Efficacité</b>	<b>1,000</b>
<b>D-Efficacité</b>	<b>1,000</b>

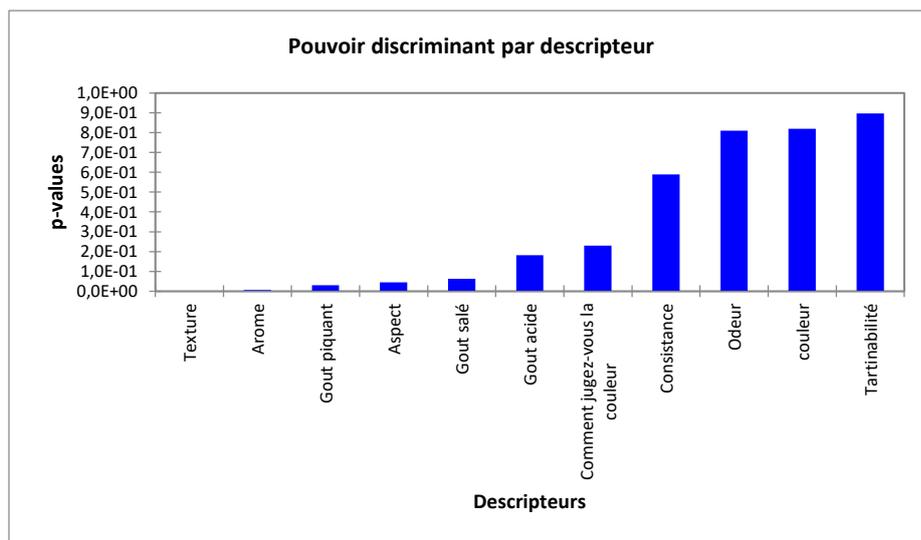
D'après les résultats de cette étude, pour chacune des catégories d'experts un plan d'expériences optimal a été trouvé ce qui valide les autres tests pour les échantillons du fromage frais avec le logiciel XLSTAT-MX afin de savoir les caractéristiques des produits.

### V.8.1. Pouvoir discriminant par descripteur

Ce test montre les descripteurs ordonnés avec les descripteurs discriminants les plus forts et les plus faibles. La figure ci-dessous montre les résultats obtenus pour le pouvoir discriminant par descripteur du panel d'experts.

La **figure 17** présente les descripteurs du plus au moins discriminants sur les 4 échantillons de fromage frais enrichit. Il permet de visualiser que : la texture est le descripteur le plus discriminant, cela prouve que les experts ont constatés des différences entre la texture des 4 échantillons préparés selon des différentes concentrations de sous-produit de moutarde,

Concernant les descripteurs arôme, gout piquant, aspect, gout salé, gout acide, comment jugé la couleur et la consistance présente un pouvoir discriminant faible, cependant les descripteurs odeur, couleur et tartinabilité ont un pouvoir discriminant le plus faible, cela veut dire que les experts n'ont pas pu déceler les différences entre les 4 échantillons du fromage frais.



**Figure 17** : Pouvoir discriminant par descripteur

### V.8.2. Coefficient des modèles

Dans ce test, les résultats obtenus pour chaque combinaison descripteur-produit, le coefficient, la moyenne estimée, la p-value ainsi qu'un intervalle de confiance sur le coefficient sont affichés. Les résultats des coefficients du modèle sont présentés sur la **figure18**.

Les graphes présentés sur la **figure 18** permettent de définir l'appréciation ou non appréciation des descripteurs des 04 échantillons du fromage frais A, B, C et D par les jurys experts. Les résultats sont notés comme suit :

➤ **Echantillon A** : Selon la **figure 18** la texture présentée en bleu, est la seule caractéristique détectée par les membres de jurys, qui veut dire que le descripteur texture de l'échantillon A est appréciée par l'ensemble des jurys experts. En blanc les caractéristiques affichées ne sont pas détectées par les jurys. Et en rouge la caractéristique arôme qui n'est pas appréciée par les jurys, cela veut dire que cette caractéristique est faible.

➤ **Echantillon B** : La **figure 18** illustre que l'aspect est représenté en bleu est la seule caractéristique détectée de la part des membres de jurys, c'est-à-dire que le descripteur aspect de l'échantillon B est bien apprécié par l'ensemble des jurys experts. En blanc sont affichées les caractéristiques du produit qui ne sont pas détectées par les jurys. Donc en résumé, l'échantillon du fromage B est caractérisé par un aspect agréable.

- **Echantillon B :** La **figure 18** illustre que l'aspect est représenté en rouge est une caractéristique non appréciée par tous les jurys, et en blanc sont des caractéristiques que les membres de jurys ils n'ont pas arrivés à détecter. c'est-à-dire que l'échantillon B du fromage présente un arôme non appréciable.
- **Echantillon B :** La **figure 18** indique que y 'a aucune caractéristique était détecter par les jurys experts.
- **Echantillon C :** La **figure 18** indique le caractère gout salé en bleu est la seule caractéristique détecté par le panel expert, ce qui démontre que l'échantillon C est caractérisé par un gout salé agréable. En blanc sont affichées les caractéristiques de l'échantillon qui ne sont pas détecté par les experts.
- **Echantillon D:** La **figure 18** montre que l'arôme, gout salé et gout piquant présenté en bleu, sont les trois caractéristiques détectées par les membres de jurys, c'est-à-dire que ces descripteurs de l'échantillon D sont appréciés par l'ensemble des jurys experts, cela veut dire qu'il y a une sensation en bouche forte et un gout agréable et piquant. Tandis que les caractéristiques qui sont en blanc ne sont pas détectées par les experts.

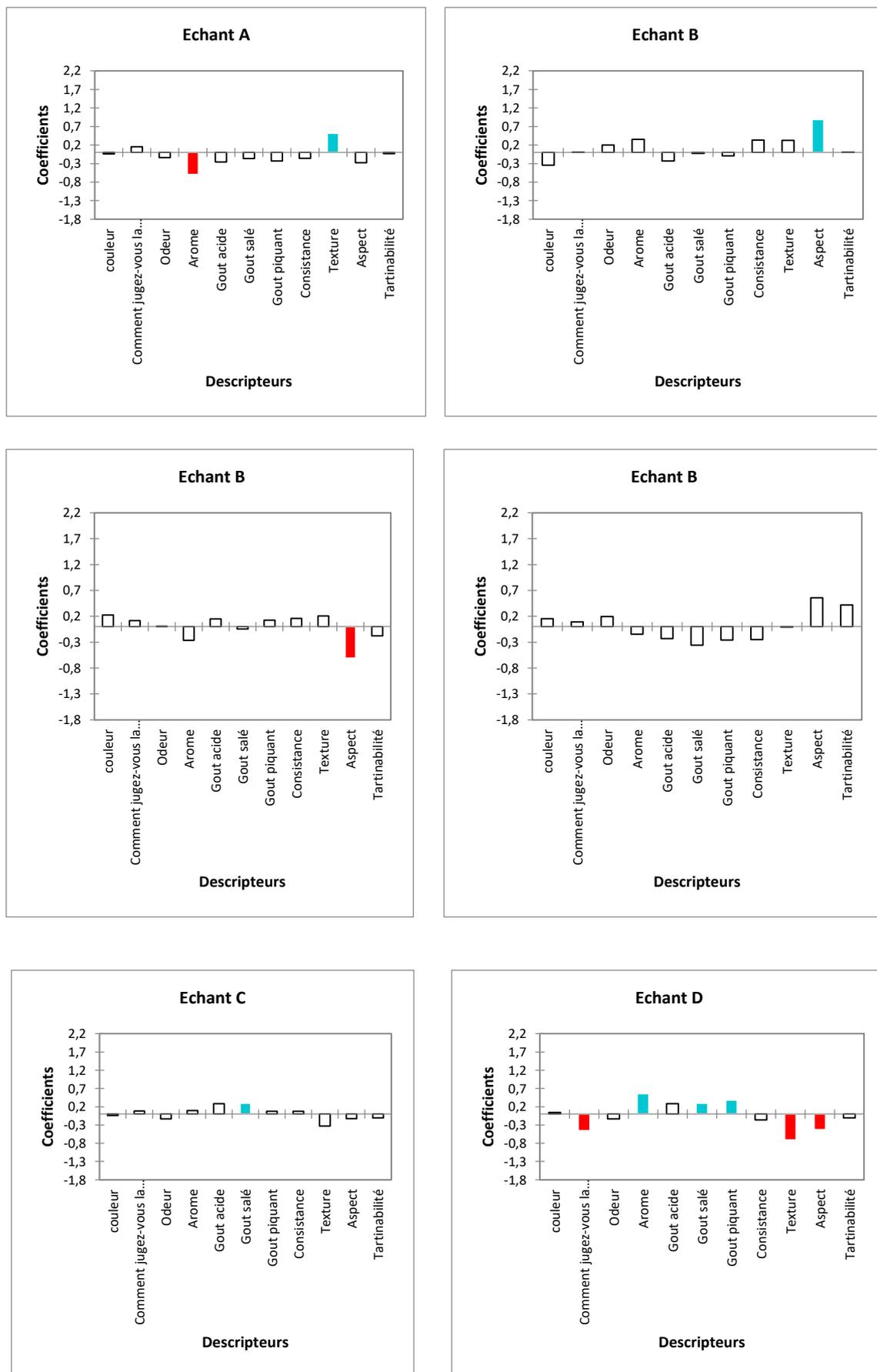


Figure 18 : Coefficients des modèles des quatre échantillons du fromage frais

### V.8.3. 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. Les moyennes ajustées par le produit sont représentés dans le **tableau XI**.

Le tableau des moyennes ajustées par produit permet de ressortir les moyennes, lorsqu'on croise les différents produits et les caractéristiques. Les trois couleurs significants, pour le bleu à un effet significativement positif du descripteur sur le produit, le rouge à un effet significativement négatif du descripteur sur le produit et le blanc il n'a aucun effet sur le produit.

Les résultats sont affichés comme suit :

- **Echantillon A** : On remarque que le descripteur arôme a un effet significativement négatif sur le produit, par contre la texture a un effet significativement positif.
- **Echantillon B** : Le descripteur aspect a un effet significativement positif sur le produit.
- **Echantillon B** : Le descripteur aspect à un effet significativement négatif sur le produit.
- **Echantillon B** : Tous les descripteurs sont en blanc n'ont ni effet négatif ni un effet significativement positif sur le produit.
- **Echantillon C** : Le descripteur goût salé a un effet significativement positif.
- **Echantillon D** : Les descripteurs aspect, comment jugez-vous la couleur et textures ont un effet significativement négatif, par contre les descripteurs goût piquant, goût salé et arôme ont un effet significativement positif.

Tableau XI : Moyennes ajustées par fromage

	Gout piquant	Gout acide	Gout salé	Arome	Couleur	Consistance	Aspect	Odeur	Tartinabilité	Comment jugez-vous la couleur	Texture
Echant D	1,846	3,231	3,385	3,538	2,308	2,615	3,000	2,692	3,769	3,231	1,385
Echant C	1,538	3,231	3,385	3,077	2,231	2,846	3,308	2,692	3,769	3,769	1,769
Echant B	1,586	3,099	3,040	2,714	2,495	2,930	2,821	2,835	3,700	3,806	2,304
Echant B	1,372	2,718	3,064	3,333	1,923	3,109	4,321	3,026	3,878	3,699	2,423
Echant A	1,231	2,692	2,923	2,385	2,231	2,615	3,154	2,692	3,846	3,846	2,615
Echant B	1,205	2,718	2,731	2,833	2,423	2,526	3,987	3,026	4,295	3,782	2,090

#### V.8.4. Cartographie des préférences (préférence MAPING PREFMAP)

L'analyse en composantes principales est l'une des méthodes d'analyse de données multi variées les plus fréquemment utilisées. Elle permet d'étudier des ensembles de données multidimensionnelles avec des variables quantitatives.

Cette méthode permet de relier les préférences des consommateurs aux caractéristiques physicochimiques ou sensorielles d'un produit et visualiser ces relations sur une même carte graphique (en deux ou trois dimensions).

La méthode PREFMAP consiste ensuite à modéliser pour chaque consommateur (ou groupe de consommateurs) les notes qu'il a données aux différents produits en fonctions des caractéristiques de ces derniers, dans le but de représenter ensuite les consommateurs sur la carte sensorielle.

Afin de pouvoir réaliser une cartographie externe, on aura besoin de deux types de données :

- Les notes moyennes données par les experts pour chaque attribut étudié pour effectuer une analyse en Composante Principale (ACP).

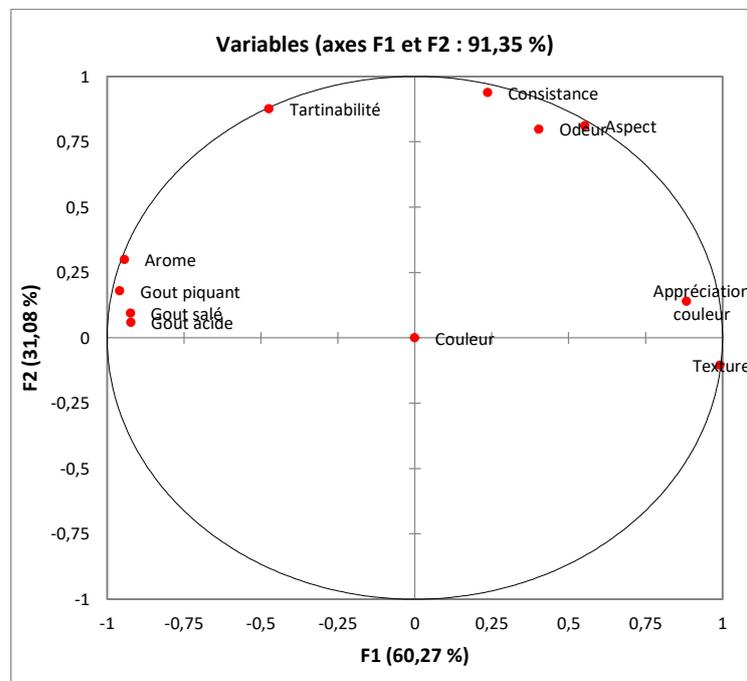
- Les notes d'acceptabilité attribuées par les consommateurs pour chaque échantillon pour réaliser une Classification Ascendante Hiérarchique (CAH).

#### V.8.4.1. Analyse en composantes principales (ACP)

L'ACP est une technique de réduction de la dimension qui permet l'exploration et la visualisation d'un tableau de données individus par variables quantitatives (J., & Husson, F. 2009).

L'Analyse en Composantes Principales (ACP) est une méthode statistique multivariée qui permet d'extraire les corrélations d'un ensemble de données à travers un ensemble de Fonctions empiriques. Elle représente une méthode descriptive permettant d'étudier les relations linéaires entre les variables sans tenir compte a priori d'une quelconque structure. La figure suivante permet de présenter les corrélations entre les variables et les facteurs par ACP.

Le **figure 19** montre que tous les descripteurs sont présentés dans le cercle, et que le niveau de variabilité est de 91,35%, cela permet de constater que les produits ont été perçus par les experts comme assez différents.



**Figure 19** : Corrélation entre les variables et les facteurs

#### V.8.4.2. Classification ascendante hiérarchique (CAH)

En classification hiérarchique ascendante, le procédé consiste à grouper les observations individuelles en classes par agrégation successive jusqu'à ce que toutes les observations fassent partie de la même classe.

Des regroupements successifs produisent un arbre binaire de classification (dendrogramme), dont la racine correspond à la classe regroupant l'ensemble des individus.

Ce dendrogramme représente une hiérarchie de partitions. Ce qui permet de choisir une partition en tronquant l'arbre à un niveau donné, le niveau dépendant soit des contraintes de l'utilisateur (l'utilisateur sait combien de classes il veut obtenir), soit de critères plus objectifs (EVERITT et al., 2001).

L'application de l'analyse des données CAH engendre plusieurs tableaux et graphes selon la **figure 20**. Le graphe du profil des classes permet de comparer visuellement les moyennes des différentes classes créées.

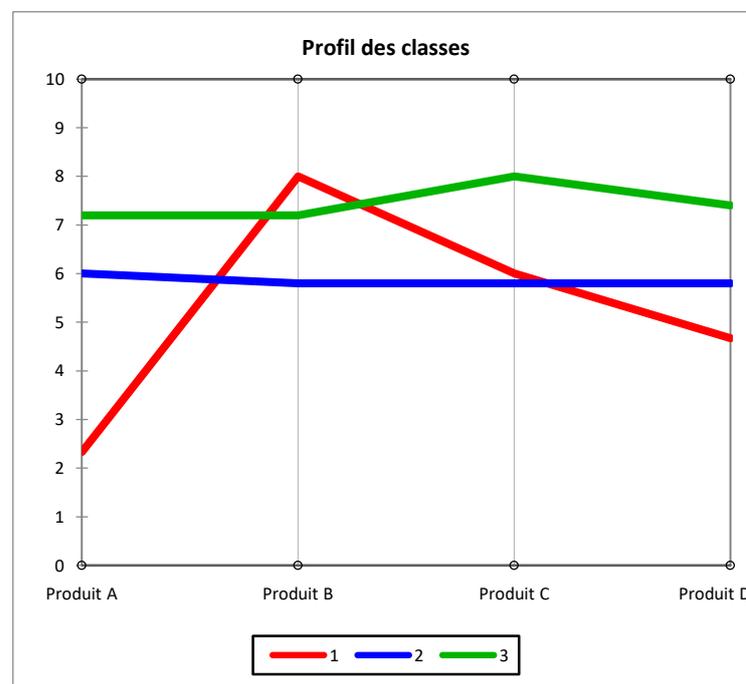


Figure 20 : Profil des classes.

### V.8.5. Synthèse de MAPPING des préférences

**Tableau XII** : Objet classés par ordre croissant de préférence

<b>Classe1</b>	<b>Classe 2</b>	<b>Classe 3</b>
<b>Echant D</b>	<b>Echant C</b>	<b>Echant A</b>
<b>Echant A</b>	<b>Echant D</b>	<b>Echant B</b>
<b>Echant B</b>	<b>Echant B</b>	<b>Echant D</b>
<b>Echant C</b>	<b>Echant A</b>	<b>Echant C</b>

Le **tableau XII** représente les objets classés par ordre croissant de préférence, dans ce tableau les échantillons sont affichés par ordre croissant de préférence, pour chaque juge. En d'autres termes, la dernière ligne correspond aux objets les plus préférés des juges, selon les modèles de préférence. L'échantillon le plus préféré selon la classe 1 est l'échantillon C, pour la classe 2 c'est l'échantillon A et pour le plus préféré est C.

**Tableau XIII** : Pourcentage de juges satisfait pour chaque objet

<b>Objet</b>	<b>%</b>
<b>Echant A</b>	<b>33%</b>
<b>Echant B</b>	<b>67%</b>
<b>Echant C</b>	<b>67%</b>
<b>Echant D</b>	<b>0%</b>

Le **tableau XIII** correspond au pourcentage des juges satisfaits. Pour chaque produit est affiché le pourcentage de juges. L'échantillon B et C présentent un pourcentage de satisfaction de 67%, suivi des échantillons A avec un pourcentage de 33%, mais par contre l'échantillon D possède le plus faible pourcentage par rapport aux autres échantillons qui est égal à 0%, cela implique que l'échantillon D est le moins apprécié.

### V.8.6. Courbe de niveau et carte de préférence

D'après les résultats obtenus, les groupes des trois classes préfèrent les échantillons B et C.

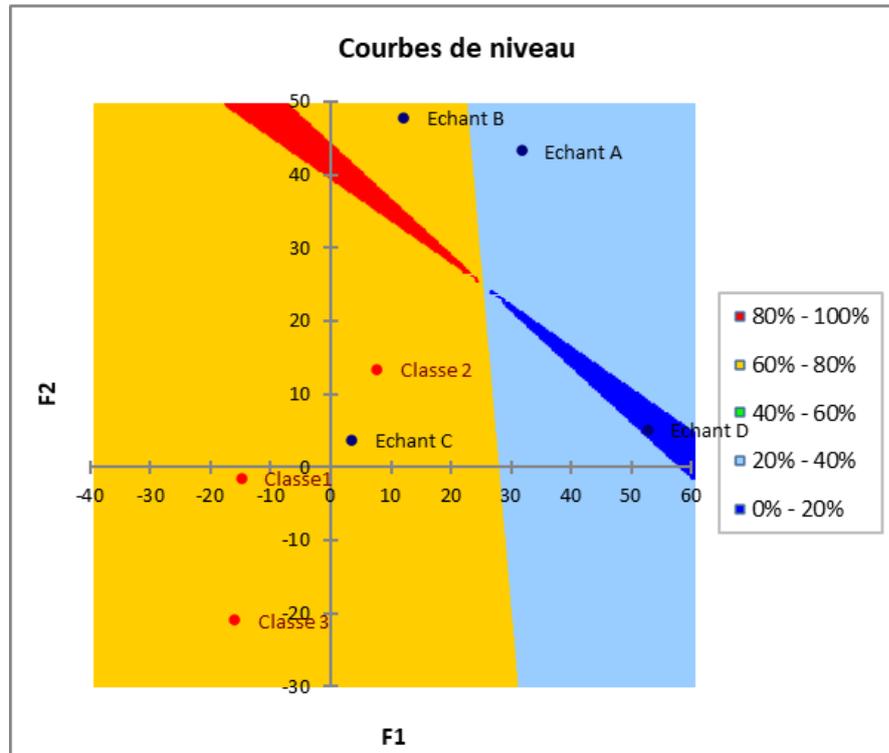


Figure 21 : Courbe de niveau et carte de préférence.

# *Conclusion Générale*

## *Conclusion Générale*

---

La stratégie d'extraction assistée par ultrason (EAU) a été développée pour extraire les composés phénoliques totaux (CPT) du son des graines de moutarde. Les paramètres d'extraction ont été optimisés en utilisant une méthodologie de surface de réponse (MSR). Cette dernière a été utilisée avec succès pour étudier l'influence de la concentration de l'éthanol, de la température et du temps d'extraction sur le rendement en composés phénoliques totaux. Les conditions d'extraction optimales étaient les suivantes : éthanol 80%, température d'extraction 80°C et temps d'extraction 49min.

Des résultats très intéressants ont été obtenus lors de l'évaluation des propriétés antioxydantes par le radical DPPH, le pouvoir réducteur et par le test au phosphomolybdate, des extraits de son de moutarde manifeste une forte activité antioxydante. De plus, une évaluation de l'activité anti-inflammatoire a été effectuée, révélant des résultats qui suggèrent un fort potentiel du son de moutarde pour la réduction d'inflammation.

L'incorporation du son de moutarde à différentes concentrations (0.5, 1 et 2%) dans du fromage blanc a permis l'obtention d'un produit dont les caractéristiques physico-chimiques étaient propres à la consommation et possèdent une qualité satisfaisante et conforme aux normes de l'industrie fromagère et qui a été apprécié par le jury expert. Cependant il faudrait souligner que le fromage blanc avec du son de moutarde à 0.5% était le plus apprécié.

Afin d'approfondir ce travail il serait intéressant d'effectuer une caractérisation du profil phénolique des extraits de son de moutarde et d'évaluer d'avantage d'activités biologiques ainsi que l'élaboration d'un fromage enrichi avec du son de moutarde à l'échelle pilote.

*Références  
bibliographiques*

### A

**Abul-Fadl, M. M., El-Badry, N., & Ammar, M. S. (2011).** Nutritional and chemical evaluation for two different varieties of mustard seeds. *World Applied Sciences Journal*, 15(9), 1225-1233.

**AFNOR, (1980).** Lait produit laitiers : méthode d'analyse. AFNOR, paris, 1998. AFNOR, 1986.

**AFNOR (1985).** Contrôles de la qualité des produits laitiers – Analyses physiques et chimiques 3<sup>ème</sup> édition : Pp107-121-125-167-251-32.

**Alam, M. B., Hossain, M. S., & Haque, M. E. (2011).** Antioxidant and anti-inflammatory activities of the leaf extract of *Brassica nigra*. *Int j pharmscires*, 2(2), 303-310.

**Antova, G. A., Angelova-Romova, M. I., Petkova, Z. Y., Teneva, O. T., & Marcheva, M. P. (2017).** Lipid composition of mustard seed oils (*Sinapis alba* L.). *Bulgarian chemical communications*, 49, 55-60.

**Arvy, M., & Gallouin, F. (2003).** *Epices, aromates et condiments*. Belin Editeur

### B

**Bendimerad, N. (2013).** Caractérisation phénotypique technologique et moléculaire d'isolats de bactéries lactiques de laits crus recueillis dans les régions de l'Ouest Algérien. Essai de fabrication de fromage frais type «Jben.» (Doctoral dissertation).

**Boizot, N., & Charpentier, J. P. 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.

**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.

**Boutonnier, J. L. (2000).** Fabrication du fromage fondu. Ed. Techniques Ingénieur.

### C

**Chatel, G. (2016).** La sonochimie, ou comment les ultrasons font vibrer la chimie ! l'actualité chimique, (410), 9.

**Chemat, F., & Khan, M. K. (2011).** Applications of ultrasound in food technology: processing, preservation and extraction. *Ultrasonics sonochemistry*, 18(4), 813-835.

**Cools, K., & Terry, L. A. (2018).** The effect of processing on the glucosinolate profile in mustard seed. *Food chemistry*, 252, 343-348.

### D

**Dar R.A., Brahman P.K., Khurana N., Wagay J.A., Lone Z.A., Ganaie M.A. et Pitre K.S. (2017).** Evaluation of antioxidant activity of crocin, podophyllotoxin and kaempferol by chemical, biochemical and electrochemical assays. *Arabian Journal of Chemistry*. 10: 1119-1128.

**Das, G., Tantengco, O. A. G., Tundis, R., Robles, J. A. H., Loizzo, M. R., Shin, H. S., & Patra, J. K. (2022).** Glucosinolates and Omega-3 Fatty Acids from Mustard Seeds: Phytochemistry and Pharmacology. *Plants*, 11(17), 2290.

### E

**Eck, A., et Gillis, J. 1997.** La micelle de la cseine et la coagulation du lait. Le fromage. Rue nue lavoisier Paris. 3 ème édition. 24p

**Engels, C., Schieber, A., & Gänzle, M. G. (2012).** Sinapic acid derivatives in defatted Oriental mustard (*Brassica juncea* L.) seed meal extracts using UHPLC-DAD-ESI-MS n and identification of compounds with antibacterial activity. *European Food Research and Technology*, 234, 535-542.

**Everitt B.S., Landau S., Leese M. (2001).** Cluster analysis, 4ème éd. Arnold, London, p. 35- 42.

### F

**Fabiano-Tixier, A. S., Rombaut, N., Jacottet-Navarro, M., Bily, A., & Chemat, F. (2016).** Éco-extraction du végétal intensifiée par ultrasons. *La Sonochimie*, 31-35.

**Fadil, M., Farah, A., Ihssane, B., Haloui, T., & Rachiq, S. (2015).** Optimisation des paramètres influençant l'hydrodistillation de *Rosmarinus officinalis* L. par la méthodologie de surface de réponse Optimization of parameters influencing the hydrodistillation of *Rosmarinus officinalis* L. by response surface methodology. *J. Mater. Environ. Sci*, 6(8), 2346-2357.

**Fahmi, R. (2016).** Antioxidant and antibacterial properties of endogenous phenolic compounds from commercial mustard products (Master's thesis).

**FAO. (1995).** Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine (No. 28). Food & Agriculture Org.

**Farrimond, S. (2018).** The Sciences of Spics: Understand Flavor Connections And Revolutionize Your Cooking. Penguin.

**Font, R., Del Río, M., Fernández-Martínez, J. M., & de Haro-Bailón, A. (2004).** Use of near-infrared spectroscopy for screening the individual and total glucosinolate contents in Indian mustard seed (*Brassica juncea* L. Czern. & Coss.). *Journal of agricultural and food chemistry*, 52(11), 3563-3569.

## G

**Gök, V., Çağlar, M. Y., & Tomar, O. (2020).** Comparison of chemical properties, antioxidant capacity, and phenolic acids of autoclaved and unautoclaved ground mustard seeds. *Food Science and Technology*, 41, 513-518.

**Grygier, A. (2022).** Mustard seeds as a bioactive component of food. *Food Reviews International*, 1-14.

**Guiraud J.P. (2003).** Microbiologie Alimentaire. Edition DUNOD. Paris. p : 136-139.

## H

**Haddadi-Guemghar, H., Janel, N., Dairou, J., Remini, H., & Madani, K. (2014).** Optimisation of microwave-assisted extraction of prune (*Prunus domestica*) antioxidants by response surface methodology. *International Journal of Food Science & Technology*, 49(10), 2158–2166. <https://doi.org/10.1111/ijfs.12526>

**Hayaloglu, A. A., et Farkye N. Y. (2011).** Cheese with added herbs, Spices and condiments. hennebelle, T.

**Hsieh, J. F., & Pan, P. H. (2012).** Proteomic profiling of the coagulation of milk proteins induced by chymosin. *Journal of agricultural and food chemistry*, 60(8), 2039-2045.

### I

**Ildikó, S. G., Klára, K. A., Marianna, T. M., Ágnes, B., Zsuzsanna, M. B., & Bálint, C. (2006).** The effect of radio frequency heat treatment on nutritional and colloid-chemical properties of different white mustard (*Sinapis alba* L.) varieties. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 7(1-2), 74-79.

### J

**Jeantet, R., Croguennec, T., Garric, G., & Brulé, G. (2017).** Initiation à la technologie fromagère. Lavoisier Tec & doc.

**Jordan, M. A. (2015).** *The good cook's book of mustard: one of the world's most beloved condiments, with more than 100 recipes.* Simon and Schuster.

**Juliet Harbutt. 2010.** Introduction, le grand livre des fromages. France : Edition Milan 300, rue Léon Joulin 31101 Toulouse codex 9, 5p.

**Josse, J., & Husson, F. (2009).** Gestion des données manquantes en analyse en composantes principales. *Journal de la société française de statistique*, 150(2), 28-51.

### K

**Kar, B; Kumar, R.S; Karmakar, L; Narayan Dola, N; Bala, A; Mazumder, U.K. and Hadar, P.K. (2012).** Antioxidant and in vitro anti-inflammatory activities of *Mimusops elengi* leaves. *J.Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*. P. 976-980.

**0Karou, D; Dcko, M.H; Simpore, J.S; Traore, F.S. (2005).** Antioxidant and antibacterial activities of polyphénols from ethnomedicinal plants of Burkina Faso, 4 (8): 823-828.

**Kole, C., & Mohapatra, T. (2022).** *The Brassica juncea Genome*. Springer International Publishing.

**Kumar, V., Thakur, A. K., Barothia, N. D., & Chatterjee, S. S. (2011).** Therapeutic potentials of *Brassica juncea*: an overview. *CellMed*, 1(1), 2-1.

**Kumar, K., Srivastav, S., & Sharanagat, V. S. (2021).** Ultrasound assisted extraction (UAE) of bioactive compounds from fruit and vegetable processing by-products: A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 70, 105325.

### L

**Limane, O. (2010).** *Cytotoxicité de l'indométacine, un anti-inflammatoire non stéroïdien, dans les cellules VERO et SP2* (Doctoral dissertation, Alger).

**Liu, X., Zhao, M., Wang, J., Yang, B., & Jiang, Y. (2008).** Antioxidant activity of methanolic extract of emblica fruit (*Phyllanthus emblica* L.) from six regions in China. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21(3), 219–228.

**Liyanapathirana, C; Shahidi, F; (2005).** Optimization of extraction of phenolic compounds from wheat using response surface methodology. *Food Chemistry*.

**Luquet, F. M. (1990).** Lait et Produits laitiers Vache, chèvre. 2. Les produits laitiers Transformation et technologie. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, p95.

### M

**Mansouri, A., Embarek, G., Kokkalou, E., & Kefalas, P. (2005).** Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food chemistry*, 89(3), 411-420.

**Maran, J.P., & Manikandan, S., (2012).** Response surface modeling and optimization of process parameters for aqueous extraction of pigments from prickly pear (*Opuntia ficu-sindica*) fruit. *Dyes and Pigments*.

**Mason, T. J., Paniwnyk, L., & Chemat, F. (2003).** Ultrasound as a preservation technology. In *Food preservation techniques* (pp. 303-337). Elsevier.

**McGuire, D. C. (2016).** A taste for mustard: an archaeological examination of a condiment and its bottles from a loyalist homestead in Upper Canada. *International Journal of Historical Archaeology*, 20, 666-692.

### R

**Rai, P. K., Yadav, P., Kumar, A., Sharma, A., Kumar, V., & Rai, P. (2022).** Brassica juncea: A Crop for Food and Health. In *The Brassica juncea Genome* (pp. 1-13). Cham: Springer International Publishing.

**Ramet, JP. (1993).** La technologie des fromages au lait de dromadaire (*Camelus dromedarius*) (Vol. 113). Organisation de l'Alimentation et de l'Agriculture.

**Reungoat, V., Mouterde, L. M., Chadni, M., Couvreur, J., Isidore, E., Allais, F., & Ioannou, I. (2021).** Simultaneous extraction and enzymatic hydrolysis of mustard bran for the recovery of sinapic acid. *Food and Bioproducts Processing*, 130, 68-78.

**Rodríguez De Luna S. L., Ramírez-Garza R. E., Serna Saldívar S. O. (2020).** Environmentally Friendly Methods for Flavonoid Extraction from Plant Material: Impact of Their Operating Conditions on Yield and Antioxidant Properties. *The Scientific World Journal*, 1–38.

### S

**Sánchez-Moreno, C. (2002).** Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. *Food science and technology international*, 8(3), 121-137.

**Sawicka, B., Kotiuk, E., Bienia, B., & Wójcik, S. (2013, April).** Znaczenie gorczycy białej (*Sinapis alba*), gorczycy sarepskiej (*Brassica juncea* var. *sareptana*) i gorczycy czarnej (*Brassica nigra*) w fitoterapii [Meaning of white mustard (*Sinapis alba*), black mustard (*Brassica juncea* var. *sareptana*) and black mustard (*Brassica nigra*) in phytotherapy]. I Międzynar. In *Konf. "Ziołolecznictwo, biokosmetyki i żywność funkcjonalna" [1st Int. Conf. on: Herbal Medicine, Biocosmetics and Functional Foods]*. Krosno (pp. 18-19).

**Sethiya, N. K., Trivedi, A., & Mishra, S. (2014).** The total antioxidant content and radical scavenging investigation on 17 phytochemical from dietary plant sources used globally as functional food. *Biomedicine & Preventive Nutrition*, 4(3), 439–444.

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

### T

**Thomas, J., Kuruvilla, K. M., & Hrideek, T. K. (2012).** Mustard. In *Handbook of herbs and spices* (pp. 388-398). Woodhead Publishing.

**Tian, Y., & Deng, F. (2020).** Phytochemistry and biological activity of mustard (*Brassica juncea*): a review. *CyTA-Journal of Food*, 18(1), 704-7.

### V

**Valentin Reungoat, Louis M.M. Mouterde, Morad Chadni, Julien Couvreur, Emilie Isidore, et al.** Simultaneous extraction and enzymatic hydrolysis of mustard bran for the recovery of sinapic acid. *Food and Bioproducts Processing*, Elsevier, 2021, 130, pp.68-78. [ff10.1016/j.fbp.2021.09.003](https://doi.org/10.1016/j.fbp.2021.09.003) ff.fhal-03513107

### W

**Walther, B., Schmid, A., Sieber, R. et Wehrmüller, K. (2008).** Cheese in nutrition and health. *Science and dairy technology*, 88, 389-405.



## *Références numériques*

---

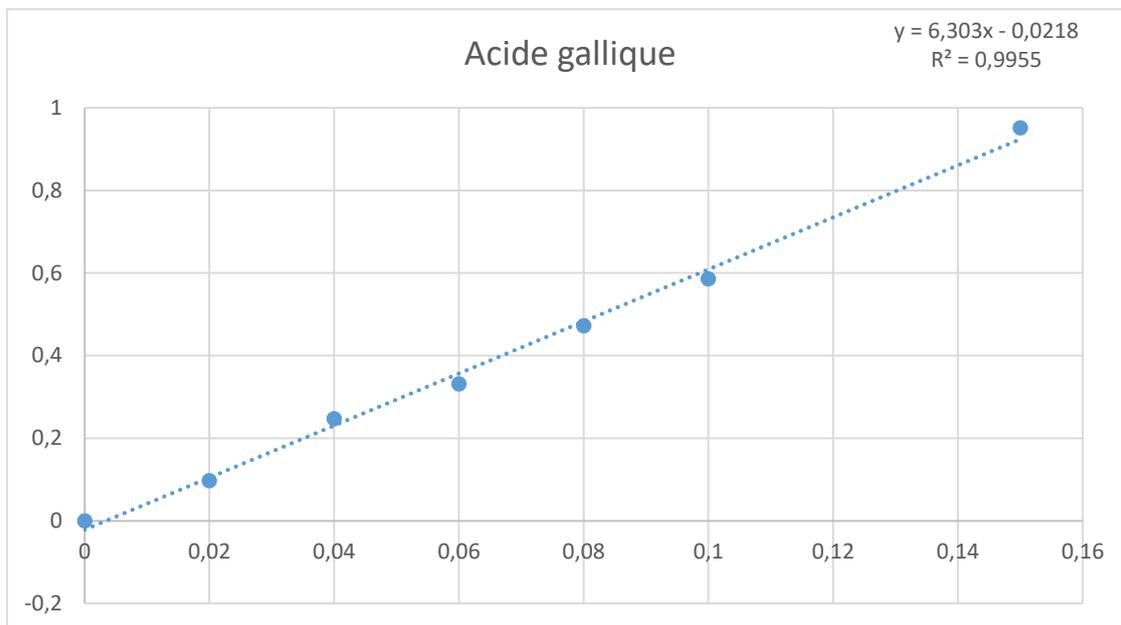
**Ivan. (S. d.-b).** Antique illustration of a Medicinal and Herbal Plants. Illustration. Getty Images. <https://www.gettyimages.fr/detail/illustration/mustard-flower-illustration-libre-de-droits/1131221800>.

**Anonyme. (2022).** Moutarde des champs. [fr.m.wikipedia.org. https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Moutarde\\_des\\_champs](https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Moutarde_des_champs).

# *Annexes*

## Annexe I

### Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols



**Figure :** Courbe d'étalonnage de dosage des polyphénols.

**Annexe II**

**Questionnaire de l'analyse sensorielle du fromage frais**

Sexe : H ou F                      Age : .....                      N° de poste : .....                      Date : .. / .. / .....

Quatre échantillons du fromage frais enrichis codé A, B, C et D vous sont présentés, il vous est demandé d'évaluer différentes caractéristiques et attribuer une appréciation selon les codes donné de 1 à 5.

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

**1) La Couleur :**

- 1. Blanc
- 2. Blanc cassé
- 3. Beige
- 4. Jaune
- 5. Jaune foncé

A	B	C	D

**2) Comment jugez-vous la couleur :**

- 1. n'est pas appréciée
- 2. peu appréciée
- 3. moyennement appréciée
- 4. bien appréciée
- 5. très bien appréciée

A	B	C	D

**3) Intensité de l'odeur (sans goûter):**

- 1. Très faible
- 2. Faible
- 3. Moyenne
- 4. Forte
- 5. Très forte

A	B	C	D

**4) Intensité de l'arôme (sensation en bouche) :**

- 1. Très faible
- 2. Faible
- 3. Moyenne
- 4. Forte
- 5. Très forte

A	B	C	D

**5) Gout acide :**

- 1. Très faible
- 2. Faible
- 3. Moyenne
- 4. Forte
- 5. Très forte

A	B	C	D

**6) Gout salé :**

1. Très faible
2. Faible
3. Moyenne
4. Forte
5. Très forte

A	B	C	D

**7) Gout piquant :**

1. Très faible
2. Faible
3. Moyenne
4. Forte
5. Très forte

A	B	C	D

**8) Consistance :**

1. Très molle
2. molle
3. Moyenne
4. ferme
5. Très ferme

A	B	C	D

**9) Texture :**

1. Très granuleuse
2. Granuleuse
3. Moyenne
4. Lisse
5. Très lisse

A	B	C	D

**10) Comment jugez-vous l'aspect ?**

1. n'est pas appréciée
2. peu appréciée
3. moyennement appréciée
4. bien appréciée
5. très bien appréciée

A	B	C	D

**11) Tartinabilité :**

1. Très difficile
2. Difficile
3. Moyenne
4. Facile
5. Très facile

A	B	C	D

**12) Préférence globale :**

Attribuez pour chaque échantillon une note de préférence entre 1 à 9, sachant que 1 correspond à l'échantillon le moins préféré et le numéro 9 à celui le plus préféré :

1. Extrêmement désagréable
2. Très désagréable
3. Désagréable
4. Assez désagréable
5. Ni agréable ni désagréable
6. Assez agréable
7. Agréable
8. Très agréable
9. Extrêmement agréable.

A	B	C	D

## *Résumé*

La présente étude est portée sur la valorisation du son de moutarde par l'extraction de ses composés phénoliques par les ultrasons (EAU) en utilisant la méthodologie de surface de réponse et par son incorporation dans un fromage blanc. L'effet des trois variables indépendantes, concentration de solvant, le temps d'extraction et la température d'extraction sur le rendement de l'extraction en CPT a été étudié. Les conditions optimales de EAU qui ont permis d'obtenir un meilleur rendement en CPT étaient éthanol 80%, temps d'extraction 48.73 min et température d'extraction 60°C. La valeur nutritionnelle du son de moutarde a été démontrée par l'évaluation de l'activité antioxydante et l'effet anti-inflammatoire des extraits. L'incorporation du son de moutarde dans le fromage blanc a été suivi d'analyse physico chimique et sensorielle. Les résultats obtenus ont démontré que le son de moutarde pourrait être considéré comme un aliment fonctionnel qui incorporé dans le fromage blanc offrirait un aliment à haute valeur nutritionnelle.

**Mots clés :** *Son de moutarde*, Composés Phénoliques, Optimisation, Ultrasons, Valorisation, Fromage Blanc

## *Abstract*

The present study focused on the valorization of mustard bran through the extraction of its phenolic compounds by ultrasound (EAU) using response surface methodology and its incorporation into a white cheese. The effect of the three independent variables, solvent concentration, extraction time and extraction temperature on extraction yield in CPT was studied. The optimum conditions that gave the best CPT yield were ethanol 80%, extraction time 48.73 min and extraction temperature 60°C. The nutritional value of mustard bran was demonstrated by assessing the antioxidant activity and anti-inflammatory effect of the extracts. The incorporation of mustard bran into white cheese was followed by physico-chemical and sensory analysis. The results obtained showed that mustard bran could be considered a functional food which, when incorporated into white cheese, would offer a food with high nutritional value.

**Keywords:** Mustard Bran, Phenolic Compounds, Optimization, Ultrasound, Valorization, White Cheese