



**République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*

UNIVERSITE ABBES LAGHROUR KHENCHELA

FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE

DEPARTEMENT DES SCIENCES AGRONOMIQUES



MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

FILIERE : Biotechnologie

OPTION: Biotechnologie Végétale

Thème

Valorisation des margines de la wilaya de KHENCHELA

Présenté par :

HEMIDI Manar et BELHAFSI Nedjma

Soutenu le / / 2024

Mémoire de Master académique soutenu devant le jury composé de :

Président	Dr. Dib Dounia	Univ. Abbès Laghrou – Khenchela
Encadreur	Dr. KADI Kenza.	Univ. Abbès Laghrou – Khenchela
Examineur	Dr. LEKMINE Sabrina MCB	Univ. Abbès Laghrou – Khenchela

Année universitaire 2023/ 2024

قال تعالى : (قل اعملوا فسيرى الله عملكم ورسوله
والمؤمنون)

إلهي لا يطيب الليل إلا بشرك ولا يطيب النهار إلا
بطاعتك ..

ولا تطيب اللحظات إلا بذكرك .. ولا تطيب الآخرة إلا
بعفوك ... ولا تطيب الجنة إلا برويتك



Remerciement

Avant tout nous remercions "Allah" tout puissant qui nous donné le courage, la volonté et la force pour accomplir

Ce travail. À nos parents qui ont fait beaucoup de sacrifices pour notre réussite.

On adresse nos plus vifs remerciements à notre promoteur Mr. Kadi. Kenza pour nous avoir proposé ce sujet, pour ses conseils scientifiques judicieux et son suivi durant la période de la réalisation de ce travail.

Nous tenons à remercier les membres jury d'avoir accepté d'évaluer et d'examiner ce travail et de faire part de leurs Remarques, reconnues, judicieuses, qui ne feront que rehausser la qualité de ce travail.

Nous tenons à remercier du fond du cœur nos enseignants qui nous ont accompagnés durant notre

Merci à tous et à toutes



Dédicace

Du profond de mon cœur, ja dédicace à tous ceux qui me sont chers

ma mère reste la première femme en qui j'ai vu de la force, j'ai vu en elle de la résilience malgré la douleur et la souffrance, elle s'est battue et a lutté pour rester la mère parfaite pour son fils, et elle restera toujours à mes yeux l'idéal, la compassion et mère miséricordieuse, et elle restera toujours à mes yeux la femme forte.

Avec ma mère, j'ai triomphé, avec ma mère, j'ai compris le sens de l'effort et de l'ambition vers le succès, avec ma mère,

j'ai trouvé le réconfort, et avec le réconfort, j'ai pu faire beaucoup de choses. Au fil des années, elle a été ma main, mon œil et mon soutien, et elle m'a enrichi plus que quiconque, ma mère suffit.

Ma mère, ma précieuse pièce, je t'aime beaucoup, je te vois comme un modèle dans ma vie

À celui qui a reçu le message et a rempli la confiance, à celui que Dieu a couronné de dignité et de majesté... à celui qui m'a appris à donner sans attendre, à celui dont je porte le nom avec fierté... à celui le soutien sur lequel je m'appuyais dans ma fatigue et mon chagrin... à l'épaule sur laquelle j'ai posé mes fardeaux... et à la main qui me soutient à tout moment... à ma chère et bien-aimée que j'aime autant que je peux. amour. Il est le monde et plus encore.

À mes frères et sœurs Islam, Rayan, Nesreen et raid... comme c'est beau de vous voir dans les moments les plus heureux, votre présence me donne de la joie et me comble d'amour, que Dieu éclaire votre chemin, plus de réussite et d'excellence.

À tous mes amis ... merci à tous ceux qui m'ont soutenu alors que nous ouvrons la voie vers la réussite de notre parcours académique.

À ceux qui m'ont appris à gravir les échelons de la vie avec sagesse et patience ; et pour ne pas abandonner quand je suis à mes oncles et tantes, merci beaucoup.

Au beau rêve que je désire ardemment, au rêve têtue qui m'a beaucoup épuisé : je ne reculerai pas, il m'est impossible d'abandonner, car je compte sur Dieu, et Dieu est le meilleur gardien

Manar





Dédicaces

À mes plus grands soutiens et sources d'inspiration, je dédie ce travail avec tout mon amour et ma reconnaissance infinie.

À ma mère qui a toujours été mon port d'attachement et ma boussole, merci pour ton amour inconditionnel, ton dévouement et ton soutien inébranlable. Tu as été la lumière qui a éclairé mon chemin dans les moments sombres et tu as toujours cru en moi, même lorsque je doutais.

À mon père qui m'a appris l'importance du travail acharné, de la persévérance et de l'honnêteté, je suis reconnaissante pour tes conseils avisés et ton soutien sans faille. Tu m'as inspiré à viser plus haut et à poursuivre mes rêves. Je te suis infiniment reconnaissante pour ton soutien indéfectible, ta confiance en moi et ton amour. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, puisse dieu, le très haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie.

À Mon soutien dans la vie Mon frère et mes sœurs

A mes petits anges

À toute ma grande famille et à tous ceux qui me

sont liés

À mes très chères amies

qui ont été mes piliers dans les moments difficiles et mes partenaires de fête dans les moments de joie, merci pour votre amitié sincère, votre soutien sans faille et votre amour inconditionnel.

Au-delà des noms cités, il existe un cercle précieux de personnes qui ont joué un rôle significatif dans mon parcours. Je vous exprime ma reconnaissance pour votre présence et votre soutien qui ont marqué positivement ma vie.

Nedjma



Table des matières

<u>Remerciements</u>	
<u>Dédicaces</u>	
<u>Liste des tableaux</u>	I
<u>Liste des figures</u>	II
<u>Liste des abréviations</u>	III
Résumé (français / Anglais / Arabe)	IV
Introduction générale	13
<u>Partie expérimental</u>	17
Matériel et méthodes	17
1. Objectif et contexte du pratique	17
2. Matériel utilisé	18
2.1. Appareillage	18
2.2. Produits chimiques et réactifs	19
2.3. Matériel végétal (Les margines)	19
3. Préparation de fromage avec et sans margines	19
4. Les analyses physico-chimiques	21
4.1. Les analyses physicochimiques des margines utilisées	21
4.1.1. Mesure de pH, conductivité électrique	22
4.1.2. Détermination de l'humidité et de la matière sèche	22
4.1.3. Solide total en suspension	23
4.1.4. Teneur en azote total	23
4.1.5 Détermination de la matière organique et minérale	24
4.1.6 Extraction des composés phénoliques	24
4.2. Les analyses bio-physicochimiques du fromage préparé avec et sans margines	24
4.2.1. Détermination de pH	24
4.2.2. Détermination l'acidité	24
4.2.3. Détermination de la densité	26
4.2.4. Détermination de cendres	27
4.2.5. Détermination de l'humidité	28
4.2.6. Le rendement	28

4.2.7. Dosage de la matière grasse	28
4.2.8. Détermination de la matière sèche :	29
4.2.9. Détermination le dosage des Sucres totaux (Méthode du Dubois)	30
4.2.10. Dosage de l'azote total par la méthode Kjeldahl	30
4.2.11. Dosage des protéines	32
4.2.12. Dosage des polyphénols totaux	33
4.2. 13. Dosage des flavonoïdes	34
3. Evaluation de l'activité antioxydante par DPPH du fromage avec et sans margines	35
<u>Résultats et discussions</u>	<u>38</u>
1. Analyses physico-chimiques des margines	39
2. Analyses Bio-physico-chimiques du fromage avec et sans margines	39
2.1. Le pH	40
2.2. L'acidité	41
2.3. La densité	41
2.4. La teneur en cendre	41
2.5. L'humidité	42
2.6. Rendement	42
2.7. La teneur en matière grasse	43
2.8. la teneur en matière sèche	44
2.9. le dosage des sucres totaux	
2.10. Le dosage d'azote	45
2.11. Dosage des protéines	46
2.12. Dosage des composées phénoliques	47
2.13. Dosage des flavonoïdes	47
3. Evaluation de l'activité antioxydante par DPPH du fromage avec et sans margines	48
<u>Conclusion générale :</u>	<u>50</u>
<u>Référence bibliographique</u>	<u>53</u>

Liste des tableaux :

Tableau 01 : les paramètres physicochimiques des margines utilisées	38
--	-----------

Liste des figures :

Figure 01 : Prélèvement de margine	19
Figure 02: Organigramme de fabrication du fromage frais	21
Figure 03 : Les étapes de fabrication du fromage frais	21
Figure 04 : La détermination de pH et de la Conductivité électrique (CE)	22
Figure 05 : Détermination de la matière sèche et l'humidité	23
Figure 06 : Détermination de pH	24
Figure 07 : Détermination de l'acidité	26
Figure 08 : Détermination de la densité	27
Figure 09 : Détermination de cendre	29
Figure 10 : Détermination de la matière grasse	30
Figure 11 : Détermination des sucres totaux	32
Figure 12 : Détermination de l'azote	34
Figure 13 : Courbe étalonnage correspondant aux dosages des phénols totaux	35
Figure 14 : Courbe étalonnage de la quercétine	35
Figure 15 : Détermination de l'activité antioxydante par DPPH	36
Figure 16 : résultats des analyses de pH	40
Figure 17 : l'acidité des fromages	41
Figure 18 : la densité des fromages	42
Figure 19 : le cendre l'humidité et le rendement	43
Figure 20 : La teneur en matière grasse et sèche	45
Figure 21 : teneur en sucres totaux	
Figure 22 : Dosage d'azote	46
Figure 23 : Dosage des protéines	47
Figure 24 : Dosage des composées phénoliques	47
Figure 25 : Dosage des flavonoïdes	48
Figure 26 : Activité antioxydants DPPH	49

Liste des abréviations :

AFNOR : Association Française de Normalisation

ANP : L'apport non protéique.

AOAC: Association of Official Analytical Chemists
Ca: Calcium

C° : Degré Celsius

D° : Degrés Dornic

D : Densité

DO : Densité optique

EST : Extrait sec total

HCl : Chlorure d'hydrogène

Hm : Humidité

KOH : Hydroxyde de potassium

M : Masse

M : La mass molaire

FAO : Organisation Des Nations Unies Pour L'alimentation Et L'agriculture

g: gramme

MG : matière grasse

MS : matière sèche

N : normalité

NaOH: L'hydroxyde de sodium

PH : potentiel d'hydrogène

T° : température

TB : taux butyreux en g/Kg.

UV : Ultraviolet

DPPH : (2,2diphényl-1-picrylhydrazyl)

ISO: International Standards Organisation

Résumé

Les industries d'extraction d'huile d'olive produisent une grande quantité de sous-produits et de déchets (les margines, les grignons) qui nécessitent une gestion spécifique pour réduire ou atténuer leurs dommages sur l'environnement, et ainsi promouvoir et exploiter ses richesses. .

Les eaux végétales représentent la partie liquide de couleur brun rougeâtre à noir, avec un aspect nuageux et une couleur déterminée. Elles ont une odeur et un goût amer. Leur couleur et leur composition organique varient selon le stade de maturité de l'olive.

Le sujet concerne les moyens de valorisation des déchets d'olive et en particulier de l'eau d'olive (les margines), et leur transformation en substances utilisables du point de vue alimentaire par l'homme. Cette substance est reconnue comme l'un des déchets agricoles riches en nutriments et en composés biologiquement actifs, comprenant des proportions variables de composants tels que les sucres, les minéraux, les protéines et des taux élevés de polyphénols. Par ailleurs, elle présente de nombreux aspects négatifs pouvant entraîner de graves dommages environnementaux, tels que la pollution de l'air, du sol et des cours d'eau, ainsi que des réservoirs. C'est ainsi qu'est née l'idée de fabriquer un produit alimentaire (le fromage) en valorisant cette substance pour éviter ses défauts.

Des analyses bio-physicochimiques du fromage préparé avec et sans margines ont été réalisés pour comparer entre les deux types de fromage.

Une amélioration de la qualité du fromage préparé avec les margines par rapport le type sans margines dans les paramètres suivants : **pH (6.21), La densité(1.006 ± 0.002), L'acidité(28 ± 12), L'humidité(59.15), le rendement(22,33), matière grasse(18.49), Matière sèche(38.95), Dosage des sucres totaux(4.9), Dosage d'azote(2.09), Dosage de protéine(15.67).**

L'évaluation de l'activité antioxydante du fromage préparé avec les margines a montré une augmentation importante du pouvoir antioxydant.

Le fromage préparé avec les margines présente une source importante des antioxydants naturels.

Mots clés : Margines, valorisation, fromage, analyses physicochimiques, Khenchela.

Abstract

The olive oil extraction industries produce a large amount of by-products and residues (Olive pomade and water) that require special management, in order to reduce or mitigate their damage to the environment, thus promoting and exploiting their wealth. Plant water represents the liquid part that has a reddish-brown to black color, with a cloudy appearance and a specific color. The smell of olive oil and bitter taste. Its color and organic composition varies depending on the stage of maturity of Olives

This study focuses on finding ways to make use of olive waste, especially olive water (known as "marginés"), and turning it into substances that can be consumed by humans. This waste product is known for its rich nutrients and biologically active compounds, including sugars, minerals, proteins, and high levels of polyphenols. However, it also has negative aspects that can cause significant environmental damage, such as air, soil, and water pollution. This led to the idea of creating a food product (cheese) using this substance to mitigate its downsides. Bio-physicochemical analyses were conducted to compare the cheese made with and without marginés.

The quality of cheese made with marginés has shown improvement compared to the type made without marginés in the following parameters: pH (6.21), Density (1.006 ± 0.002), Acidity (28 ± 12), Moisture (59.15), Yield (22.33), Fat content (18.49), Dry matter (38.95), Total sugar content (4.9), Nitrogen content (2.09), Protein content (15.67).

The assessment of the antioxidant activity of cheese made with marginés revealed a significant increase in its antioxidant power.

Cheese made with marginés is a significant source of natural antioxidants.

Keywords : Olive Wastewater mill, Valorization, cheese, physicochemical parameters, Khenchela.

المخلص

صناعات استخراج زيت الزيتون تنتج كمية كبيرة من المنتجات الثانوية والمخلفات (الثقل والمرجين) التي تتطلب إدارة خاصة، من أجل تقليل أو تخفيف أضرارها على البيئة، وبالتالي تعزيز واستغلال ثرواتها. تمثل المياه النباتية الجزء السائل ذو اللون البني المحمر إلى اللون الأسود، مع مظهر غائم ولون محدد. رائحة زيت الزيتون والطعم المرير. ويختلف لونه وتركيبه العضوي حسب مرحلة نضج الزيتون

الموضوع يتعلق بسبل تسخير نفايات الزيتون وخاصة مياه الزيتون (المرجين)، وتحويلها إلى مواد صالحة للاستخدام غذائي للإنسان. تعترف هذه المادة بأنها واحدة من النفايات الزراعية بالمواد المغذية والمركبات النشطة بيولوجيا، بما في ذلك نسب متغيرة من المكونات مثل السكريات والمعادن والبروتينات ونسب عالية من البوليفينولات. بالإضافة إلى ذلك، فإنها تظهر العديد من الجوانب السلبية التي يمكن أن تؤدي إلى أضرار بيئية خطيرة، بتلوث الهواء والتربة ومجري المياه، بالإضافة إلى الخزانات. وهكذا نشأت فكرة تصنيع منتج غذائي (الجبن) عن طريق تسخير هذه المادة لتجنب عيوبها. تم إجراء تحاليل فيزيوكيميائية للجبن المحضر مع وبدون المرجين لمقارنة بين النوعين من الجبن

تحسين جودة الجبن المحضر بزيت الزيتون مقارنة بالنوع بدون زيت في العوامل التالية: الحموضة (6.21)، الكثافة (0.002 ± 1.006) حموضة (12 ± 28)، رطوبة (59.15) عائد (22.33)، دهون (18.49) نسبة البروتينات (15,67) نسبة الأزوت (2,09) معدل السكريات (4,9) معدل المادة الجافة (38,95) أظهر تقييم النشاط المضاد للأكسدة للجبن المحضر بزيت الزيتون زيادة ملحوظة في القدرة المضادة للأكسدة

يمثل الجبن المحضر بزيت الزيتون مصدراً هاماً للمضادات الأكسدة الطبيعية

الكلمات المفتاحية : مرجين , جبن , تثمين , تحاليل فيزيوكيميائية , خنثلة

Introduction

Générale

Introduction générale

Introduction générale

Aujourd'hui, l'olivier occupe une superficie estimée à environ 11 millions d'ha (**Touami,2015**), réparti à travers le monde dans les régions situées entre les latitudes 30° et 45° (**Abdekebir et al., 2020**), à partir des Etat- Unis, l'Amérique du sud , l'Afrique du sud, l'Australie, le Japon, la Chine, l'Iran , la Syrie , le Liban, la Turquie, la Grèce, l'Italie, l'Espagne, le Portugal, jusqu'au Maroc, l'Algérie et la Tunisie, avec 900 millions d'arbres cultivés, où plus de 80% d'oliviers sont retrouvés en méditerranéens (**Touami, 2015**). L'Algérie, pays comptant environ 21 millions d'oliviers répartis sur une superficie de 288 442 ha compte parmi les pays du bassin méditerranéen où l'olivier trouve son aire d'extension. Il représente l'activité arboricole la plus dominante du point de vue superficie (**Moussaoui, 2007**).

De nos jours, avec la promotion des vertus bénéfiques pour la santé de l'huile d'olive, la demande ne cesse d'augmenter et par conséquent la production croît constamment (**Benyahia et Zein, 2003**).

Les procédés traditionnels et industriels de fabrication de l'huile d'olive en plus de leur production principale qui est l'huile (**El Hadrami et al, 2004**), laissent deux sous produits l'un solide appelé grignon et l'autre liquide appelé margine (**Moussaoui, 2007**). Le système de décantation à trois phases implique l'addition de grande quantité d'eau (jusqu'à 50 l/100 kg de pâte d'olive), entraînant une large production mondiale de margines, de plus de 30 millions m³/an (**Borja et al, 1997 ; Casa et al, 2003**). Ces dernières sont habituellement déchargées dans des canalisations non adaptées ou directement dans des terres agricoles (**El Hadrami et al, 2004**), ce qui peut avoir un grand impact environnemental sur le sol et sur l'eau en raison de leur forte phytotoxicité (**Roig et al., 2006**).

Plusieurs études ont prouvé les effets négatifs de ces déchets sur la population microbienne du sol (**Paredes et al, 1987 ; Colarieti et al, 2006**), sur les plantes durant la germination et la croissance des graines (**Paixao et al, 1999 ; El Hadrami et al., 2004**), sur l'écosystème aquatique (**DellaGreca et al., 2001**) et même au milieu de l'air (**Rana et al., 2003**). Leurs principaux composés organiques sont les sucres, les pectines, les acides organiques, les polyalcools, les lipides, les composés azotés, les polyphénols et les polymères catéchol mélaniniques (**Colarieti et al, 2006**).

Il a été suggéré que les principaux composés phytotoxiques des margines sont les composés phénoliques (**D'Annibal et al, 2004 Casa et al, 2003 ; El Hadrami et al.,2004**) dont la teneur est élevée (4.98 g/l d'après **Morillo et al., 2009**), cependant, ils possèdent une forte activité

Introduction générale

antioxydante (Galli et Visioli, 1999 ; Fki et al., 2005a ; Obied et al., 2005) où ils attribuent une valeur précieuse aux coproduits rejetables (Ranalli et al., 2003). Les propriétés antioxydantes des margines peuvent orienter, les résidus de l'huile d'olive en source d'antioxydants naturels à bas prix (Atanassova et al, 2005).

L'olivier est très riche en composés phénoliques, mais uniquement 2% de la teneur en phénols totaux du fruit passent dans la phase huileuse, tandis que la quantité restante est perdue dans les margines (~53%) et dans les grignons (~45%) (Rodis et al., 2002).

La valorisation de ces résidus est devenue impérative pour éviter une pollution croissante. Les eaux de lavage des huiles oléicoles sont une source riche en antioxydants naturels, notamment les polyphénols, qui présentent des propriétés antimicrobiennes, hypolipidémiques hypocholestérolémiantes et anti cancérigènes (Mulinacci, 2001). Ils suscitent un intérêt croissant pour leur rôle d'antioxydants naturels, bénéfiques pour la santé (Koechlin-Ramonatxo, 2006), surtout dans la prévention et le traitement du cancer, des maladies inflammatoires et cardiovasculaires (Värban, 2009).

Contrairement aux antioxydants phénoliques synthétiques, tels que le BHA, le BHT et le TBHQ, désormais évités par les consommateurs en raison de leurs effets toxiques, sensibilisants, allergisants. Et cancérigènes présumés (Frag, 2003), les antioxydants naturels, comme les polyphénols, sont recherchés dans l'industrie agroalimentaire.

La nutrition est une fonction de chaque organisme. Elle est réalisée grâce à l'alimentation. De plus en plus l'attention des scientifiques s'oriente vers la meilleure alimentation c'est-à-dire celle qui maintiendrait en bonne santé et protégerait contre les maladies. C'est ainsi que le souci se tourne sur la nutrition antioxydante (Pasma, 2010).

L'utilisation des extraits des plantes en agroalimentaire est due principalement à leurs propriétés thérapeutiques, organoleptiques et odorantes (Boucekrit, 2018). Ces plantes renferment une large variété de composés chimiques (huiles essentielles, polyphénols, etc.) de propriétés physico-chimiques très différentes et qui présentent de nombreuses activités biologiques. L'ajout de ces extraits de plante dans les préparations alimentaires a pour objectif d'améliorer leur valeur nutritionnelle et qualité sensorielle et prolonger la durée de vie du produit (Shahidi et al, 1992).

Le fromage a une longue tradition dans l'alimentation humaine. Il est riche en nutriments essentiels, en particulier en protéines, en peptides bioactifs, en acides aminés, en lipides, en acides gras, en vitamines et en minéraux (Walther et al, 2008). La qualité du fromage est en amélioration à chaque fois, c'est dans ce contexte que l'objectif de ce travail est la valorisation des margines issues de la huilerie d'olive par la production d'un produit laitier « le fromage », en tant que colorant et antioxydant naturel, puis analyser les paramètres physicochimiques

Introduction générale

(taux d'humidité, pH, acidité, ...) et déterminer sa teneur en polyphénols totaux et en azote et en flavonoïdes ainsi qu'évaluer l'activité antioxydante (par la méthode de DPPH).

Afin d'améliorer la lisibilité et la structure du document, ce dernier est organisé en deux parties.

1* La première partie est une description du matériel utilisé et méthodes suivies.

2* La deuxième partie est une description, interprétation et discussion des résultats obtenus.

Partie expérimentale

Matériel et méthodes

1. Objectif et contexte de la pratique

Cette étude porte sur la fabrication de fromage en intégrant un sous-produit de la production d'huile d'olive, appelé margine, reconnu pour ses propriétés antioxydants naturelles et son potentiel comme colorant.

Les étapes principales de cette étude incluent :

1. Incorporation du margine : Ajout du margine dans le processus de fabrication du fromage.

Il est essentiel de déterminer la quantité optimale pour obtenir un équilibre entre les bénéfices antioxydants et les caractéristiques organoleptiques du fromage.

2. Analyses physicochimiques : Évaluation des propriétés physiques et chimiques des fromages préparés. Cela inclut des mesures telles que le pH, la teneur en matière grasse, la teneur en azote, et la composition minérale organique.. . Ces analyses permettent de comprendre l'impact du margine sur la structure et la qualité du fromage.

3. Évaluation du potentiel antioxydant : Mesure de l'activité antioxydant des fromages enrichis en margine. Différentes méthodes peuvent être utilisées, comme les tests DPPH, pour quantifier la capacité des fromages à neutraliser les radicaux libres Cette étude permettra non seulement de valoriser un sous-produit de l'industrie oléicole, réduisant ainsi les déchets, mais aussi de potentiellement améliorer les propriétés nutritionnelles et fonctionnelles du fromage grâce aux antioxydants naturels présents dans le margine.

Les différentes analyses réalisées dans cette étude ont été menées au niveau des laboratoires pédagogiques de l'université Abbes Laghrour Khenchela.

2. Matériel utilisé

2.1. Appareillage

*Agitateurs (SCIOLOGEX)

*Bain-marie (mêmement)

* Balance électronique (KERN PCB)

* Densimètre (METTLER TOLEDO)

* Dessiccateur (BOEKEL SCIENTIFIC) -

* Doseur d'azote ((UDK 126 D-VELsientifica)

* Etuve (memmert UN55)

* Four à moufle (Nabertherm)

* pH-mètre (hanna instruments ph 211)

* Soxhlet

* Spectrophotomètre UV (JENWAY 6305 UV- Visible)

Verrerie (béchers, fioles jaugées, pipettes graduées, burette de précision, verre de montre, erlenmeyers, entonnoirs, éprouvette, baguette en verre, tube à essai,...etc.)

2.2. Produits chimiques et réactifs

Colorants et réactifs spécifiques (réactif de Folin-Ciocalteu, phénophtaléine, Tashiro, Alun de fer, phénol phtaléine, thiocyanate d'ammonium, acide nitrique, acide chlorhydrique, acide sulfurique, acide borique, Hydroxyde de sodium NaOH, nitrate d'argent, tablette de pastille, éthanol, KOH, potasse Alcoolique, tartrate de Na et K, Solution tampon, permanganate de potassium, sulfate de Cuivre, sulfate de potassium.

2.3. Matériel végétal(Les margines)

Les margines utilisées ont été prélevés à partir du bassin de décantation d'une huilerie moderne de fabrication Italienne située dans la région Baghay (Wilaya de Khenchela)

L'extraction de l'huile à froid s'est déroulée selon un processus fermé des olives issues de la région de Khenchela de la récolte de 2023.

Les margines de couleur rouge-marron ont été prélevés le mois de Novembre 2023 et ont été acheminées au laboratoire dans des bouteilles de 5 L, puis stockées à l'obscurité à une température de 4°C pour garder les même caractéristiques physico-chimiques des margines jusqu'à leur utilisation.



Figure 01 : Prélèvement de margine

3. Préparation de fromage avec et sans margines

La recette de fabrication de fromage en maison,(Corrieu and Luquet, 2005), avec des modifications selon les étapes suivantes :

Ingrédients :

- 2 litres de lait cru de vache
- 1 litre de raibe (un lait fermenté)
- 4 ml de présure
- 100 ml de margine
- Une petite quantité de sel

Étapes de préparation :

1. Mélange des ingrédients

- Mélanger 2 litres de lait cru de vache avec 1 litre de raibe.

2. Chauffage

- Chauffer le mélange jusqu'à atteindre 40°C.

3. Ajouter de la pressure

- Ajouter 4 ml de présure au mélange chauffé.
- Laisser reposer le mélange jusqu'à ce qu'il devienne grumeleux (caillage), (environ une heure).

4. Filtrage et pressage

- Filtrer le mélange caillé à l'aide d'une passoire.
- Presser le mélange à la main pour former une grosse masse.

5. Ajouter le produit (le margine)

- Ajouter 100 ml de margine à la masse de fromage.

6. Mixage et salage

- Placer le fromage obtenu dans un récipient.
- Mixer avec un bras mixeur et en ajoutant une petite quantité de sel. Pour la masse de fromage qui continent le margine

7. Stockage

- Conserver le fromage dans des conteneurs au réfrigérateur jusqu'à l'utilisation

Cette recette permet de fabriquer un fromage frais, à partir des techniques traditionnelles et des ingrédients simples et bénéfique

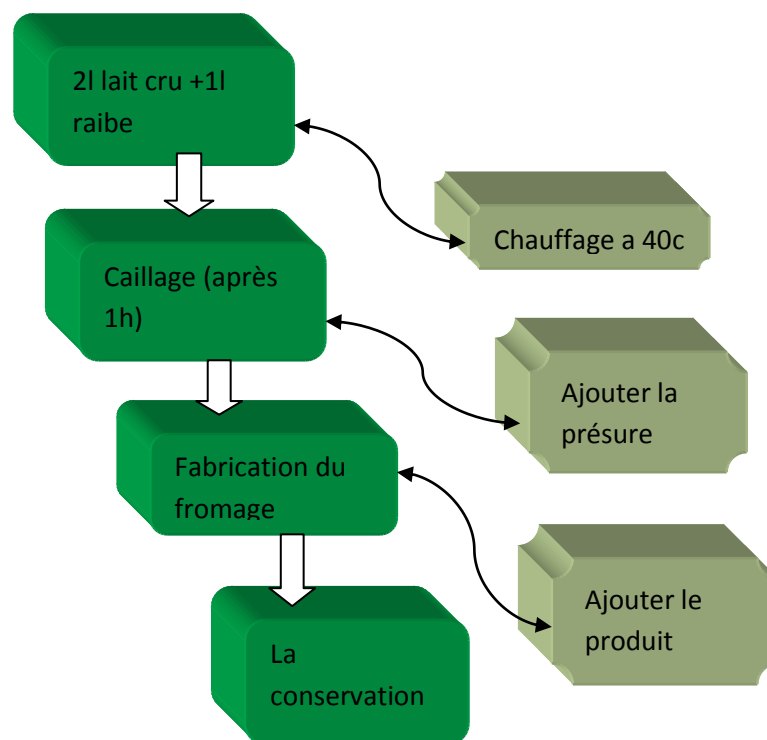


Figure 02: Organigramme de fabrication du fromage frais



Figure 03: Les étapes de fabrication du fromage frais

4. Les analyses physico-chimiques

4.1. Les analyses physicochimiques des margines utilisées

La caractérisation physico-chimique a été basée sur l'étude des paramètres suivants : la conductivité, la salinité, le pH, l'humidité, la matière sèche, solides totaux suspendu, matière organique et minérale, teneur en sucres totaux, teneur en azote.

4.1.1. Mesure de pH, conductivité électrique

A l'aide d'un multi-paramètre du paillasse, on détermine la conductivité électrique (CE), la salinité, et le pH des échantillons en plongeant l'électrode de mesure dans un bécher contenant 30 ml de margines fraîches et on note la valeur. La conductivité est exprimée en ms /cm en prenant compte de la température de mesure (Rodier et al., 2009).



Figure 04 : La détermination de pH et de la Conductivité électrique (CE)

4.1.2. Détermination de l'humidité et de la matière sèche

Les teneurs en matière sèche (MS) et en eau (H) sont déterminées par l'évaporation de 10 ml des margines dans un creuset en porcelaine à 105°C pendant 24 heures (Hamdi, 1991). Les mesures sont calculées par les formules suivantes :

$$MS (g/l) = ((M - M_0) / V) \times 100$$

$$H (\%) = ((M_1 - M) / (M_1 - M_0)) \times 100$$

M₀ : masse du creuset vide en g.

M₁ : masse du creuset et de margines avant séchage en g.

M : masse du creuset et de margines après séchage en g.

V : volume de la prise d'essai en ml.



Figure 05 : Détermination de la matière sèche et l'humidité

4.1.3. Solide total en suspension

Les solides totaux suspendu (STS%) sont obtenue par centrifugation des margines fraîches à 4000g durant 15 min le résidu solide est séché une nuit à 150C° (Assas et al. 2000)

4.1.4. Teneur en azote total

Le dosage de l'azote a été effectué par la méthode de kjeldahl (**standard méthode of examination of water and wastewater, 1992**) avec quelques modifications. Introduire 5 ml de margine avec du catalyseur ($\text{CuSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4$) et un peu du sélénium dans un matras. Ajouter 10 ml de H_2SO_4 et 10 ml d'eau oxygénée 30% (H_2O_2) comme anti-moussant. Placer quelques billes de verre comme antichoc. Chauffer à une température de 100C° quelques temps pour éviter le débordement de la mousse et continuer à chauffer jusqu'à 39 C°; à sa disparition et la carbonisation du contenu. Ensuite augmenter la température de minéralisation à 400C° jusqu'à l'apparition d'une coloration verte claire et limpide, pour suivre le chauffage pendant 30 min puis laisser refroidir.

La distillation est faite à l'aide de la soude (32%) et de l'eau distillée dans un appareil de distillation automatique .L'ammoniac distillé a été piégé dans un erlenmeyer contenant 20 ml d'acide borique 4% puis titré rapidement à l'aide de l'acide sulfurique (H_2SO_4) (N50) jusqu'au pH initial de l'acide borique.

Le taux d'azote a été calculé selon la formule suivante :

$$\%N_2(g) = (V1 \times 0.014 \times 100 \times N) / V_0$$

N : la normalité de la solution d'acide sulfurique.

V₀ : volume de l'échantillon en ml (5ml).

V1 : volume en ml de la solution d'acide sulfurique utilisée pour le titrage.

4.1.5 Détermination de la matière organique et minérale

Les cendres (matières minérales) sont déterminées par incinération d'un gramme d'échantillon sec dans un four à moufle à 550°C pendant 5 heures (AOAC, 1990). La matière organique correspond à la différence entre la prise d'essai et les cendres qui en résultent

4.1.6 Extraction des composés phénoliques

Les composés phénoliques contenus dans les margines sont déterminés en utilisant de l'acétate d'éthyle (Visioli et al, 1999 ; De Marco et al., 2007). Les margines doivent, au préalable, subir un prétraitement par l'hexane pour éliminer les lipides.

4.2. Les analyses bio-physicochimiques du fromage préparé avec et sans margines

* Les analyses physico-chimiques réalisées du fromage préparé avec et sans margines sont : **pH, La densité, L'acidité, L'humidité, le rendement, matière grasse, Matière sèche, Dosage des sucres totaux, Dosage d'azote, Dosage de protéine, Dosage des polyphénols et les flavonoides.**

4.2.1. Détermination de pH

La détermination du pH de l'échantillon de produits laitiers (fromage au margine) a été réalisée comme suit : 10 grammes de l'échantillon ont été homogénéisés avec 90 ml d'eau distillée. Le pH de cette solution a ensuite été mesuré après une heure à l'aide d'un pH-mètre numérique (Hanna Instruments pH 211). L'électrode du pH-mètre a été insérée directement dans l'échantillon. Trois répétitions de cette mesure ont été effectuées afin d'assurer la fiabilité des résultats (Owusu-Karstenet al. 2012).



Figure 06: Détermination de pH

4.2.2. Détermination de l'acidité

Pour déterminer l'acidité du fromage frais à base de margine, selon la méthode officielle de l'AOAC (Association of Official Analytical Chemists) (AOAC.947.05), suivez les étapes

décrites ci-dessous et utilisez la formule fournie pour calculer la quantité d'acide lactique en g/l le :

*** Matériel nécessaire**

- Balance pour mesurer 9 g de fromage frais
- Récipient pour le mélange
- Eau distillée
- Solution de NaOH (0,1N)
- Phénolphtaléine (comme indicateur coloré)
- Burette pour titrage
- Agitateur pour homogénéisation

*** Procédure :**

Préparation de l'échantillon :

- Mesurez 9 g de fromage frais et placez-les dans un récipient approprié.
- Ajoutez 20 ml d'eau distillée dans le récipient contenant le fromage .
- Mélangez à faible vitesse pour obtenir une solution homogène.

Titration :

- Préparez une burette avec la solution de NaOH (0.1N).
- Ajoutez quelques gouttes de phénolphtaléine à la solution de fromage pour servir d'indicateur.
- Titre la solution puis en ajoutant progressivement la solution de NaOH tout en mélangeant constamment.
- Continuez le titrage jusqu'au virage au rose de la solution, indiquant le point d'équivalence.

Calcul de l'acidité :

- Notez le volume de NaOH utilisé pour atteindre le point d'équivalence (V en ml).
- Utilisez la formule suivante pour calculer l'acidité (A) en g/l d'acide lactique :

$$A=10 (V/V') (g/l)$$

A: quantité d'acide lactique en (g/l)

V : volume de la solution de NaOH utilisé (ml)

V' : volume de l'échantillon (ml)



Figure 07: Détermination de l'acidité

4.2.3. Détermination de la densité

La densité est déterminée à l'aide d'un thermo lactodensimètre étalonné de manière à donner (par simple lecture du trait correspondant au point d'affleurement) la densité de l'échantillon à analyser dans lequel il flotte 9 g du fromage frais plus 20 ml d'eau distillé sont bien agiter jusqu'à l'homogénéisation de mélange ; le but de cette préparation est d'obtenir un échantillon liquide facilement manipulé, une quantité de ce mélange est introduite dans une éprouvette de 100 ml en position vertical dans un bain à 20°C, dans laquelle on plonge le lactodensimètre. Après stabilité de ce dernier, on procède à la lecture de la densité directement sur l'appareil, il est recommandé d'effectuer plusieurs lectures. Pour cela, sortir le densimètre, le laver à l'eau distillée, l'essuyer soigneusement avec un linge fin puis refaire les mêmes opérations que précédemment (Mathieu, 1998).



Figure 08 : Détermination de la densité

4.2.4. Détermination de cendres

La détermination de la matière minérale du fromage frais a été réalisée selon la norme NF ISO 8070 (Afnor, 2004), 5 g de fromage ont été incinérées dans un creuset à une température de 550°C dans un four à moufle pendant 6 heures, par la suite les cendres contenues dans les creusets ont été transférées dans un dessiccateur puis pesé par une balance de précision. La teneur en cendres est déterminée par la formule suivante :

$$MM(\%) = (M_v - M_0) / P \times 100$$

Où :

M_v : masse à vide du creuset plus celle des cendres (g)

M₀ : masse à vide du creuset (g)

P : poids du fromage (g).



Figure09: Détermination de cendre

4.2.5. Détermination de l'humidité

La teneur en eau appelé aussi taux d'humidité s'exprime en pourcentage de masse de Produit elle est déterminée selon l'équation (Quseam et al, 2009) :

$$H\% = 100 - EST$$

4.2.6. Le Rendement

Le rendement fromager ou le rendement de la transformation du lait en fromage est

L'expression mathématique de la quantité de fromage obtenue à partir d'une quantité donnée de lait.

$$(g / L) = (\text{poidsdefromage} / \text{poidsdelait}) \times 100$$

4.2.7. Dosage de la matière Grasse

La matière grasse dans le fromage frais est déterminée par la méthode de Soxhlet (**MENNANE et al, 2007**). Elle est basée sur le même principe de la méthode Rose Gottlieb (FIL 9C ; AOAC905-02) qui consiste à une extraction de la matière grasse par un solvant organique (éther de pétrole, hexane, chloroforme.....) après sa libération par traitement alcalin Le dosage de la matière grasse dans le fromage frais selon la méthode de Soxhlet suit un procédé rigoureux. Voici une version détaillée et structurée de la procédure :

Hydrolyse Acide :

- Peser précisément 1 g de fromage et l'introduire dans un ballon.
- Ajouter 20 ml d'eau distillée et 20 ml d'acide chlorhydrique (HCl).
- Connecter le ballon à un réfrigérant et chauffer pendant 10 minutes.

Filtration :

- Filtrer le contenu du ballon à l'aide d'un papier filtre dans un entonnoir.
- Laver le résidu plusieurs fois avec de l'eau distillée chaude jusqu'à élimination des chlorures (utiliser un maximum de 400 ml d'eau distillée).

Préparation pour Extraction :

- Sécher le papier filtre. Dans l'étuve 45 min à 80 °C
- Introduire le papier filtre séché dans une cartouche neuve et placer cette cartouche dans la cellule d'extraction de l'appareil Soxhlet.
- Préparer une fiole rodée pour recueillir l'extrait.

Extraction Soxhlet:

- Verser 250 ml d'hexane dans l'appareil Soxhlet.
- Procéder à l'extraction pendant 4 heures, permettant 5 à 6 cycles d'extraction.

Récupération et Évaporation du Solvant :

- Distiller presque la totalité du solvant l'hexane de la fiole.
- Éliminer le solvant résiduel par évaporation à l'air libre ou à l'aide d'un Évaporateur rotatif.

Mesure de la Matière Grasse:

- Peser la fiole contenant la matière grasse.
- Laver soigneusement la fiole, la sécher dans une étuve, puis la peser à nouveau pour obtenir la masse nette de la matière grasse.

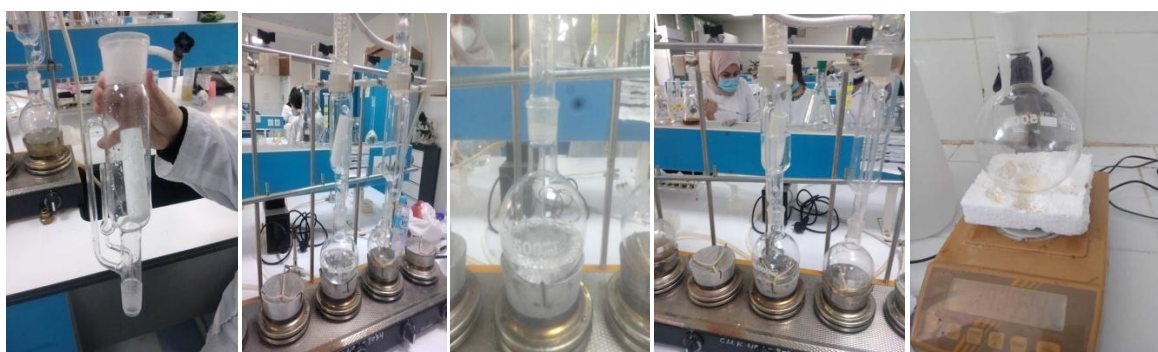


Figure 10: Détermination de la matière grasse

4.2.8. Détermination de la matière sèche :

- **Principe :**

La matière sèche du fromage est le résidu solide entièrement déshydraté et se compose principalement de protéines et de matières grasses, ainsi que de matière sèche définie et déterminée par séchage d'une prise d'essai pesée et mélangée avec du sable par chauffage dans une étuve réglée à 102°C (JORA N°25 :2014).

- **Expression des résultats :**

La matière sèche exprimée par rapport au poids humide est par formule :

$$MS\% = \frac{M - m}{E} \cdot 100$$

M : masse de la capsule sable et baguette et prise d'essai après dessiccation (g)

m : masse de capsule sable et baguette en verre après dessiccation (g)

E : masse de prise d'essai (g)

4.2.9. Détermination le dosage des Sucres totaux (Méthode du Dubois)

✓ Principe

La méthode du Dubois permet de doser les oses en utilisant le phénol et l'acide sulfurique concentré. En présence de ces deux réactifs, les oses donnent une couleur jaune crème, dont l'intensité est proportionnelle à la concentration des sucres totaux (Linden, 1984).

✓ Mode opératoire

- L'extraction des sucres 1 g de matière fraîche dans 50 ml d'eau distillée, porter à 70°C pendant 30 min dans un bain marie, puis filtration;
- Dans des tubes à essai, on met:
 - 0,5 ml de la solution à doser;
 - 0,5 ml de la solution de phénol à 5%;
 - 3 ml d'acide sulfurique concentré;
- Mélanger bien le milieu, puis l'introduire dans un bain marie à 70°C pendant 5 min;
- Laisser refroidir pendant 15 min à l'obscurité et à la température ambiante;
- La lecture se fait dans un spectrophotomètre (UV-1600PC) à une longueur d'onde égale à 490 nm, avec 3 répétitions



Figure 11: Détermination des sucres totaux

4.2.10. Dosage de l'azote total par la méthode Kjeldahl

L'azote est dosé selon la méthode de Kjeldahl qui est une méthode de référence consiste à transformer l'azote organique ($R-NH_2$) en azote minéral ($(NH_4)_2 SO_4$) sous l'action oxydative de l'acide sulfurique concentré et à chaud en présence de catalyseur ($CuSO_4, 5H_2O + K_2SO_4$). L'échantillon avec la lessive de soude 32 % permet de libérer l'ammoniac du sulfate d'ammonium. Cette opération est réalisée avec la vapeur d'eau à l'aide d'un dispositif de distillation. Il en résulte une solution d'eau ammoniacale, qui introduite dans une quantité bien

précise de solution d'acide borique 40 %. Enfin, l'ammoniac est distillé et titré par une liqueur d'acide chlorhydrique 0.1N en présence de 5 ml d'indicateur coloré (Tashiro) qui permet de définir la quantité d'acide borique lié et enfin le taux d'azote (**Audigie et al, 1984 et FAO, 1997 ; Anonyme, 1998 ; Schafer, 2009**).

Mode opératoire

➤ Minéralisation

- Introduire dans un ballon Kjeldhal ou matras 1g de fromage frais
- Ajouter deux tablettes de pastilles (Kjeltabs CM, VELP, AA50) dans chaque ballon.
- (Chaque tablettes contient 3,5 g de sulfate de potassium K_2SO_4 et 0,1 g de sulfate de cuivre II hydraté $CuSO_4$).
- Ajouter 15 à 17 ml d'acide sulfurique concentré 96-98 %.
- Agiter et placer les dans le minéralisateur (dispositif de chauffage) et démarrer la minéralisation (4H à 420°C). Cette étape vise à convertir la totalité de l'azote organique en ions ammonium (NH_4^+). Les molécules organiques sont décomposées par oxydation pour donner principalement du CO_2 et de l'eau. L'azote organique, quant à lui, est converti en sulfate d'ammonium $(NH_4)_2SO_4$ sous une hotte d'absorption des vapeurs (la solution passe du blanc au noir).
- Chouffer jusqu'à l'obtention d'un minéralisa jaune (l'azote a été transformé en NH_4^+).
- Laisser refroidir les tubes et boucher pour éviter tout contact avec les vapeurs ammoniacales présentes dans le laboratoire. Puis ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine à 1%.

Distillation :

Laisser refroidir les matras à la fin de la minéralisation puis procéder à la distillation :

La récupération de NH_3 lors de la distillation nécessite la préparation de solutions suivantes :

- Acide borique (H_3BO_3) 40 %.
- Hydroxyde de sodium (NaOH) 35%
- Réactif de Tashiro.
- Les étapes de la distillation se déroulent sur le distillateur automatique (UDK 126 D–VELPscientifica)
- Alcaliniser le contenu du matras avec 20 à 30 ml de soude à 40% adapté aussitôt à l'appareil de distillation

🚦 Titrage :

La titration de l'ammoniac se fait avec l'acide chlorhydrique (0,1 N) présence d'indicateur coloré « Tachiro ». Titrer avec de l'acide chlorhydrique 0,1 N jusqu'à virage de l'indicateur à sa teinte acide (couleur rose violet).

✓ Remarque

Pour apprécier la teneur en matières azotées totales la teneur en azote estimée par digestion de l'ensemble de l'échantillon est multipliée par un coefficient approprié qui est de 6,38 au lait et produits laitiers (Audigie et al, 1984 ; FAO, 1997).

Il est nécessaire d'effectuer un essai à blanc pour chaque digestion.

🚦 Expression des résultats

La teneur en azote exprimé en masse du produit (g / 100 g d'échantillon) est égale à

$$(V1-V0) \times N \times 0.014 \times 100 / m$$

V0 : est le volume, en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisée pour l'essai à blanc

V1 : est le volume, en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisée pour la prise d'essai

N : est la normalité de la solution d'acide chlorhydrique utilisée lors du titrage = 0.1 N

m : est la masse en gramme, de la prise d'essai



Figure 12 : Détermination de l'azote

4.2.11. Dosage des protéines

La détermination de la teneur en protéines de fromage au goût de margine est effectuée par la méthode de (Lowry et al., 1951) .

Le principe repose sur le développement d'une coloration bleu foncée suite à l'addition à la solution protéique d'un sel de cuivre en milieu alcalin, puis du réactif de Folin - Ciocalteu. La coloration résulte de la réaction du cuivre avec les liaisons peptidiques et la

réduction de l'acide phospho-tungstomolybdique par la tyrosine, le tryptophane et la cystéine. Les espèces réduites absorbent la lumière à 750 nm. Le dosage des protéines est réalisé par l'emploi d'un spectrophotomètre visible (JENWAY 6305 UV/VISIBLE). La concentration en protéines de l'échantillon analysé est déterminée en se référant à une courbe d'étalonnage établie en employant de l'albumine sérique bovine (BSA)

Mode opératoire : Selon Guillou et al. (1986)**➤ Réactifs pour le dosage des protéines :***** solution alcaline A :**

-soude 0,1 N (2 g/500ml) = (500 ml)

- carbonate de sodium Na_2CO_3 = (10 g)

*** solution cuivrique B :**

- sulfate de cuivre (0,32 g/100ml) = (2 ml)

- tartrate de Na et K (1g/100 ml) = (2ml)

*** solution C :**

-solution A = (50 ml)

-solution B = (1ml)

➤ Préparation des échantillons :

1 g d'échantillon contenant au maximum 100 mg de protéines et au minimum 25 mg.

- ajouter 5ml de solution C, mélanger

- laisser au repos 10 minutes à T° ambiante

- ajouter 0,5 ml dilué de réactif de folin Ciocalteu - laisser 30 minutes à l'obscurité et lire la DO à

750 nm au spectrophotomètre UV visible contre un blanc. (Le blanc préparé par une solution de 5 ml solution C avec 0.5 réactif folin Ciocalteu)

4.2.12. Dosage des polyphénols totaux

Les polyphénols sont dosés par la technique colorimétrique de Folin Ciocalteu (**Makkar et al, 1993**). Le réactif de Folin-Ciocalteu est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$) et phosphomolibdique ($\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}$), il est réduit par les phénols en un mélange d'oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{23}) (**Ribéreau-Gayon et al, 1972**). Cette coloration bleue dont l'intensité est proportionnelle aux taux de composés phénoliques présents dans le milieu donne un maximum d'absorption à 760nm.

1g d'échantillon avec de μl de l'extrait phénolique est mélangé à : 950 μl d'eau distillée, 500 μl de solution de Folin Ciocalteu (1N) et 2,5 ml de carbonate de sodium (Na_2CO_3 20%). L'apparition d'une couleur bleue après incubation à l'obscurité et à température ambiante

pendant 40 min. L'absorbance est mesurée à 725 nm. La gamme d'étalonnage est été préparé, en utilisant l'acide gallique à différentes concentrations (0.02 à 0.06 mg/ml).

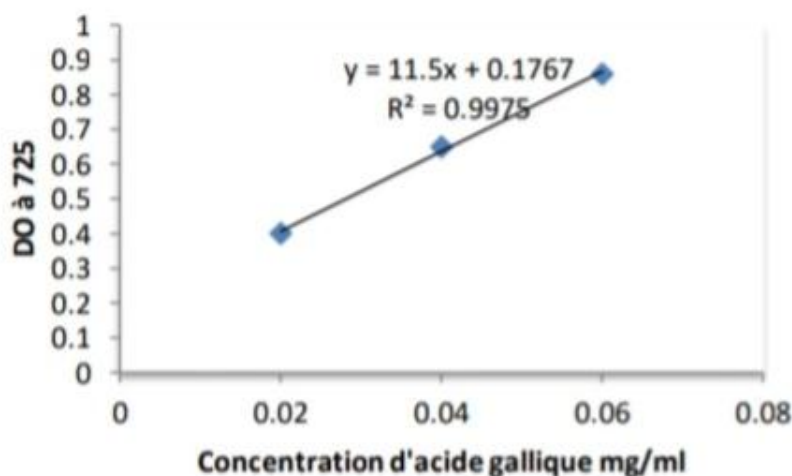


Figure 13 : Courbe étalonnage correspondant aux dosages des phénols totaux

4.2. 13. Dosage des flavonoïdes

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner un complexe avec le groupement (CO) de chlorure d'aluminium. Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux du fer et aluminium (Ribéreau-Gayou et al., 1982).

Le dosage des flavonoïdes a été effectué selon la méthode utilisée par (Ghafar et al, 2010). Un volume de 1 ml d'extrait de fromage au margine a été mélangé avec 1ml de chlorure d'aluminium après incubation pendant 15 min à l'abri de la lumière, l'absorbance a été mesurée à 430nm.

La quantification des flavonoïdes a été faite en fonction d'une courbe d'étalonnage linéaire réalisée par une solution étalon de quercétine à différentes concentrations, d'où on calculé la teneur en flavonoïdes d'extraits du fromage qui est exprimé en mg équivalent par la matière sèche (mg EQ/g).

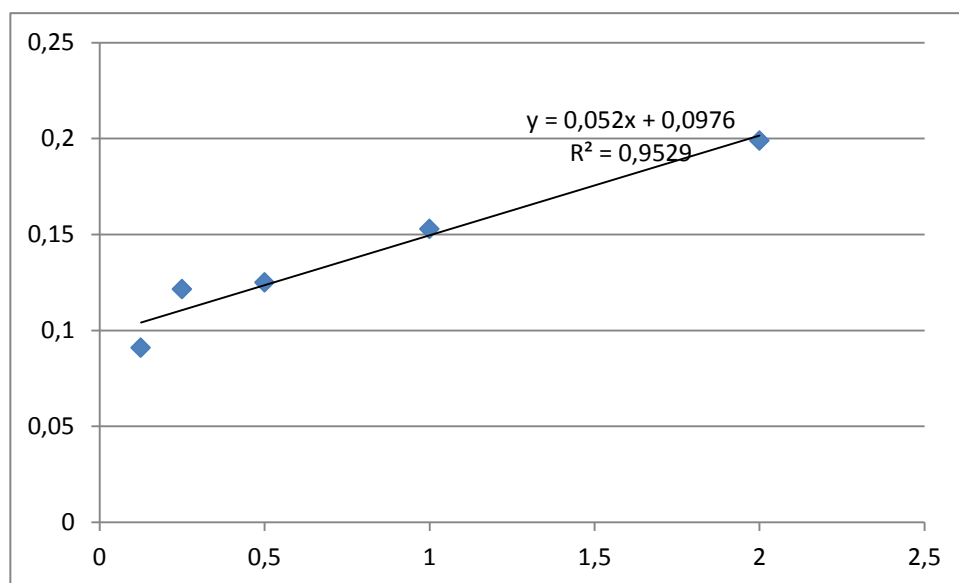


Figure 14: Courbe étalonnage de la quercétine

3. Evaluation de l'activité antioxydante par DPPH du fromage avec et sans margines

Le DPPH (2,2 -diphényl -1- picrylhydrazyl) est un radical libre stable possédant un électron non apparié sur un atome du pont d'azote et de couleur violet foncée (Gordon, 1990). Cette couleur disparaît en présence d'antioxydant lorsque le DPPH est RÉDUIT, passant au jaune pâle du groupe pécryl et l'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons (Sanchez Moreno, 2002).

Le pouvoir antiradicalaire a été testé en employant la méthode utilisée par Brand (Williams et al, 1995) avec QUELQUES modifications. La solution de DPPH a été préparée par la solubilisation de 2,4mg de DPPH dans 100ml de méthanol (agitation pendant 1 heure)

L'analyse immédiate a été déterminée selon les méthodes fournies par l'Association of Official Analytical Chemists (AOAC) (ADAC, 2012). L'activité de piégeage des radicaux DPPH a été déterminée selon la méthode de (Chaiwong et al. 2022) avec une légère modification. En bref, l'échantillon de fromage avec et sans margines (0,5 g) a été mélangé avec de l'éthanol absolu (9,5 ml). Le mélange a ensuite été centrifugé à 4 000 xp pendant 15 min. Le surnageant a été collecté et porté Un volume de 100µl de l'extrait a été ajouté à 2 ml de la solution de DPPH. Le mélange réactionnel a été agité vigoureusement et incubé 30 min à l'obscurité. Les absorbances ont été mesurées à 517 nm avec un blanc :(solution DPPH/méthanol)

Les résultats ont été exprimés en pourcentage de réduction du radical DPPH par

Rapport à un contrôle, selon la formule suivante : %réduction DPPH°= [(ABS contrôle-ABS extrait)/ABS contrôle]*100



Figure 15: Détermination de l'activité antioxydante par DPPH

Résultats et discussion

Résultats et discussion

Résultats et discussion

1. Analyses physico-chimiques des margines

Les différentes propriétés physico-chimiques de ces effluents sont présentées dans le tableau N°01

Tableau 01 : les paramètres physicochimiques des margines utilisées

paramètre	Valeurs
pH	5.05
Conductivité électrique (ms/cm)	4.83
acidité	65
Humidité%	93.74
Matière sèche (g/l)	15.19
Solide total en suspension (g/l)	10.20
Azote total	0.0812
Matière organique	90.9
Matière minéral (mg/l)	31833
Composé phénolique (g/l)	0.8

D'après les résultats du tableau, nous pouvons dire que :

- ✚ Ces margines ont une acidité élevée $\text{pH}=5.05$ en raison de la présence des acides organiques. Ce qui provoque des effets négatifs sur le milieu naturel où elles sont déversées, cette valeur rend le traitement biologique des margines brutes très difficile vu les conditions de développement des micro-organismes
- ✚ L'acidité est due à la présence des matières organiques, acides phénoliques et acides gras. Elle augmente avec la durée du stockage. Ce phénomène peut être expliqué par des

Résultats et discussion

réactions d'auto-oxydation et de polymérisation qui transforment les alcools phénoliques en acides phénoliques. Ces réactions se manifestent par un changement de la coloration initiale des margines du marron vers un noir très sombre.

- ✚ Les margines étudiées ont une conductivité électrique élevée de l'ordre de 4.83 ms/cm. Cette valeur reflète la teneur élevée en composés ioniques (sels minéraux).
- ✚ Les valeurs de l'humidité des margines brutes est 93.74 Ce pourcentage représentent la masse d'eau obtenue par calcul après dessiccation par rapport à la masse initiale. La valeur enregistrée dans cet étude, est proches à ceux notées dans d'autres travaux qui donnent une valeur de 90% (**Fiestas Ros de Ursinos, 1981**).
- ✚ La teneur moyenne en matières organiques exprimée en DCO est de l'ordre de 90.9 g d'O₂/l. Ceci montre la forte demande en oxygène pour l'oxydation complète des matières organiques contenues dans cet effluent. . Cette teneur en DCO est très élevée par rapport à celle enregistrée dans d'autres types de rejets. En effet, la DCO ne dépasse pas 4.02 g d'O₂/l dans les effluents d'abattoir qui sont considérés comme les principaux rejets à caractère organique dominant. Toutefois, notre valeur reste comparable à celles obtenues par plusieurs auteurs pour les margines issues du système de centrifugation
- ✚ une charge importante de matières organiques comme tous les rejets liquides issus des activités agro-alimentaire. Cette charge est donnée par une DBO5 de 2300 mg d'O₂ /L de margine brute, qui caractérisé la pollution oxydable totale
- ✚ Les margines sont très riches en matières en suspension, leurs teneur est de l'ordre de 10.20 g/l. Cette valeur est similaire à celles rapportées par d'autres auteurs ce résultat est expliquée par l'origine de l'échantillonnage des margines, en effet ces derniers sont prélevés depuis des bassins de stockage durée moyenne (de 14 jours) et les MES baissent sous l'effet de la décantation
- ✚ D'après cette figure la matière sèche de la margine mère se présente sous une forme granulaire irrégulière et hétérogène sur toute la surface analysée. Deux parties distinctes apparaissent : une sombre avec un aspect fondu, correspondant probablement à la fraction organique de la matière sèche, l'autre plus brillante et granuleuse car elle est plus riche en éléments plus lourds, constituant la partie minérale 15.19g/l
- ✚ Les phénols totaux (0.8 g/l) de la margine issue de procédé industriel,
- ✚ Le taux de polyphénols a été déterminé par de nombreux chercheurs: des valeurs de 4 g/l **quantifiées par Fki et al. (2005a)**; 7 g/l trouvées par **Fezzani et Ben Cheikh (2007)**; 1.1 g/l (margine fraîche) et 2.5 g/l (margine acide) mesurées par **De Marco et al. (2007)**. Ces valeurs sont plus élevées par rapport à celles enregistrées dans notre étude (0.8, 0.5

Résultats et discussion

g/l), par contre elles sont plus élevées par rapport à celle déterminée (0.215 g/l) par **Moussaoui (2007)**.

✚ La teneur en azote totale est à l'ordre de (0.0812 g N/ L). Notre résultat presque comparable (**Mebirouk et al 2007**)

2. Analyses Bio-physico-chimiques du fromage avec et sans margines

2.1. Le pH

Le fromage préparé est neutre avec un pH égal à 6.20, mais après l'ajout des margines acides (pH=5.05) rond le fromage avec un pH égal à 6.03 mais il reste toujours neutre. L'étude comparative de ces résultats avec ceux des autres auteurs, a révélé que les effluents d'huileries d'olive présentent, selon **Aissam (2003) et Fiorentino et al. (2003)** une composition plus au moins variable qui dépend de la qualité des olives, de leur degré de maturité, du système d'extraction et de la qualité d'eau rajoutée lors de la phase d'extraction de l'huile et leurs acidité est due à la richesse de cet effluent en acides organiques (acides phénoliques, acides gras...) (**Leulmi, 2011**)

D'après **GORBAN et IZZELDIN, (1997)**, le pH et le goût du lait peuvent être affectées par l'alimentation et la disponibilité d'eau et le stade de lactation et de l'état sanitaire de la mamelle (**MATHIEU, 1998**). Selon **CAROLE, (2002)**, le pH dépendrait également de la présence de caséines et d'anions phosphoriques. **ALAIS et LINDEN (1997)** qu'a déjà montré que le présure animale possède un pH acide. Selon **ISSELANE, (2014)** l'activité optimale de présure se situe dans un intervalle de pH de 5 à 6ce qui répond à nos résultats.

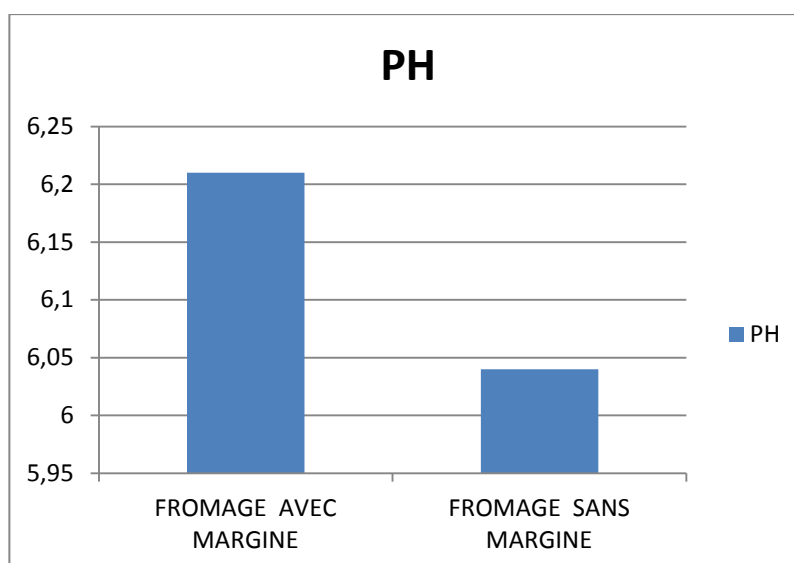


Figure 16 : résultats des analyses de pH

Résultats et discussion

2.2. L'acidité

Le degré Doronic ($^{\circ}\text{D}$) est une expression, de l'acidité développée dans le lait, par transformation du lactose (principal sucre du lait) en acide lactique, un degré Dornic ($^{\circ}\text{D}$) correspond à 0,1d'acide lactique dans un litre de lait (**Chamba et Prost,1989**).

L'acidité développée dans le fromage résulte de la transformation du lactose en acide lactique. Elle est mesurée par titration **El Marnissi et al. (2013)**. Le fromage préparé sans margines a montré une acidité égale à 26 $^{\circ}\text{D}$ par contre l'acidité du fromage avec les margines est 28 $^{\circ}\text{D}$. Les faibles valeurs d'acidité titrable enregistrées dans nos résultats reflètent une faible fermentation lactique dans les échantillons de fromage. En effet la préparation de ce fromage se basait sur la coagulation enzymatique après une faible fermentation lactique.

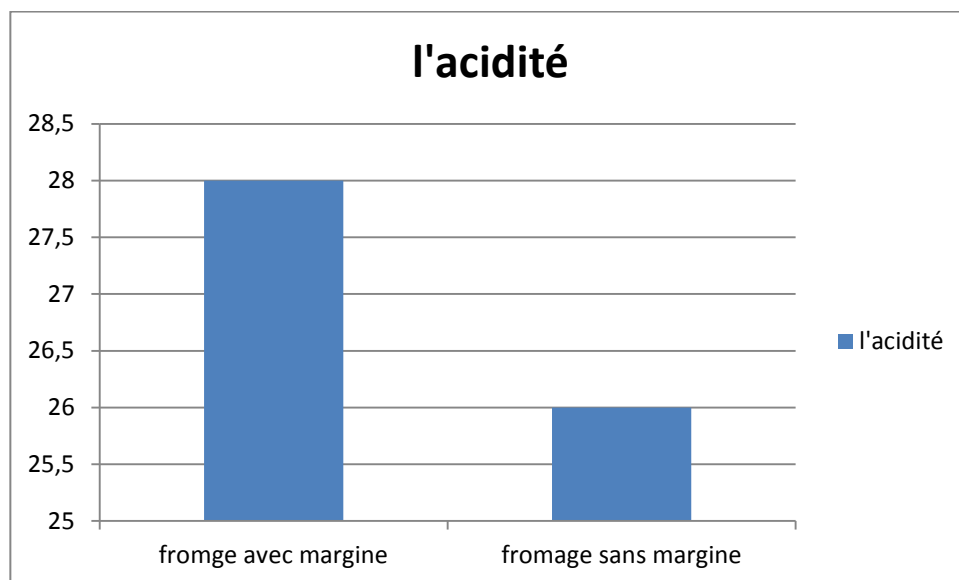


Figure 17:l'acidité des fromages

2.3. La densité

Le dernier paramètre physico-chimique rapporté est la densité. La densité à 20 $^{\circ}\text{C}$ est de $1,006 \pm 0,002$ pour le fromage fabriqué sans margines mais la densité du fromage préparé avec les margines est $1,01 \pm 0,004$. On constate qu'il y a une amélioration de la densité après l'ajout des margines mais la fluctuation autour de la moyenne est faible. On note que les deux échantillons préparés ont une densité inférieure à la norme FILAFNOR (1,030-1,032) mais proche à celui cité par **Benkarroum et al. (2004)**.

D'après Ouadgiri (2009), la différence trouvée dans les paramètres physico-chimique de fromage préparé étudié peut être due à plusieurs facteurs tels que la méthode de préparation, le type de lait utilisé, la date préparation du fromage et au type d'alimentation données aux animaux. D'autre part sont faible par rapport à celles mentionnées par les travaux de **RHIAT**;

Résultats et discussion

La différence des teneurs en acide lactique dans les sept échantillons serait due aux différents additifs utilisés et les caractéristiques de la matière première, des charges bactériennes et de l'âge de maturation (**Ouadghiri, 2009**).

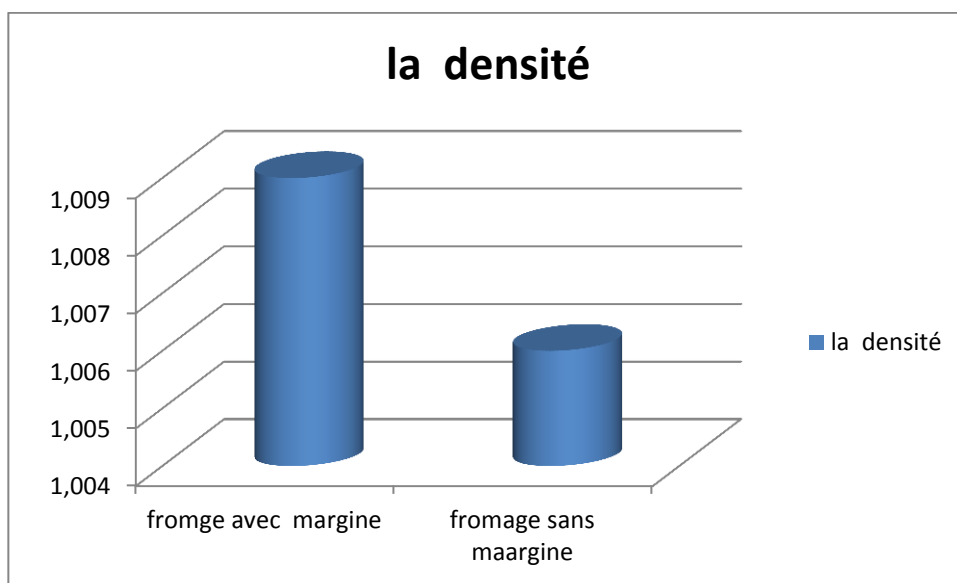


Figure 18: la densité des fromages

2.4. La teneur en cendre

Le taux moyen de cendres est de $1,18 \pm 0,01\%$ pour le fromage avec l'eau végétal très élevée par rapport fromage sans eau végétal $0,20\%$. Nos résultats se coïncident aux plusieurs travaux notamment ceux décelés par (**NOUTFIA et al., 2000**)

D'autre part nos valeurs moyennes de cendres sont très faibles à celles décelées par **KOUNIBA et al. (2007)**.

Les teneurs en cendres peuvent varier considérablement avec la technologie utilisée, en particulier le type de coagulation (**DILLON et BERTHIER, 1997**) et peut être due à la différenciation de la race des vaches; cela peut être confirmé par les résultats de **DOSSOU et al. (2016)** où le taux de cendres varie de 1-5% selon les différentes races de vaches.

2.5. L'humidité

Le taux d'humidité est un paramètre qui renseigne sur la consistance du fromage, il est inversement proportionnel à la dureté du fromage. Selon **McMahon et al, (1999)**, les propriétés fonctionnelles des fromages sont contrôlées par la composition chimique, y compris le taux d'humidité.

L'humidité du fromage préparé sans margines est $56,14\%$ par contre elle est dans le fromage préparé avec les margines $59,15\%$. Donc il y a une augmentation qui due à la quantité ajoutée des margines pendant la fabrication du fromage.

L'humidité est le composant principal responsable de l'élasticité du fromage. Par son rôle de plastifiant ou de lubrifiant dans la matrice protéique, le fromage devient moins élastique et plus

Résultats et discussion

facile de se briser au cours de la compression (Fox et al., 2000). Le traitement thermique du lait destiné à la fabrication du fromage affecte la teneur en humidité dans le produit fini. Les études menées par Othman (2011) montrent qu'un fromage préparé à partir d'un lait frais possède une teneur en humidité inférieure par rapport à celui préparé à partir du lait pasteurisé.

2.6. Rendement

Le rendement fromager, défini comme la quantité du fromage fabriqué par 100 litres du lait cru, était de l'ordre $19,98 \pm 20,29\%$ pour le fromage frais à présure animale, ce résultat est proche aux résultats révélés par (NOUTFIA et al., 2016) alors que les deux résultats sont satisfaites (22.33/22.05) pour fromage avec et Sans margines respectivement

Selon MAUBOIS et MOCQUOT(1971), le rendement fromager est conditionné à la fois par la teneur en protéines et en matière grasse, et ceci plus particulièrement pour les fromages frais. Si toutes les enzymes protéolytiques coagulent le lait, les rendements obtenus en fromagerie avec ces dernières varient grandement en fonction du lait utilisé et de l'enzyme elle-même. En effet, ARLENE (2014) a étudié l'effet du type d'enzyme et du type de lait sur le rendement du fromage. Les résultats ont montré que pour une même enzyme le rendement varie en fonction du lait, compte tenu du fait que la teneur en, varie selon le lait. Pour un même lait, plus le pouvoir coagulant de l'enzyme est élevé, plus le rendement n'est élevé.

Nos résultats sont satisfaisants et sont proches de ceux rapportés par d'autres auteurs à Savoir Boudjenah-Haroun (2012) (24%) et Kouniba et al (2007) (23.8%).

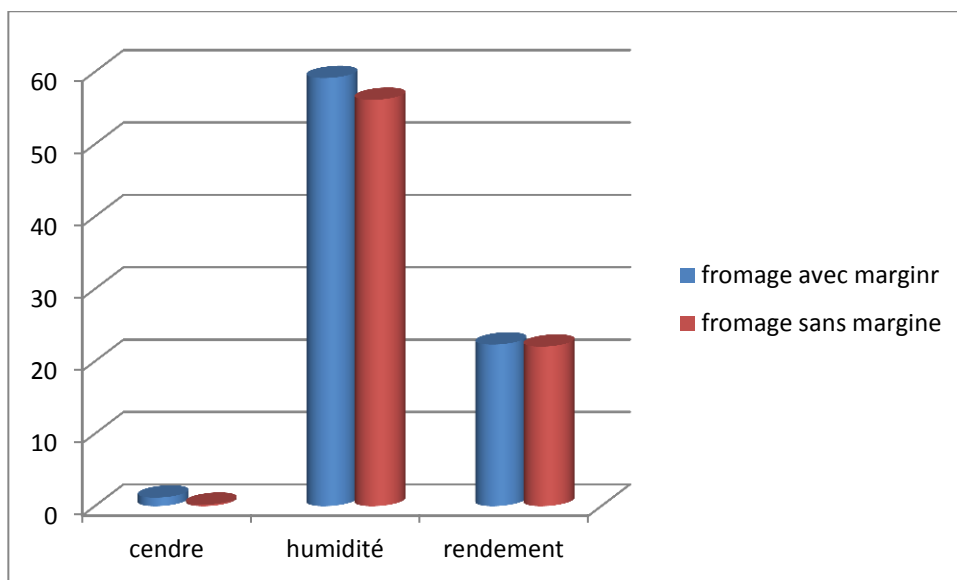


Figure 19: le cendre l'humidité et le rendement

2.7. La teneur en matière grasse

On remarque pour un fromage avec margine (18.49) est un fromage sans margine (16.46). Une légère augmentation du pourcentage de matière grasse dans le fromage frais avec margine,

Résultats et discussion

cela peut être expliqué par la quantité ajoutée des margines qui contiennent des corps gras affectant légèrement le pourcentage de matière grasse dans le fromage frais.

D'autres parts .La différence de nos résultats de la matière grasse obtenue par rapport aux autres travaux, peut être expliquée principalement par La technique d'égouttage utilisée et la quantité de lactosérum enlevée. L'égouttage a par conséquent une grande incidence sur le type de fromage qu'on cherche à produire (**Gelais et al., 2002**).

Le rôle de la matière grasse dans la fabrication et l'affinage du fromage est assez connu. Au point de vue texture, le rôle de la matière grasse n'est pas négligeable, ainsi qu'au point de vue saveur. Nous avons souligné l'existence d'un rapport « matière grasse / protéines » dans le lait de mélange, ayant une influence nette dans la transition de l'extrait sec, c'est-à-dire, dans le rendement.

2.8. La teneur en matière sèche

Le taux d'extrait sec dans un fromage dépend entre-autre de la quantité de Fromage utilisé pour la fonte et du taux d'extrait sec des autres matières premières mises en Œuvre pour la fabrication du fromage frais (**Eck et Gillis, 1997**). Selon la figure qui montre la matière sèche du fromage préparé sans margines (37.14) %, la valeur est augmentée et atteint (38.95) %, donc il y a une amélioration de ce paramètre en ajoutant les margines

Les valeurs obtenues sont conformes à la norme exigée par l'entreprise et à la norme **AFNOR (1986)** qui doivent être supérieure ou égale à 40 ,ce qui montre que le produit fabriqué est de bonne qualité nutritive et en outre il n'y pas de perte de matières premières car on ne trouve pas un point en dehors de la limite supérieure.

Détermination du rapport de matière grasse /matière sèche (MG/MS) . Le taux de la matière grasse dans l'extrait sec contribue directement aux propriétés Organoleptiques notamment l'onctuosité qui se caractérise par le toucher gras d'un produit. Le bon choix de la matière première et le respect de la technique de fabrication permettent l'obtention de produits dans une large gamme de textures : de fluide à ferme et de tartinable à tranchable (**Eck et Gillis, 2006**)

Résultats et discussion

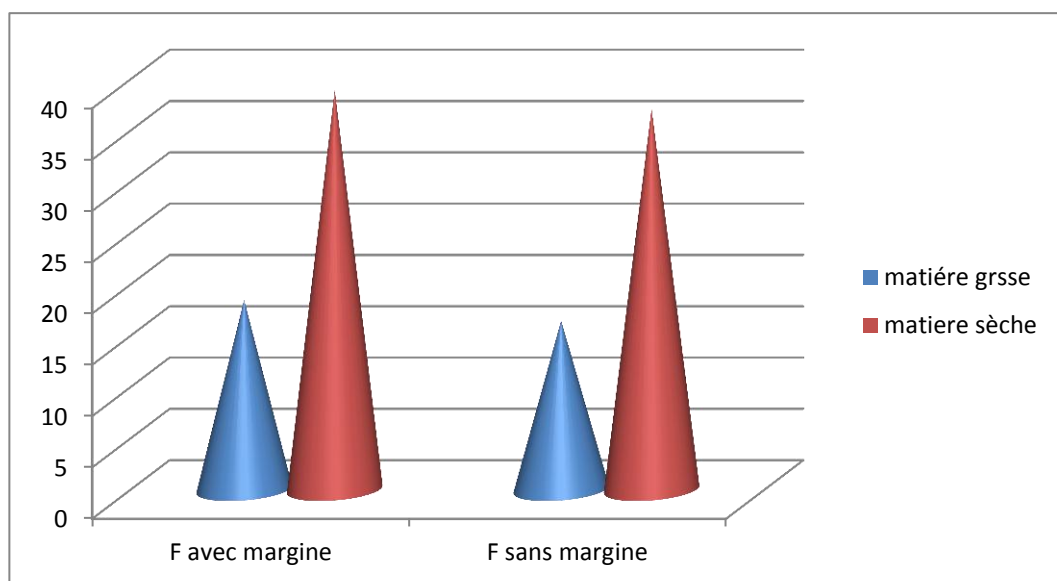


Figure 20: La teneur en matière grasse et sèche

2.9. Le dosage des sucres totaux

Toutefois, les mêmes résultats montrent une élévation très nette du taux de sucres qui passe de

4,9 g dans le fromage à margine comparé à 4 pour le fromage sans margine, ce résultat est justifié par la richesse de la margine au sucre d'autre part à la richesse de la spécialité fromagère en amidon ; ce dernier présente l'avantage de procurer un aspect onctueux et une viscosité élevée avec un bon rendement dû aux gonflements des granules d'amidon réticulé (E1422) suite à l'absorption de l'eau (Mounsey et O'riodan...2001)

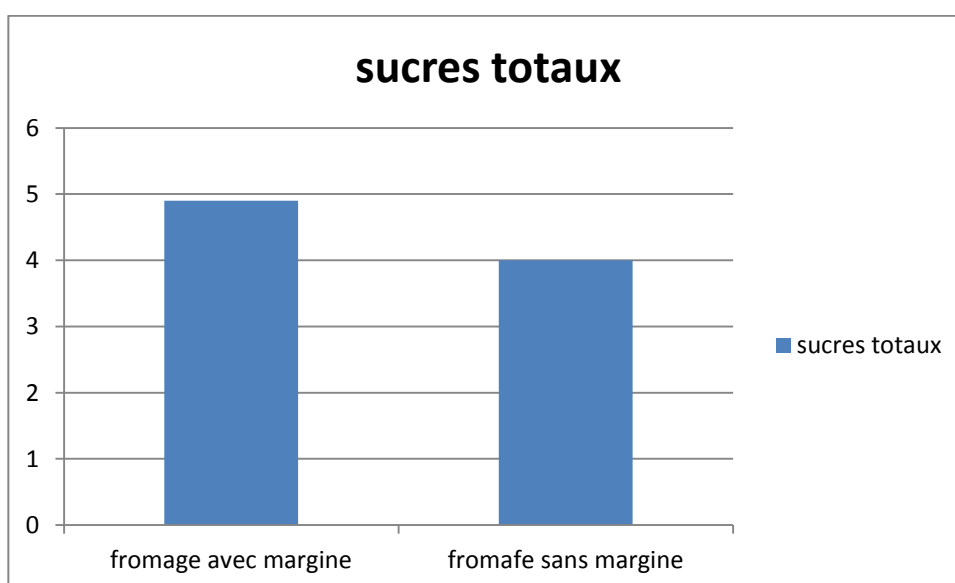


Figure 21: La teneur en sucres totaux

Résultats et discussion

2.10. Le dosage d'azote

Une augmentation de la teneur en azote dans le fromage après l'ajout des margines dont les résultats trouvés sont (2.9g/l) et (0.753 g/l) pour les fromages avec et sans margines respectivement cette dernière est faible par rapport au fromage sans margines et à celle citée par **Lopez et Ramos-Cormenzana, (1996)** qui est au minimum de 0.9 g/l. La composition et la qualité du fromage sont influencées par divers facteurs : la composition microbiologique et chimique du lait, la technologie de fabrication du fromage, le temps et les conditions de maturation (**De Marchiet et al. 2008 ; Formaggioni et al., 2015 ; Uzun et al., 2020**) .

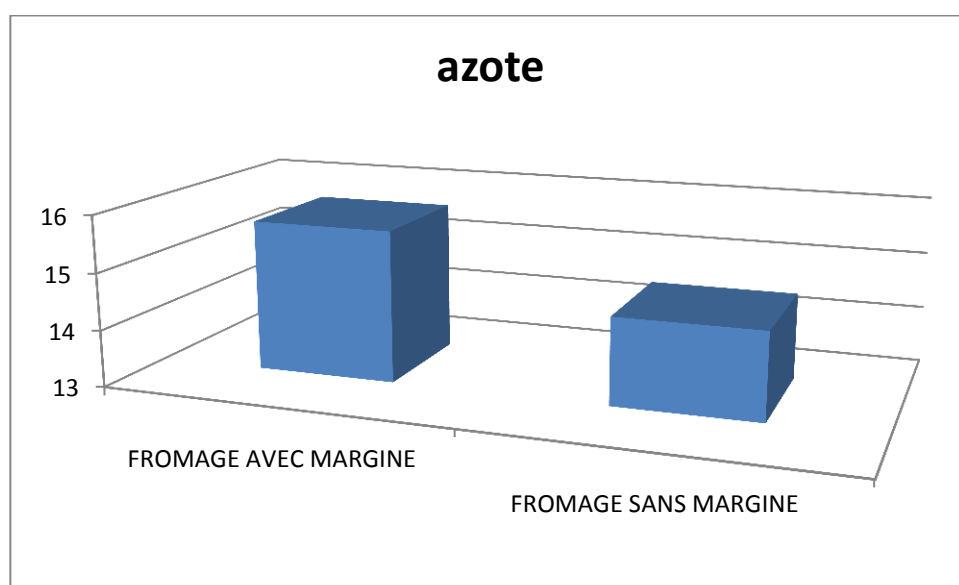


Figure 22 : Dosage d'azote

2.11. Dosage des protéines

L'analyse de la fraction protéique de nos échantillons révèle des valeurs variant entre 15.67 % pour le fromage avec les margines et 14.53% pour le fromage sans margines.

Nos résultats se rapprochent des valeurs obtenues par **Amimour (2019)** (14.53 %).

Cependant, La tendance générale de ces résultats était en accord avec ceux rapportés pour le fromage de vache frais par **Benheddi et Hellal (2019)**.

En revanche, la teneur enregistrée dans notre étude de fromage sans margine est faible par rapport au fromage fabriqué avec les margines qui est aussi faible par rapport à ceux révélées par d'autres auteurs à savoir (**AbdEl-Salam et al ., 2017**) (16.52%)et (**Islam et al ., 2021**) (18.90%)

La composition et la qualité du fromage sont influencées par divers facteurs : la

Résultats et discussion

composition microbiologique et chimique du lait, la technologie de fabrication du fromage, le temps et les conditions de maturation (De Marchietal., 2008 ; Formaggioni et al., 2015 ; Uzun et al., 2020). puis que le produits ajouté

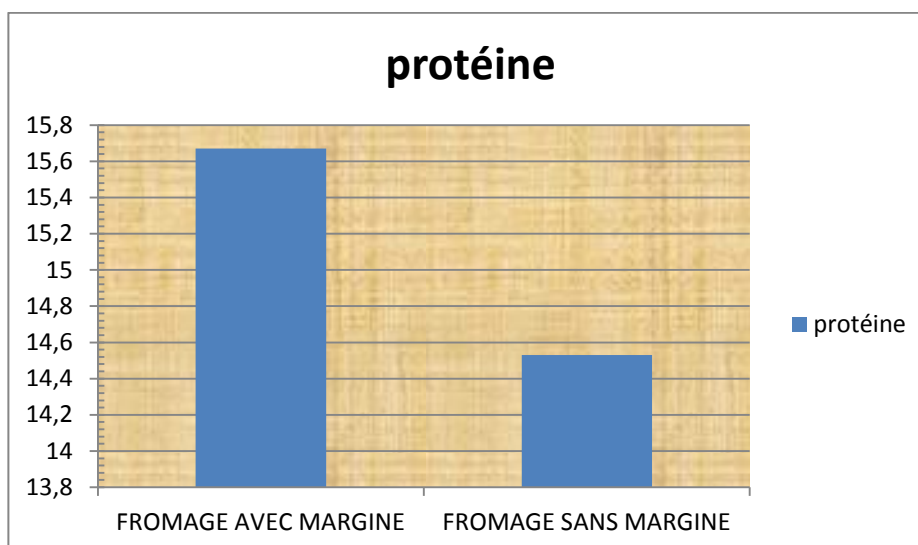


Figure 23: Dosage des protéines

2.12. Dosage des composés phénoliques

Les résultats du dosage des composés phénoliques à partir des extraits des fromages avec les margines comptent divers composés phénoliques de structure variable. Issus de l'hydrolyse enzymatique des glucides, des esters de la pulpe d'olive au cours du processus d'extraction. Leur teneur est 07mgEAG/mlE pour le fromage sans margine et elle est 9 m gEQ/mlE

A l'issue de ces résultats concernant des teneurs en polyphénols, il ressort que les margines sont très riches en polyphénols ce qui influe sur la teneur du fromage en polyphénols ce qui rend ce fromage une excellente source naturelle de composés bioactifs bénéfiques à la santé humaine.

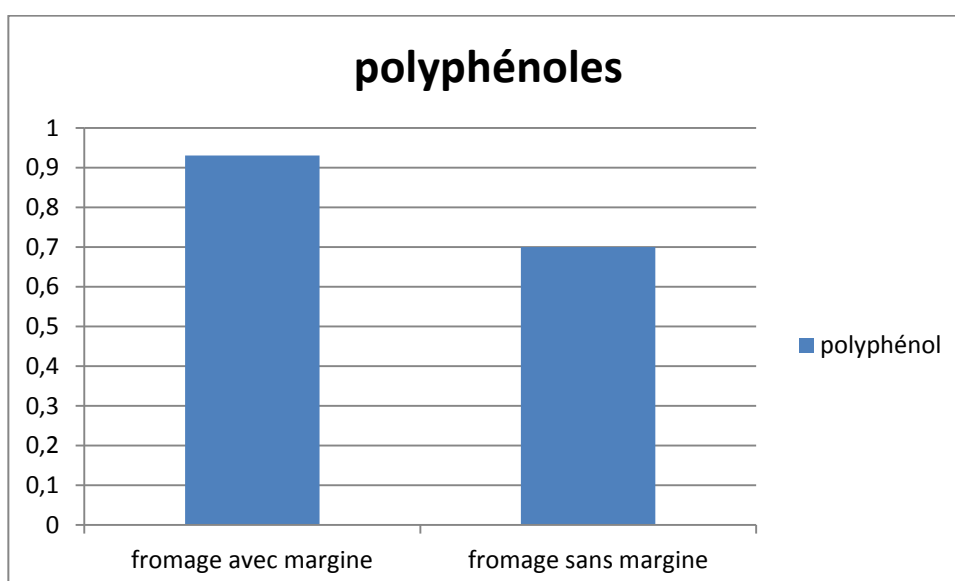


Figure 24: Dosage des composés phénoliques

Résultats et discussion

2.13. Dosage des flavonoïdes

Le taux de flavonoïdes est amélioré dans le fromage préparé avec margines, il est de l'ordre de [8,2mg EQ /mlE] par rapport à leurs taux dans le fromage sans margines qui est 0.5mgEQ/mlE.

Selon **Lapronik et al. (2005)** la solubilité des flavonoïdes dépend du nombre, du type et de la position de la liaison des glucides avec les flavonoïdes présents dans la plante. Les conditions d'extraction, la variété, l'origine des échantillons ainsi que la méthode de conservation des plantes peuvent affecter les teneurs en phénols et en flavonoides (**Rawel et al., 2005**).

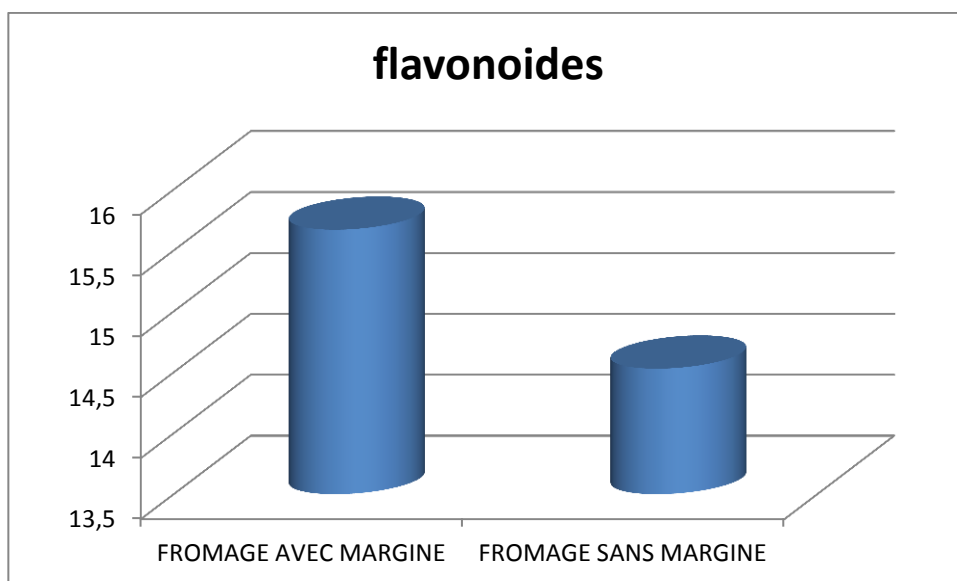


Figure 25: Dosage des flavonoïdes

3. Evaluation de l'activité antioxydante par DPPH du fromage avec et sans margines

Le DPPH qui est un radical libre a été largement utilisé pour évaluer les propriétés Antioxydants des protéines (**Klompong et al., 2007**) et une activité dérèglement de DPPH Relativement élevée a été observée.

L'extrait du fromage avec margines s'est révélé la meilleure activité antioxydante avec (65,02 %) par rapport à l'extrait du fromage sans margines qui a révélé une valeur de (49,97 %). Cette activité étant très proche de celle du **BHA** (53,37%), mais celle du fromage préparé avec les margines est la meilleure même par rapport au standard BHA

Cuchillo et al. (2009) ont noté un taux d'activité antioxydante égale à 46,9 % pour le Fromage au lait cru et un taux de 24,1% pour le fromage à base de lait de chèvre pasteurisé.

D'après **Bzducha et Wolosiak (2006)**, en plus d'une source des acides aminés, les Caséines peuvent jouer un rôle comme antioxydant, ce qui est peut être lié à la capture des Radicaux libres par les résidus d'histidines. **Saiga et al (2003)**, ont aussi attribués le pouvoir Antioxydant

Résultats et discussion

des protéines aux acides aminés issus de leurs hydrolyses, cette activité Antioxydant est donc liée à la teneur en caséines vu que c'est la major protéines du lait.

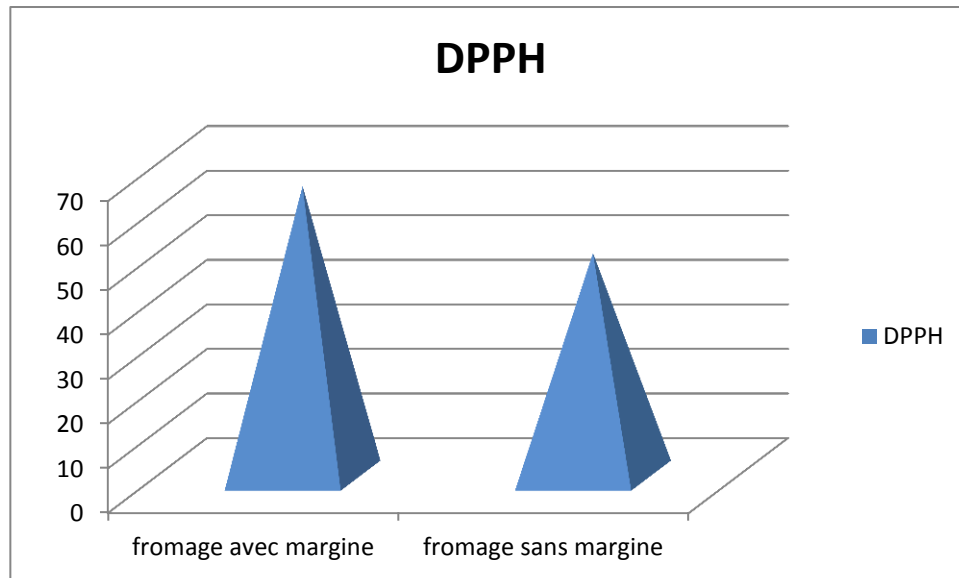


Figure 26: Activité antioxydants DPPH

Conclusion générale

Conclusion générale

Conclusion générale :

Le fromage frais peut améliorer et compléter l'alimentation humaine, il est considéré comme l'un des produits fermentés les plus consommés au monde :

C'est un élément important de l'alimentation humaine car il est riche en protéines, en minéraux et surtout en Calcium.

Dans le cadre de l'amélioration de sa valeur nutritionnelle, il a été suggéré d'ajouter du margine aux fromages frais pour évaluer ses effets, antioxydants et aromatiques.

D'après les résultats obtenus, il ressort que :

- Une amélioration des analyses physiques et chimiques du fromage préparé après l'ajout des margines. Une augmentation constatée dans le pH (6.03), l'acidité (28°D) la teneur en cendres (1.18%), l'humidité (59.15%), la matière sèche (38.95%), le rendement (22.33), matière grasse (18.49), teneur en protéines (15.67 %), teneur en azote (2.9g/l) la densité (1.008) et le teneur en sucre (4.9g)
- Les résultats obtenus montrent une augmentation du pourcentage de polyphénols (1,9 mg EAG/g et de flavonoïdes (0,93 ± 0,18 mg EQ/g MS) dans le fromage de margine par rapport aux résultats du fromage frais.
- L'extrait du fromage avec margine s'est révélé de meilleure activité antioxydante (65,02 %) par Rapport à l'extrait du fromage sans margines (49,97 %).

Les résultats obtenus confirment l'avantage de les margines dans l'enrichissement de fromage et de produits laitiers en générale, surtout qu'il a modifiée a amélioré le profil nutritionnel, les propriétés physico-chimiques, et la qualité organoleptique du produit.

Cette Étude a révélé que l'introduction des extraits enrichis en polyphenols améliore l'activité antioxydante avec une capacité supérieure à celle des standards, et le potentiel antioxydant est plus élevé.

Cette étude fournit de nouvelles perspectives intéressantes dans le secteur laitier qui est en constante évolution, et l'ensemble de ces résultats obtenus ne constitue qu'une première étape dans l'amélioration de la qualité des produits laitiers donc il serait plus intéressant en perspective de procéder à :

- Etablir des tests antioxydants et antibactériens plus avancés.
- L'élargissement de l'étude les margines vue leurs caractéristiques intéressantes.
- Il est aussi important de chercher à comprendre le mécanisme d'action des composés phénoliques de les margines sur la santé humaine tant qu'ils sont impliqués dans les préventions de plusieurs maladies.

Conclusion générale

-Tout mettre en œuvre pour tenter de réduire les problèmes de pollution résultant du rejet chaotique des eaux végétales dans l'environnement, et cela peut avoir des conséquences positives sur l'environnement et en même temps sur l'économie. Cette valorisation générera de nombreuses valeurs ajoutées des produits qui seront appliqués dans de nombreux domaines tels que le domaine agroalimentaire.

Références bibliographiques

Conclusion générale

A

- **AbdEl-Salam, B. A. E. Y., Ibrahim, O. A., & El-Sayed, H. A. (2017).** *Purification and Characterization of milkclotting enzyme from artichoke (Cynaracardunculus L.) flowers as Coagulant on white soft cheese. Int. J. DairySci, 12, 254-265.*
- **AFNOR, E. (1986).** Méthodes d'essai. Recueil des normes françaises.
- **ALAIS C. ET LINDEN G. (1994),** Biochimie alimentaire – 3^e édition. Masson. Paris .244p.
- **Anonyme. (1998).** *Official Methods of Analysis Association of Official Analytical Chemist (AOAC). 16thEd.* Arlington. VA.
- **ARLENE, A. (2014).** *The Effects of Milk Types (Cow, Peanut, Red Bean) And Enzyme Types (Rennet, Papain, Bromelain) Towards The Quantity And Quality of Cheddar Cheese.* (Page consultee le 05/04/2015).
- **Atanassova D., Kefalas P., Psillakis E., (2005).** *Measuring the antioxidant activity of olive Oilmillwastewater using chemiluminescence. Environment International, 31, 275-280.*
- **Audigie, CL., Fegarlla., Zonszain, F. (1984).** *Manipulation d'analyses biochimiques, Edit, Tec et Doc, Paris, 270p.*

B

- **Benheddi, W., & Hellal, A. (2019).** Technological characterization and sensory evaluation of A traditional Algerian fresh Cheese esclotted with Cynaracardunculus L. flowers and lactic acid Bacteria. *Journal of food science and technology, 56(7), 3431-3438.*
- **BENKERROUM, N., & TAMIME, A. Y., (2004).** Technology transfer of some Moroccan traditional dairy products (Iben, jben and smen) to small industrial scale. *Food Microbiology, 21(4), 399-413.*

Conclusion générale

- **Benyahia N et Zein K.,(2003).** Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et Solutions récemment développées. Contribution spéciale de Sustainable Business Associates (Suisse) (SBA) à SwissEnvironmental Solutions for Emerging Countries (SESEC II), 1-8.
- **Borja R., Alba J., Banks C. J., (1997).** Impact of the main phenolic compounds of Millwaste water (OMW) on the kinetics of acetoclasticmethanogenesis. *PrecessBiochemistry*, 32, 121-133.
- **Bucic-kojic A, Planinie M, Tomas S, Billie C et Vellie D, (2007).**Studyofsolidliquid extraction Kinetics of total polyphenols fromgrapeseds. *Journal of Food Engineering*, 81,p 236-242.

C

- **CAROLE, L., VIGNOLA (2002).** Science et technologie du lait. Edit. Fondation de Technologie laitière du Québec Inc., Canada, 599p.
- **Casa R., D'Annibale A., Pieruccetti F., Stazi S. R., GiovannozziSermanni G., LoCascio B.,(2003).** Reduction of the phenolic components in olive-millwastewaterBy an enzymatictreatment and its impact on durumwheat (*Triticum durum* Desf.)Germinability. *Chemosphere*, 50, 959-966.
- **Colarieti M. L., Toscano G., Greco G. Jr., (2006).** Toxicityattenuation of olive millWastewater in soilslurries. *Environ ChemLett*, 4, 115-118.

D

- **D'Annibale A., Casa R., Pieruccetti F., Ricci M., Marabottini R., (2004).** LentinulaedodesRemovesphenolsfrom olive-millwastewater: impact on durumwheat (*Triticum durum* Desf.) germinability. *Chemosphere*, 54, 887-894.
- **DellaGreca M., Monaco P., Pinto G., Pollio A., Previtera L., Temussi F., (2001).**Phytotoxicity of low-molecular-weightphenolsfrom olive millwastewaters. *Bulletin ofEnvironmental Contamination and Toxicology*, 67, 352-359.

Conclusion générale

- **Dillon JC., Berthier AM., (1997).** Le fromage dans l'alimentation. In : Le fromage de la Science à l'assurance qualité, 3ème édition, Paris, PP. 713-724.
- **Dossou J. ; Atchouké G. D. ; Dabadé D. S. ; Azokpota P. et Montcho J. K., (2016).**Evaluation comparative de la qualité nutritionnelle et sanitaire du lait de différentes races de Vaches de quelques zones d'élevage du Bénin ; European Scientific Journal January 2016 Edi-Tion vol.12, No.3 ISSN : 1857 – 7881 (Print) e – ISSN 1857-7431.

E

- **El Hadrami A., Belaqziz M., El Hassni M., Hanifi S., Abbad A., Capasso R., Gianfreda L., El Hadrami I.,(2004).**Physico-chemical characterization and effects of olive oil mill Wastewater fertirrigation on the growth of some Mediterranean crops. *Journal of Agronomy*, 3(4), 247-254.

F

- **FAO.,(1997) :** Alimentation et nutrition, 1997 : Manuel sur le contrôle de la qualité des Produits alimentaires Volume 14. Assurance de la qualité dans le laboratoire d'analyse Chimique des aliments édition Organisation des nations unies pour l'alimentation et L'agriculture. Rome.134p.
- **Fiestas Ros d'Ursinos, J.A. (1981).** Différentes utilisations des margines. In Proc. Of Séminaire international sur la valorisation des sous-produits de l'olivier. FAO. Tunisie. Décembre.
- **Fki I., Allouche N., Sayadi S., (2005).** The use of polyphenolic extract, purified Hydroxytyrosol and 3, 4-dihydroxyphenyl acetic acid from olive mill wastewater for the stabilization of refined oils: a potential alternative to synthetic antioxidants. *Food Chemistry*, 93, 197-204.

Conclusion générale

- **Formaggioni, P., Summer, A., Malacarne, M., Franceschi, P., & Mucchetti, G. (2015).** Italian and Italian-style hard cooked cheeses: Predictive formulas for Parmigiano-Reggiano 24-h cheese yield. *International Dairy Journal*, 51, 52-58.

G

- **Galli C., Visioli F., (1999).** Antioxidant and other properties of phenolics in olives/olive oil, typical compounds of the Mediterranean diet. *Lipids*, 34, S23-S26.
- **Gelais, St. D ; Tirard, C.P ; Belonger, G ; Couture, R ; et Drapeau R., (2002).** Fromage. In Sciences et technologies du lait, transformation de lait. *Ed VIGNOLA C. Ecole polytechnique De Montréal* : P 349-412.
- **GORBAN A.M.S. AND IZZEDINE O.M. (1997).** Mineral content of camel milk and Colostrum. *J. Dairy Techn.*, 64, 471-474.

I

- **Islam, M. A., Basunia, M. H. K., Rahman, A., Bari, M. S., Rahman, M. F., Mannan, M. A., & Datta, T. K. (2021).** Effect of coagulants on the chemical and microbial quality of fresh cheese. *Bangladesh Journal of Animal Science*, 50(2), 73-79.

K

- **Koechlin-Ramonatxo C. Nutr. Clin. Et Métab.** « *Oxidative stress and antioxidant Supplementation, or another way of nutrition in respiratory diseases* », p 165-177. N°20.2006.
- **Kouniba, A., Berrada, M., El Marakchi, A. (2007).** Étude comparative de la composition chimique du lait de chèvre de la race locale Marocaine et la race alpine et évaluation de leur aptitude fromagère. *Revue Med. Vet.*, 2007, 158, 03, 152-160.

L

- **Lowry, O.H., Rosebrough, N.J., Farr, A.L., Randall, R.J. (1951):** Protein measurement with Folin phenol reagent. *Journal of Biochemistry*, (193): P 265-275.

Conclusion générale

M

- **M. Mebirouk, L. Sbai, M. Lopez., J. Gonzalez., Grasas Y Aceites, 58 (2007) 366**
- **MATHIEU, J. (1998).** *Initiation à la Physico-chimie du Lait.* Tec. Doc., 1^{ère} Ed., Lavoisier, Paris.
- **MAUBOIS (J. L.) et MOCQUOT (G.)(1971).**-Préparation de fromages à partir de « Préfromage » obtenu par ultrafiltration du lait. *Le Lait*, 508, 495-533.
- **MENNANE, Z., KHEDID, K., ZINEDINE, A., LAGZOULI, M., OUHSSINE, M. AND ELYACHIOUI, M. (2007)** .Microbial Characteristics of Klila and Jben Traditional Moroccan Cheese from Raw Cow's Milk. *World Journal of Dairy & Food Sciences* ,2 (1) : 23-27 *Microbiol*, 26 : 228–231. *Microbiologiques des ferments et des beurres Traditionnelles destinés à la communication dans différentes régions d'Algérie.* Thèse de Doctorat, Université Oran. Mmoire master. Université Larbi Ben Mhidi. Oum El Bouaghi. Pp 20. 58p.
- **Morillo J. A., Antizar-Ladislao B., Monteoliva-Sánchez M., Ramos-Cormenzana., Russell Mulinacci N., Romani A., Galardi C., Pinelli P., Giaccherini C., Vincieri F. J. Agr. Food Chem., 49 (2001) 3509.**

N

- **N. J., (2009).** Bioremediation and biovalorisation of olive-millwastes. *Appl Microbiol Biotechnol*, 82, 25-39.
- **Moussaoui R., 2007.** *Valorisation des sous produits de l'huilerie d'olive : grignons et Margines.* Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammri, Tizi-Ouzou, Algérie, 133 p.
- **NOUTFIA, Y., ZANTAR, S., IBNELBACHYR, M. (2011)** Caractéristiques Physicochimiques du lait et du fromage des chèvres Draa et Alpine. *1 INRA- CRRA D'Errachidia, 2 INRA-CRRA de Tanger (Maroc)*, Janvier 2011.

O

Conclusion générale

- **Obied H. K., Allen M. S., Bedgood D. R., Prenzler P. D., Robards K., Stockmann R.,(2005).** Bioactivity and analysis of biophenolsrecoveredfrom olive millwaste. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53, 823-837.
- **Othman S, (2011).** *Effect of technologicaltreatments on the quality of traditionalcheeses* [Doctorat thesis]: Fayoum University. 181 p.
- **OUADGHIRI, M., (2009).** Biodiversité des bactéries lactiques dans le lait cru et ses Dérivés «Lben» et «Jben» d'origine marocaine.
- **OWUSU-KWARTENG, J., AKABANDA, F., NIELSEN, D. S., TANO-DEBRAH, K., GLOVER, R. L., & JESPERSEN, L., (2012).**Identification of lacticacidbacteriaIsolatedduringtraditionalfuraprocessing in Ghana. *Food microbiology*, 32(1), 72-78.

P

- **Paixão S. M., Mendoca E., Picado A., anselmo A. M. (1999).** Acute toxicityevaluation Of olive millwastewaters: A comparative study of threeaquaticorganisms. *Environ.Toxicol*, 14, 263-269.
- **Paredes M. J., Moreno E., Ramos-Cormenzana A., Martinez J., (1987).** Characteristics Of soilafter pollution withwastewatersfrom olive oil extraction plants. *Chemosphere*, 16(7), 1557-1564

Q

- **Quasem, J. M., Mazahreh, A. S., & Abu-Alruz, K., (2009).** Development ofVegetablebasedmilkfromdecorticatedsesame (Sesamumindicum). *American JournalOf Applied Sciences*, 6(5), 888.

R

Conclusion générale

- **Rana G., Rinaldi M., Introna M., (2003).** Volatilization of substances after spreading olive oil waste water on the soil in a Mediterranean environment. *Agriculture, Ecosystems And Environment*, 96, 49-58.
- **Ranalli A., Lucera L., Contento S. (2003).** Antioxidizing potency of phenol compounds in Olive oil mill wastewater. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 7636-7641.
- **RHIAT, M., LABIOUI, H., DRIOUICH, A., AOUANE, M., CHBAB, Y., MENNANE, Z., OUHSSINE, M. (2011).** Étude bactériologique comparative des Fromages frais.
- **Rodis P. S., Karathanos V. T., Mantzavinou A., (2002).** Partitioning of olive oil antioxidants between oil and water phases. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 596-601.
- **Roig A., Cayuela M. L., Sánchez-Monedero M. A. (2006).** An overview on olive mill wastes and their valorisation methods. *Waste Management*, 26, 960-969.

U

- **Uzun, P., Serrapica, F., Masucci, F., Assunta, B. C. M., Yildiz, H., Grasso, F., & Di Francia, A. (2020).** Diversity of traditional Caciocavallo cheeses produced in Italy. *International Journal of Dairy Technology*, 73(1), 234-243.

Conclusion générale

عنوان المذكرة : تثمين المرجين من مخلفات معصرة الزيتون للولاية خنشلة

الاسم واللقب : حميدي منار بلحفصي نجمة

المؤطر : أ. قاضي كنزة

الملخص

صناعات استخراج زيت الزيتون تنتج كمية كبيرة من المنتجات الثانوية والمخلفات (الثقل والمرجين) التي تتطلب إدارة خاصة، من أجل تقليل أو تخفيف أضرارها على البيئة، وبالتالي تعزيز واستغلال ثروتها. تمثل المياه النباتية الجزء السائل ذو اللون البني المحمر إلى اللون الأسود، مع مظهر غائم ولون محدد. رائحة زيت الزيتون والطعم المرير. ويختلف لونه وتركيبه العضوي حسب مرحلة نضج الزيتون الموضوع يتعلق بسبل تسخير نفايات الزيتون وخاصة مياه الزيتون (المرجين)، وتحويلها إلى مواد صالحة للاستخدام غذائي للإنسان. تعترف هذه المادة بأنها واحدة من النفايات الزراعية بالمواد المغذية والمركبات النشطة بيولوجيا، بما في ذلك نسب متغيرة من المكونات مثل السكريات والمعادن والبروتينات ونسب عالية من البوليفينولات. بالإضافة إلى ذلك، فإنها تظهر العديد من الجوانب السلبية التي يمكن أن تؤدي إلى أضرار بيئية خطيرة، بتلوث الهواء والتربة ومجري المياه، بالإضافة إلى الخزانات. وهكذا نشأت فكرة تصنيع منتج غذائي (الجبن) عن طريق تسخير هذه المادة لتجنب عيوبها

تم إجراء تحاليل فيزيوكيميائية للجبن المحضر مع وبدون المرجين لمقارنة بين النوعين من الجبن تحسين جودة الجبن المحضّر بزيت الزيتون مقارنة بالنوع بدون زيت في العوامل التالية: الحموضة (6.21)، الكثافة (0.002 ± 1.006) حموضة (12 ± 28)، رطوبة (59.15) مردود (22.33)، دهون (18.49) نسبة البروتينات (15,67)نسبة الازوت (2,09)معدل السكريات (4,9) معدل المادة الجافة (38,95) أظهر تقييم النشاط المضاد للأكسدة للجبن المحضّر بزيت الزيتون زيادة ملحوظة في القدرة المضادة للأكسدة يمثل الجبن المحضّر بزيت الزيتون مصدراً هاماً للمضادات الأكسدة الطبيعية

الكلمات المفتاحية : مرجين , جبن , تثمين , تحاليل فيزيوكيميائية , خنشلة

Conclusion générale

Titre du mémoire: Valorisation des margines de la wilaya de KHENCHELA

Nom et prénom: Hemidi Manar et Belhafsi Nedjma

Encadreur : Pr. KADI Kenza

Résumé :

Les industries d'extraction d'huile d'olive produisent une grande quantité de sous-produits et de déchets (les margines, les grignons) qui nécessitent une gestion spécifique pour réduire ou atténuer leurs dommages sur l'environnement, et ainsi promouvoir et exploiter ses richesses. . Les eaux végétales représentent la partie liquide de couleur brun rougeâtre à noir, avec un aspect nuageux et une couleur déterminée. Elles ont une odeur et un goût amer. Leur couleur et leur composition organique varient selon le stade de maturité de l'olive.

Le sujet concerne les moyens de valorisation des déchets d'olive et en particulier de l'eau d'olive (les margines), et leur transformation en substances utilisables du point de vue alimentaire par l'homme. Cette substance est reconnue comme l'un des déchets agricoles riches en nutriments et en composés biologiquement actifs, comprenant des proportions variables de composants tels que les sucres, les minéraux, les protéines et des taux élevés de polyphénols. Par ailleurs, elle présente de nombreux aspects négatifs pouvant entraîner de graves dommages environnementaux, tels que la pollution de l'air, du sol et des cours d'eau, ainsi que des réservoirs. C'est ainsi qu'est née l'idée de fabriquer un produit alimentaire (le fromage) en valorisant cette substance pour éviter ses défauts.

Des analyses bio-physicochimiques du fromage préparé avec et sans margines ont été réalisés pour comparer entre les deux types de fromage.

Une amélioration de la qualité du fromage préparé avec les margines par rapport le type sans margines dans les paramètres suivants : **pH (6.21), La densité(1.006 ± 0.002), L'acidité(28 ± 12), L'humidité(59.15), le rendement(22,33), matière grasse(18.49), Matière sèche(38.95), Dosage des sucres totaux(4.9), Dosage d'azote (2.09), Dosage de protéine(15.67).**

L'évaluation de l'activité antioxydante du fromage préparé avec les margines a montré une augmentation importante du pouvoir antioxydant.

Le fromage préparé avec les margines présente une source importante des antioxydants naturels.

Mots clés : Margines, valorisation, fromage, analyses physicochimiques, Khenchela.

Conclusion générale

TITLE: valorisation of the margins of Khenchela

FIRST AND FAMILY name: Hemidi manar / Belhafsi Nedjma

Directed by: Pr. KADI Kenza

Abstract

The olive oil extraction industries produce a large amount of by-products and residues (Olive pomade and water) that require special management, in order to reduce or mitigate their damage to the environment, thus promoting and exploiting their wealth. Plant water represents the liquid part that has a reddish-brown to black color, with a cloudy appearance and a specific color. The smell of olive oil and bitter taste. Its color and organic composition varies depending on the stage of maturity of Olives

This study focuses on finding ways to make use of olive waste, especially olive water (known as "margines"), and turning it into substances that can be consumed by humans. This waste product is known for its rich nutrients and biologically active compounds, including sugars, minerals, proteins, and high levels of polyphenols. However, it also has negative aspects that can cause significant environmental damage, such as air, soil, and water pollution. This led to the idea of creating a food product (cheese) using this substance to mitigate its downsides. Bio-physicochemical analyses were conducted to compare the cheese made with and without margines.

The quality of cheese made with margines has shown improvement compared to the type made without margines in the following parameters: pH (6.21), Density (1.006 ± 0.002), Acidity (28 ± 12), Moisture (59.15), Yield (22.33), Fat content (18.49), Dry matter (38.95), Total sugar content (4.9), Nitrogen content (2.09), Protein content (15.67).

The assessment of the antioxidant activity of cheese made with margines revealed a significant increase in its antioxidant power.

Cheese made with margines is a significant source of natural antioxidants.

Keywords : Olive Wastewater mill, Valorization, cheese, physicochemical parameters, Khenchela.