

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des sciences alimentaires  
Spécialité : Production et transformation laitières



Réf :.....

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

## **MASTER**

### *Thème*

**Préparation et analyse d'un fromage à  
pâte demi-ferme**

Présenté par :

**HAMDAOUI Madiha & ISKOUNEN Rekia**

Soutenu le : **24 Juin 2018**

Devant le jury composé de :

M<sup>elle</sup> ACHAT. S

M<sup>me</sup> SMAIL. L

M<sup>elle</sup> ISSAADI. O

MCA

MAA

MAA

Président

Encadreur

Examineur

**Année universitaire : 2017 / 2018**

## **Remerciements**

*Au terme de cette étude, nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant qui nous a donné la force, la patience, le courage, le pouvoir et la volonté d'aller jusqu'au bout.*

*En second lieu, nous tenons à remercier notre promotrice Mme SMAÏL née BENAZZOUZ de nous avoir encadrés et de nous avoir fait confiance en acceptant de nous guider dans la réalisation de ce travail.*

*Nous avons beaucoup appris de ses qualités pédagogiques et humaines.*

*Il est agréable d'exprimer nos sincères reconnaissances à Mme BENAMER - BENAMSILI Sabrina Ingénieur de laboratoire d'analyses sensorielle qui nous a aidé, orienté et avoir la patience de nous suivre durant notre expérimentation.*

*Nos vifs remerciements vont également aux membres de jury Melle ACHAT et Melle ISAADI pour l'intérêt qu'elles ont porté à notre recherche, en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.*

*Nos remerciements vont également au responsable et personnels du laboratoire d'analyses agroalimentaires IDRES d'avoir accepté d'analyser nos fromage ainsi que pour leurs aide et orientations, au responsable du laboratoire CALILAB et à Mme Hassaine Samia. De nous avoir aidés au cours de la réalisation de ce travail.*

*Merci à tous ceux et celles qui nous ont soutenu d'une manière ou d'une autre, de près ou de loin.*

## *Dédicaces*

*Avec l'aide de Dieu le tout puissant j'ai pu achever ce modeste travail que je dédie :  
Ames très chers parents qui m'ont donné un magnifique modèle du beur et de persévérance.*

*Merci de m'avoir permis d'aller aussi loin dans mes études et de m'avoir réconforté et soutenu. Que ce travail soit le témoignage de ma sincère gratitude, reconnaissance et de tout  
mon amour*

*A la mémoire de ma chère Grand-mère et grand-père que dieu aie pitié de leurs âmes et les accueille dans son vaste paradis.*

*A mes grands-parents « Djadi Ali », « Djida El-hadjja », que Dieu vous accorde santé, bonheur et longue Vie.*

*A Mes sœurs « Dahia » et « Yasmine », mon frère « Kouciel » et notre petit ange « Moukrane », vous m'aviez toujours aidé et ces quelques lignes sont insuffisantes pour exprimer mon profond amour et ma reconnaissance que Dieu vous aide à réaliser vos vœux  
les plus chers.*

*A mes chers oncles, tantes, A mes chers cousins et cousines et à tous les membres de la famille petits et grands, puisse Dieu nous garder toujours unis.*

*A mon très cher mari « Mohand », mon soutien moral et source d'encouragement pour ta présence au continu et tes conseils, je tiens à te dire merci infiniment que Dieu te comble de  
bonheur*

*A ma belle-mère et mon beaux-père que Dieu vous donne une longue vie et de santé et mes belles-sœurs « Sahar », « Kanza » et « Sonia ».*

*A Celle dont j'ai eu l'honneur de partager le cursus universitaire « Rejia » merci pour ta patience ton grand cœur et ta volonté.*

*A Celles avec qui j'ai trouvé la joie, à ma plus chère amie « Malika », « Assia », « Karima », « Kahina », « Samira », « Louiza », « Fariale », « Imane », « Radia », « Zobida », « Aicha », « Kanza », et « Nina » en souvenir de notre sincère et profonde amitié et des moments agréables, Je vous dédie ce travail et je vous souhaite tout le bonheur, et à tous mes amis.*

*A l'ingénieure du laboratoire d'analyse sensoriel merci infiniment « Sabrina » pour tes conseils, ton aide, ta générosité, merci pour ta gentillesse*

*A Tous ceux qui ont participé de loin ou de près à la réalisation de ce travail.  
A toute la promotion de production et transformation laitière*

***Madifa***

## *Dédicaces*

*Avec l'aide de Dieu le tout puissant j'ai pu achever ce modeste travail que je dédie :*

*A la mémoire de ma chère Maman et chère Grand-père que dieu aie pitié de leurs âmes et le s'accueille dans son vaste paradis.*

*A mon très chère « Père », qui s'est tant sacrifié pour moi, qui s'est toujours donné du mal pour assurer mon bien être.*

*Merci de m'avoir permis d'aller aussi loin dans mes études et de m'avoir réconforté et soutenu. Que ce travail soit le témoignage de ma sincère gratitude, reconnaissance et de tout mon amour.*

*A mes grands-parents « Djeddi Kaci », « yaya Djida » et « Yaya Faroudja » que Dieu vous accorde santé, bonheur et longue Vie.*

*A Ma sœurs « Thafath » et « Lyly », mes frères « Kamel » et « Mazigh », vous m'aviez toujours aidé et ces quelques lignes sont insuffisantes pour exprimer mon profond amour et ma reconnaissance que Dieu vous aide à réaliser vos vœux les plus chers.*

*A mes chers oncles, tantes, A mes chers cousins et cousines et à tous les membres de la famille petits et grands, puisse Dieu nous garder toujours unis.*

*A quelqu'un de si exceptionnel, mon soutien moral et source d'encouragement pour ta présence au continu et tes conseils, je tiens à te dire merci infiniment que Dieu te comble de bonheur*

*A Celle dont j'ai eu l'honneur de partager le cursus universitaire « Madiha » merci pour ta patience ton grand cœur et ta volonté .*

*A Celles avec qui j'ai trouvé la joie, à ma plus chères amies « Wassila », « Lydia », « Massilia », « Nabila », « Sonia », « Sylvia », « Louisa », « Fariela », « Wissam » en souvenir de notre sincère et profonde amitié et des moments agréables, Je vous dédie ce travail et je vous souhaite tout le bonheur, et à tous mes amis.*

*A l'ingénieure du laboratoire d'analyse sensoriel merci infiniment « Sabrina » pour tes conseils, ton aide, ta générosité, merci pour ta gentillesse.*

*A Tous ceux qui ont participé de loin ou de près à la réalisation de ce travail.*

*A toute la promotion de production et transformation laitière.*

**Rekia**

# Table des matières

---

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
<b>Introduction</b> .....	<b>1</b>
<b>I. Généralités sur le fromage</b>	
I.1. Historique du fromage.....	2
I.2. Définition du fromage.....	2
I.3. Différents types du fromage.....	3
I.4. Fromage Halloumi.....	3
I.4.1. Définition du fromage Halloumi.....	3
I.4.2. Historique du fromage Halloumi.....	4
I.4.3. Différentes utilisations culinaires du fromage Halloumi.....	5
I.4.4. Technologie de fabrication du fromage.....	5
<b>II. Généralités sur la nigelle</b>	
II.1. Historique.....	7
II.2. Classification .....	7
II.3. Description botanique.....	8
II.4. Composition chimique de la nigelle ( <i>Nigella sativa</i> L.) .....	9
II.5. Utilisation thérapeutiques.....	10
<b>III. Matériel et méthodes</b>	
III.1. Matériel végétal.....	11
III.2. Test d'humidité et séchage.....	11
III.3. Préparation de l'extrait de nigelle.....	11
III.4. Dosages des polyphénols des graines de nigelle .....	12
III.4.1. Dosage des phénols totaux .....	12
III.4.2. Dosage des flavonoïdes .....	13
III.5. Activité antioxydant de l'extrait de nigelle.....	14
III.5.1. Test de DPPH.....	14
III.5.2. Test de l'ABTS.....	14
III. 6. Préparation du fromage Halloumi.....	15
III.6.1. Les matières premières utilisées.....	15
III.6.2. Les étapes de fabrication.....	15
III.6.3. Réception et filtration du lait .....	17
III.6.4. Préparation des mélanges des laits et le traitement thermique .....	17

## *Table des matières*

---

III.6.5.Emprésurage et coagulation.....	17
III.6.6.Découpage du coagulum.....	19
III.6.7.Filtration et égouttage .....	19
III.6.8.Moulage et pressage.....	19
III.6.9.Cuisson de la pate fromagère.....	19
III.6.10.Salage.....	20
III.6.11.Stockage en saumure .....	20
III.7.Analyses physico-chimiques et microbiologiques du fromage Halloumi.....	21
III.7.1.Analyses physico-chimiques.....	21
III.7.1.1. Dosage des glucides .....	21
III.7.1.2.Dosage de la matière grasse .....	22
III.7.1.3. Dosage du sel .....	23
III.7.1.4. Dosage des protéines brutes.....	24
III.7.2.Analyses microbiologiques du fromage Halloumi .....	25
III.7.2.1. Préparation de la solution mère et des dilutions décimales .....	25
III.8.Evaluation sensorielle.....	26

### **IV. Résultats et discussions**

IV.1. Résultats des analyses phytochimiques .....	27
IV.2.Résultats de l'activité antioxydante de l'extrait de nigelle .....	28
IV.2.1.Test de DPPH°.....	28
IV.2.2.Test d'ABTS.....	29
IV.3.Résultats des analyses du fromage Halloumi.....	30
IV.3.1.Analyses physico-chimiques.....	30
IV.3.2.Analyses microbiologiques.....	31
IV.4.Evaluation sensorielle.....	32
IV.4.1.Caractérisation produit.....	32
IV.4.1.1.Pouvoir discriminant par descripteur.....	32
IV.4.1.2. Coefficients des modèles.....	33
IV.4.1.3.Moyennes ajustées par produit.....	34
IV.4.1.4.Cartographie des préférences (Préférence MAPING PREFMAP) .....	34
<b>Conclusion.....</b>	<b>38</b>

Références bibliographiques

Annexes

## *Table des matières*

---

## Liste des abréviations

- **J.O.R.A** : journal officiel de la république algérienne
- **MG** : Matière grasse
- **NS**: *Nigella sativa* L.
- **N.A** : Normes Algériennes
- **OGA** : Gélose glucosé l'oxytétracycline
- **PCA** : Plate Count Agar
- **UFC** : Unité Formant Colonies
- **VRBL** : Gélose Biliée au Cristal Violet et au Rouge neutre



## Liste des figures

Numéro de la figure	Titre de la figure	Numéro de la page
1	Photographie de fromage Halloumi	4
2	Différentes utilisations culinaires du fromage Halloumi	5
3	Schéma général de la technologie de fabrication de fromage halloumi	6
4	Quelques exemples des produits à base de Nigelle	10
5	Photographies de graine de <i>Nigella Sativa</i> L.	11
6	Photographies de graine sèches et de poudre de <i>Nigella sativa</i> L.	12
7	Dosage des phénols totaux dans l'extrait des graines de <i>Nigella Sativa</i> L.	13
8	Dosage des flavonoïdes dans l'extrait des graines de <i>Nigella sativa</i> L.	13
9	Test du DPPH	14
10	Test d'ABTS	15
11	Matières premières utilisées pour la fabrication du fromage Halloumi	15
12	Diagramme de fabrication du fromage Halloumi	16
13	Mesure du PH	17
14	Etape de l'emprésurage	17
15	Découpage du coagulum	18
16	Egouttage du caillé	18
17	Moulage et pressage	19
18	Cuisson des blocs de fromage dans le lactosérum	20
19	Salage et assaisonnement avec les graines de Nigelle	20
20	Stockage en saumure	21
21	Présentation des 4 échantillons dans la stalle	26
22	Pourcentage d'inhibition du DPPH <sup>o</sup> en présence de l'extrait de N.S	28
23	Pourcentage d'inhibition de l'ABTS <sup>++</sup> en présence de l'extrait NS	29
24	Quatre échantillons de fromage Halloumi	30
25	Pouvoir discriminant par descripteur	32
26	Coefficients des modèles des fromages V et N	33
27	Corrélations entre variables/facteurs	35
28	Profil des classes créées	36
29	Courbes de niveau et carte des préférences	37

## Liste des tableaux

Numéro du tableau	Titre des tableaux	Numéro de page
<b>I</b>	Différentes catégories du fromage	3
<b>II</b>	Classification des nigelles	7
<b>III</b>	Noms vernaculaires de <i>Nigella sativa</i> L. dans différentes régions du monde	8
<b>IV</b>	Description botanique de quelque espèce de nigelles	9
<b>V</b>	Composition des graines de <i>Nigella sativa</i> L.	10
<b>VI</b>	Analyses microbiologiques des fromages	25
<b>VII</b>	Teneur en polyphénols totaux et en flavonoïdes des graines de nigelle	27
<b>VIII</b>	Résultats de quelques paramètres physico-chimiques du fromage Halloumi.	30
<b>IX</b>	Résultats des analyses microbiologiques du fromage Halloumi.	31
<b>X</b>	Moyennes ajustées par produit.	34

### Introduction

La plupart des cultures à travers le monde connaissent le fromage depuis des temps immémoriaux. Il s'agissait principalement d'une forme de conservation des principaux constituants du lait tel que les protéines, la matière grasse, ainsi qu'une partie de calcium et de phosphore. L'Homme dans presque toutes les régions du globe apprécie les qualités nutritionnelles et organoleptiques de ce produit laitier (**Mahaut et al, 2000 et Cholet, 2006**)

Selon la nature du lait utilisé et les technologies mises en œuvre, il existe une très grande variété de fromages (**Guiraud, 2003**). Parmi eux, le fromage Halloumi qui est d'origine chypriote, caractérisé par sa capacité à être cuit à haute température sans fondre (**Théodoulou, 2016**).

Le fromage Halloumi peut être enrichi avec des herbes, épices et autres condiments qui sont ajoutés pour améliorer sa saveur, couleur et présentation, ainsi que son attractivité vis-à-vis des consommateurs. De plus, ces herbes et épices sont une source de composés favorisant la santé et le bien-être des consommateurs.

C'est dans cette optique que nous avons opté à l'élaboration d'un fromage Halloumi enrichi avec les graines de *nigelle*, pour apporter au fromage les propriétés bénéfiques de cette plante ainsi que d'améliorer ses caractéristiques organoleptiques essentiellement l'arôme. En effet, La Nigelle tient une place importante parmi les plantes médicinales les plus utilisées en médecine traditionnelle. Depuis plus de 2000 ans, les graines de *Nigella sativa* L sont utilisées comme un médicament pour les maladies pulmonaires, la toux et elles soulagent les maux de tête (**Karrandou, 2016**). Elles sont également utilisées comme épice, elles servent à saupoudrer le pain et les gâteaux pour les rendre plus appétissants (**Beloued, 2001**).

Cette étude est divisée en deux parties :

- ✚ Une synthèse bibliographique comportant des généralités sur le fromage Halloumi et sur la nigelle (*Nigella Sativa* L.).
- ✚ Une étude expérimentale visant tout d'abord à faire les dosages des polyphénols totaux et flavonoïdes et l'étude de l'activité antioxydante des graines de nigelle. En parallèle, la préparation de quatre fromages Halloumi dans lesquels nous avons utilisé des mélanges différents de lait. Enfin l'étude des caractéristiques physico-chimiques, microbiologiques et sensorielles de ces fromages.

## I.1. Historique du fromage

Non seulement le lait se consomme à l'état nature, il peut également subir différentes biotransformations qui contribuent à élargir considérablement ses qualités sensorielles et nutritionnelles. L'un des dérivés de ces transformations est le fromage, de l'ancien français *formage* et du latin *formaticus*, c'est-à-dire fait dans une forme (**Carole et Vignola, 2002**).

La première occurrence de l'utilisation d'un fromage comme aliment est inconnue, des ethnologues tiennent la preuve que l'homme connaît depuis longtemps le phénomène de coagulation du lait, depuis la découverte sur les rives du lac Neuchâtel, de moules à cailler datant de 5000 ans av. J.-C. Cependant, l'origine exacte de la transformation du lait en fromage est incertaine. Le fromage serait originaire du Sud-ouest Asiatique et daterait d'environ 8000 ans. Les Romains auraient stimulé le développement de nouvelles variétés durant leur invasion de l'Europe entre 60 av. J.-C. et 300 apr. J.-C. Leur influence s'est reflétée dans l'étymologie : en effet, le mot latin *caseus*, signifiant fromage, est la racine qui donnera le mot caséine en français, nom qui désigne les protéines coagulables du lait (**Carole et Vignola, 2002**).

## I.2. Définition du fromage

Le fromage est le produit affiné ou non affiné, de consistance molle ou semi dure, dure ou extra-dure. Avec croûte ou sans croûte et dans lequel le rapport protéines de lactosérum/caséine ne dépasse pas celui du lait. Il est obtenu soit:

- Par coagulation complète ou partielle des protéines du lait, du lait écrémé, du lait partiellement écrémé, de la crème, de la crème de lactosérum ou du babeurre, seuls ou en combinaison. Grâce à l'action de la présure ou d'autres agents coagulants appropriés et par égouttage partiel du lactosérum résultant de cette coagulation. Tout en respectant le principe selon lequel la fabrication du fromage entraîne la concentration des protéines du lait (notamment de la caséine), la teneur en protéines du fromage étant par conséquent nettement plus élevée que la teneur en protéines du mélange des matières premières ci-dessus qui a servi à la fabrication du fromage.
- Par l'emploi de techniques de fabrication entraînant la coagulation des protéines du lait et/ou des produits provenant du lait, de façon à obtenir un produit fini ayant des caractéristiques physiques, chimiques et organoleptiques similaires à celles du produit défini à l'alinéa au-dessus (**Codex Standard 283-1978**).

## I.3. Différents types du fromage

Il existe différents types de fromage, apâte dure ou molle, pressée cuite ou crue, à croûte fleurie ou lavée...etc. Ils peuvent être regroupés en 3 catégories, selon le tableau suivant :

**Tableau I** : Différentes catégories du fromage (Majdi, 2009).

Type de fromage	Fromage issu de la coagulation acide	Fromage issu de la coagulation enzymatique	Fromage issu de la coagulation mixte
<b>Caractéristiques</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Obtenus essentiellement par coagulation biologique appelé aussi coagulation lactique ou coagulation par acidification.</li> <li>-Ce sont des fromages à pâte fraîche.</li> <li>-ils sont fabriqués à une température qui va de 16 à 23°C.</li> <li>-Ce type de fromage demande pour sa fabrication 3 à 10 mL de présure pour 100L de lait.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Obtenus essentiellement par coagulation chimique appelé aussi coagulation par l'action des enzymes (la présure).</li> <li>-Ce sont des fromages à <u>pâte pressée, à pâte ferme cuite et à pâte ferme non cuite.</u></li> <li>-ils sont fabriqués à une température qui va de 34 à 40°C.</li> <li>-Ce type de fromage demande pour sa fabrication 25 à 35 mL de présure pour 100L de lait.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Obtenus par coagulation chimique et biologique de manière équivalente.</li> <li>-Ce sont des fromages à <u>pâte molle.</u></li> <li>-Ils sont fabriqués à une température de 28 à 37°C.</li> <li>-Ce type de fromage demande pour sa fabrication 15 à 25 mL de présure pour 100L de lait.</li> </ul>
<b>Exemples</b>	<p><b>Fromage à pâte fraîche :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>-Petit suisses</li> <li>-Mothais sur feuille</li> <li>-Rocamadour</li> <li>-Picodons</li> </ul>	<p><b>Fromage à pâte pressée :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>-Tome de Savoie</li> <li>-Saint-Paulin</li> </ul> <p><b>Fromage à pâte ferme non cuite :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>-Cantal</li> <li>-Laguiole</li> </ul> <p><b>Fromage à pâte ferme cuite :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>-Comté</li> <li>-Emmenthal</li> </ul>	<p><b>Fromage à pâte molle :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>-Camembert</li> <li>-Brie</li> <li>-Roquefort</li> <li>-Munster</li> <li>-Pont-l'évêque</li> <li>-Maroille</li> <li>-Livarot</li> </ul>

## I.4. Fromage Halloumi

### I.4.1. Définition du fromage Halloumi

Le fromage Halloumi est un fromage d'Origine du Chypre, à pâte semi-dur à dur, élastique, sans croûte, sa texture est ferme sans trous et il est facilement coupé en tranches et préservé en saumure (Papademas et Robinson, 1998 ; Recio et al, 2004) (figure 1).

Sa couleur varie du blanc (quand le lait de chèvre ou de brebis est utilisé) ou jaunâtre (quand le lait de vache est l'ingrédient principal) (**Papademas et Robinson ,1998**).



**Figure 1** : fromage Halloumi

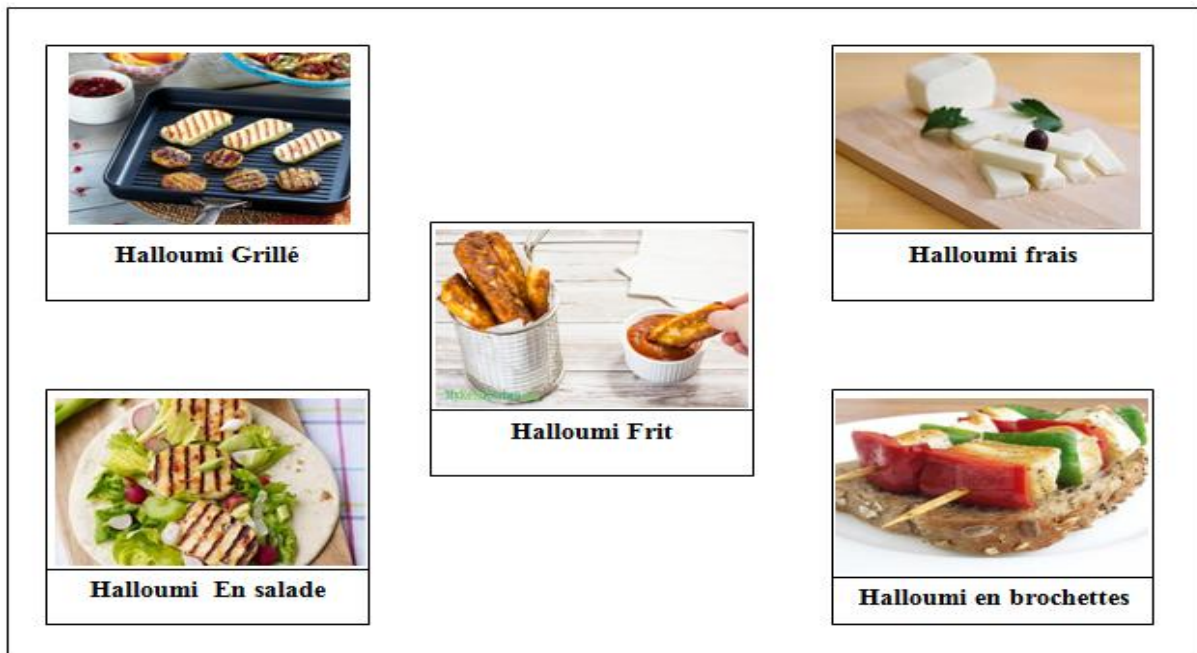
### I.4.2. Historique du fromage Halloumi

Les premiers enregistrements suggèrent que la fabrication du fromage remonte aussi loin que 6000-7000 av. J.-C, et plus tardn Homer environ 1184 av. J.-C dans le travail classique Odyssée se réfère au fromage fabriqué à partir des laits ovins et caprins par « le cyclope » dans des caves locales. Herodotus, le père de l'histoire et le grand philosophe Aristotle se réfèrent également aux fromages spéciaux d'origine locale (Papademas et Robinson, 1998).

Beaucoup de variétés de fromage qui sont fait aujourd'hui dans la Méditerranée orientale et le Moyen-Orient sont probablement dérivés de ces premiers produits, et Halloumi pourrait bien être parmi eux. Bien que le fromage ait ses origines à Chypre, il est très populaire au Moyen-Orient, et de nombreux pays ont maintenant devenu impliqué dans sa fabrication y compris le Liban, la Syrie, la Turquie,...etc.(**Papademas et Robinson, 1998**). L'île de Chypre a une longue histoire d'être divisée en deux parties Sud et Nord Chypre mais une chose chypriote partagée des deux côtés est leurs amour pour leur délicatesse traditionnelle fromage Halloumi comme il est connu dans le sud Chypre, et fromage Hellim au nord de Chypre(**Zanete, 2016**). Son appel à répandre dans le monde entier, et exporte dans L'Union européenne (UE), par exemple, passant de 300 tonnes en 1990 à 764 tonnes en 1996; le Royaume-Uni absorbe plus 60% du total des importations de l'UE chaque année (**Papademas et Robinson, 1998**).

### I.4.3. Différentes utilisations culinaires du fromage Halloumi

Le fromage Halloumi peut-être consommé cru ou plus généralement cuit, au four, à la poêle ou surtout à la grillade (**Figure2**). Ce fromage possède une caractéristique spécifique, il peut être cuit à haute température, sans fondre. Sa saveur délicieuse accompagne toutes sortes de nourriture : des salades, des grillades à la viande et aux saucisses, des œufs et beaucoup d'autres aliments (**Théodoulou, 2016**).

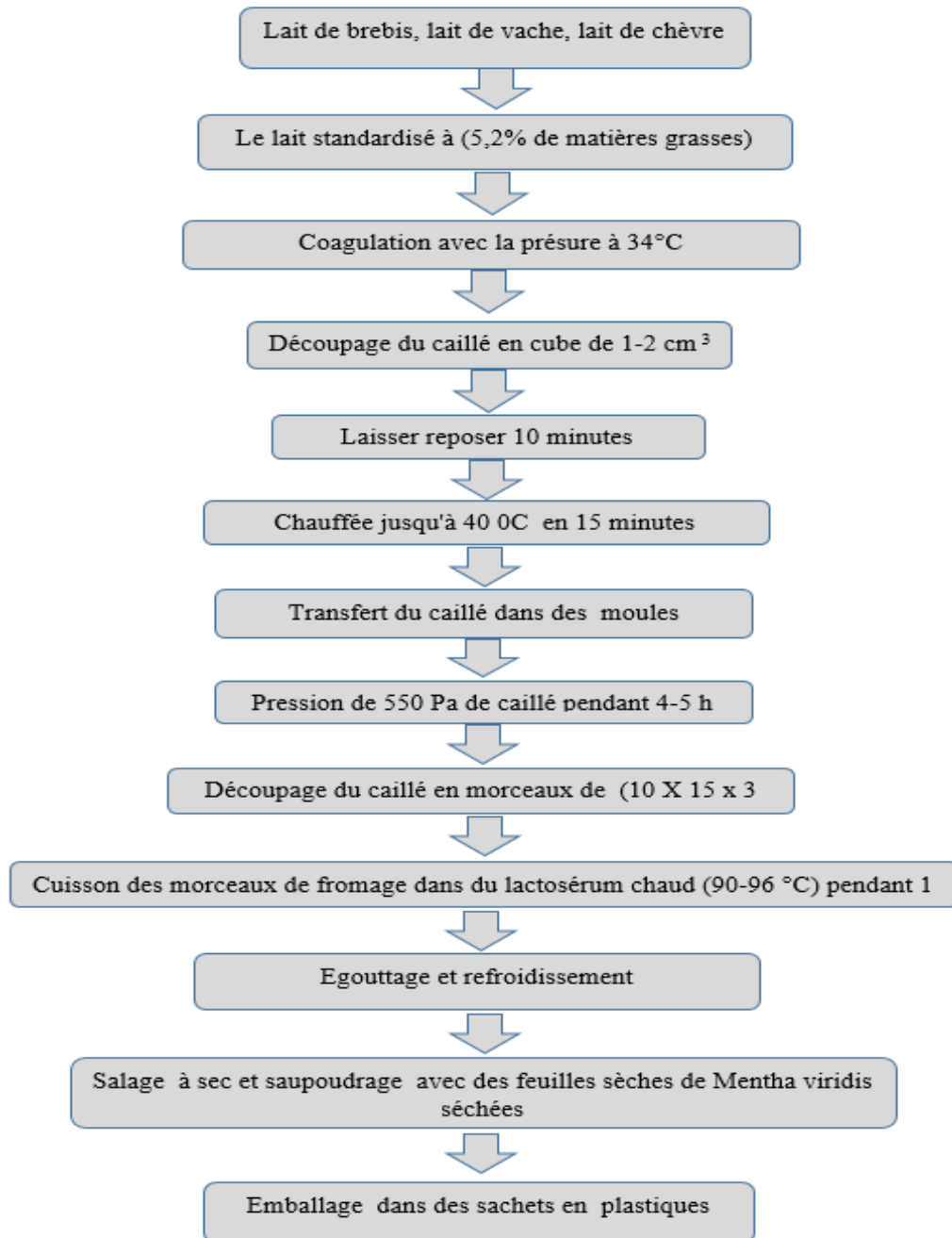


**Figure 2:** Différentes utilisations culinaires du fromage Halloumi.

### I.4.4. Technologie de fabrication du fromage Halloumi

Halloumi est fabriqué traditionnellement à partir de, soit du lait de brebis, soit du lait de chèvre ou un mélange des deux. Plus récemment, certaines marques sont venues sur le marché avec le lait de vache comme ingrédient principal (**Robinson, 1996**).

Le schéma général de la technologie de fabrication du fromage Halloumi est présenté dans la (figure 3) :



**Figure 3:**Schéma général de la technologie de fabrication du fromage Halloumi (Robinson, 1996 ; Kaminarides et al 2015).



### II.1. Historique

La graine de nigelle remonte à l'histoire très ancienne ; connue depuis l'antiquité romaine, elle fit partie des condiments observés sur les papyrus, les peintures murales et les sculptures de l'Égypte ancienne (**Delaveau, 1987 ; teuscher et al. 2005**).

Des traces d'huile de graines de nigelle furent retrouvées sur le sarcophage de Toutankhamon (1463-1443 av. J-C) (**Iserin, 1997**). Elle fut mentionnée par Hippocrate et dans la Bible, cette plante a occupé une place spéciale pour son grand spectre d'application médicale dans la civilisation islamique, ce qui a constitué une tradition pour le monde musulman en se référant à cette graine et à son huile pour guérir un bon nombre de maladies. La nigelle est citée dans la liste des médicaments naturels dans la médecine prophétique (**Teuscher et al. 2005**).

### II.2. Classification

Les nigelles sont des plantes herbacées annuelles de la famille des renonculacées, appartenant au genre «*Nigella* ». Dérivent du mot latin «*Nigellus*» qui signifie noirâtre. Elles sont largement cultivées, au Moyen-Orient, en Asie occidentale, en Nord de l'Afrique et en Est de l'Europe (**Zohary, 1983**).

Les nigelles sont utilisées comme plantes médicinales et plantes ornementales, ou comme épices. Le genre *Nigella* contient plus de 116 espèces, les espèces les plus répandues de ce genre sont : *Nigella sativa*, *Nigella damascena*, *Nigella arvensis*, *Nigella hispanica* et *Nigella oreintalis*, (**Tableau II**) (**Kokoska, 2011**).

**Tableau II** : Classification de la nigelle (**Guignard, 2001**)

Rang	Nomenclature
Règne	Végétale
Sous règne	Cormophyte
Supra embranchement	Rhizophyte
Embranchement	Spermaphytes
Sous-Embranchement	Angiospermes
Classe	Eudicotylédones
Sous classe	Audicotsarchaiques
Ordre	Ranunculales
Famille	Renonculacées
Sous famille	Helloboroidées
Genre	<i>Nigella</i>
Espèce	<i>N. sativa</i> , <i>N. damascena</i> , <i>N. Arvensis</i> , <i>N. hispanica</i> , <i>N. oreintalis</i> , <i>N. segetalis</i> <i>M</i> , <i>N. ciliaris</i> .

## II. Généralités sur la nigelle

Plusieurs noms vernaculaires ont été attribués à *Nigella sativa* L. dans différents pays du monde et on peut trouver plusieurs synonymes dans la même région, en Algérie on l'appelait : Sanoudj, Sinoudj, kammoun assoued, habba essouda, zerara et tikamnin (berbère) voir (Tableau III).

**Tableau III** : Noms vernaculaires de *Nigella sativa* L. dans différentes régions du monde.


Régions	Noms vernaculaires	Références
France	Faux cumin, nigelle cultivée, graine noire araignée, toute épice, cumin noir, quatre épices	(Volak et Stodola, 1983 ; Palese et Aexmoun, 1990)
Allemagne	Schwarzkümmel	Palese et Aexmoun, 1990)
Amérique	Black cumin, black seed	(Khan, 1999)
Pakistan,Inde	Black seed, kalonji, kalujua, kalajeera	(Khan, 1999 ; Gilani et al., 2004)
Oman, Egypte, Arabie-Saoudite	Habbat essouda, habbat el baraka, kammounassoued	(Al-Jassir, 1992 ; Al-Ghamdi, 2001)
Nord Africain	Chit,Djahta, Bounefa, sanoudj, kamounassoued, habbat essouda, Kamounchadaf , Kamoun assoued, habbat	(Mahmoudi, 1990)
Algérie	Zerara, tikamnin, sanoudj, sinoudj, habbaessouda	(Beloued, 2001)

### II.3.Description botanique

Les différentes espèces de la nigelle ont presque des caractéristiques communes, elles sont des plantes annuelles, Originaires d'Asie occidentale, possédant une tige dressée, à feuilles très découpées, et fleurs terminales et solitaires, les fruites sont des capsules soudées, qui contiennent dans les graines presque toutes de couleurs noires. Ces plantes possèdent aussi des particularités spécifiques telles que la longueur de tige, la couleur des fleurs et la forme des graines (Tableau IV) (Volak et Stodola, 1983; Beloued, 2001).

## II. Généralités sur la nigelle

**Tableau IV** : Description botanique de quelque espèce de nigelles. (Volak et Stodola, 1983 ; Mohmoudi, 1988 ; Beloued, 2001).

Description	Photo
<p><b><u>Tige</u></b> : est très ramifiée. De couleur vert claire à vert foncée.</p> <p><b><u>Feuilles</u></b> : sont plumeuses et a lobes étroits, sont lancéolées à linéaires et présentent des angles nectarifères.</p> <p><b><u>Fleurs</u></b> : sont solitaires, axillaires et terminales. Sont petites à cinq pétales blanchâtres et cinq sépales pétaloïdes de couleur bleu claire et nombreuses étamines insérées sur le réceptacle.</p> <p><b><u>Fruits</u></b> : constitués des follicules soudés, s'ouvrant au sommet par une fente interne.</p> <p><b><u>Graines</u></b> : sont ovoïdes, de couleur noir mat, présentent 3 ou 4 angles. Elles ont une base large et la face supérieure est finement granuleuse.</p>	

### II.4. Composition chimique de la nigelle (*Nigella sativa* L.)

Les graines de nigelle contiennent plus de cent composants dont beaucoup restent à découvrir, surtout la mélanthinesaponoside, (0,4 à 1,4%) des huiles essentielles et des huiles fixes (33%), un suc amer nommé nigelline (Vantelmont, 1986; Beloued, 2001).

A cause de leur bonne valeur nutritive, les graines de *Nigella sativa* L. sont très utilisées dans l'alimentation. En effet, elles contiennent généralement une teneur relativement importante en glucides (33-34%), en lipides (30-70%) et en protéine (16-21%). Les graines de *N. sativa* L. étant très utilisées dans l'alimentation, ces données permettent déjà de les qualifier comme ayant une bonne valeur nutritive (Jean-Paul.P.B.1987; Atta, 2003). Une approximation de la composition est donnée dans le tableau ci-dessous :

## II. Généralités sur la nigelle

Tableau V: Composition des graines de *Nigella sativa* L.

Constituant	Quantité (%)	Références
Lipides	30-70	Atta, 2003
Protéines	16-21	Jean-Paul, P.B.1987;Atta, 2003
Glucides	33-34	Jean-Paul, P.B.1987 ; Atta, 2003
Fibres alimentaires	4,5-6,5	Jean-Paul, P.B.1987
Sels minéraux	3,7-7	Jean-Paul, P.B.1987
Saponines	0,013	Jean-Paul, P.B.1987

### II.5 .Utilisation thérapeutiques

La Nigelle tient une place importante parmi les plantes médicinales les plus utilisées en médecine traditionnelle, depuis plus de 2000 ans. Elle est citée dans les papyrus des anciens Egyptiens comme un médicament pour les maladies pulmonaires et la toux (**Jean-Paul, P.B.1987**).La graine de *Nigella sativa* L. est la seule partie comestible de la plante, elles sont usités comme épice .Elles servent à saupoudrer le pain et les gâteaux pour les rendre plus appétissants. Elles sont énumérées également à d'autres emplois de point de vue médicinal.Elles soulagent les maux de tête, la toux, les problèmes respiratoires (**Beloued, 2001**).Pour cela on trouve beaucoup de produits à base de cette plante (**Figure 4**)

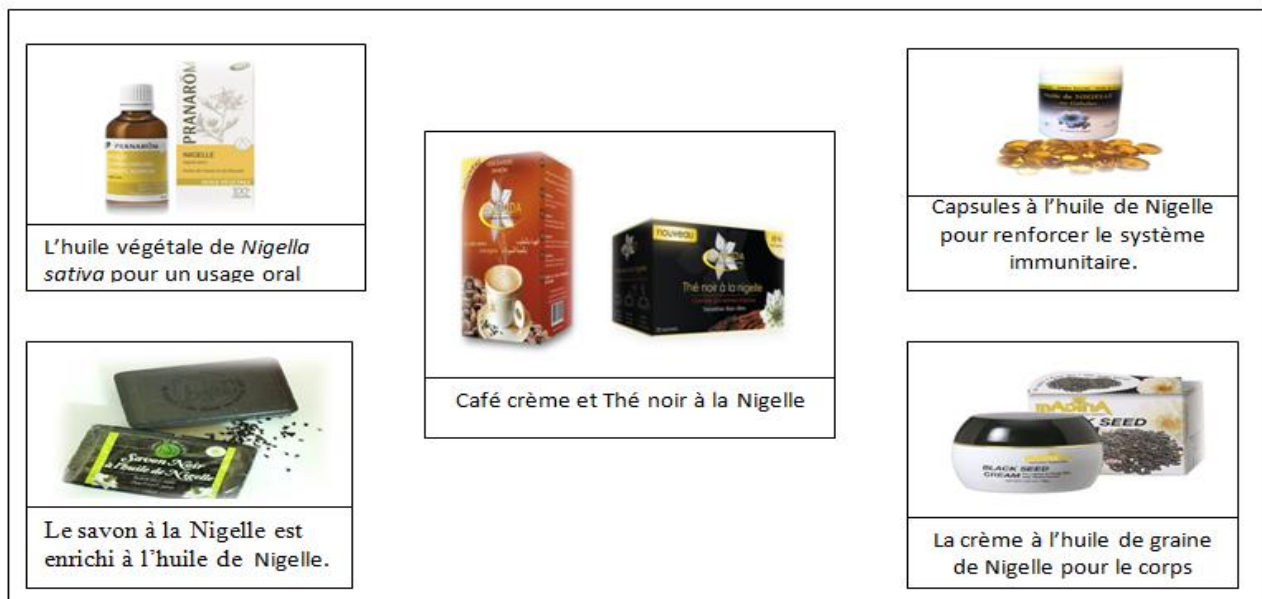


Figure 4: Quelques exemples des produits à base de Nigelle (**Jean-Paul, P.B.1987**).

#### III.1. Matériel végétal

Cette étude a été réalisée sur les graines de *Nigella sativa* L. ; une plante appartient à la famille des Renonculacées et au genre *Nigella*. Les graines sont achetées chez un herboriste à Bejaia, 2018.



**Figure 5 :** Graines de *Nigella Sativa* L.

#### III.2. Test d'humidité et séchage

Avant de sécher les graines, un test d'humidité a été effectué à 105°C pendant 3 heures, afin de déterminer le taux d'humidité. Ensuite le séchage a été réalisé dans une étuve ventilée à 40°C, l'échantillon est pesé avant et après séchage pendant une semaine. Le taux d'humidité a été calculé selon la relation suivante :

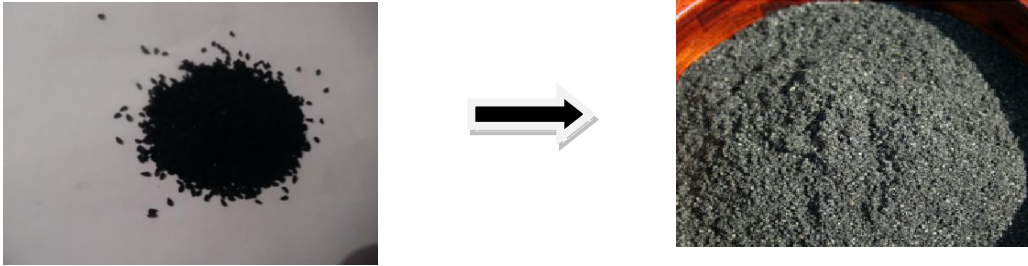
$$H (\%) = \frac{(M - M') \times 100}{M}$$

**M'** : masse de l'échantillon après séchage

**M** : masse de l'échantillon avant séchage

#### III.3. Préparation de l'extrait de nigelle

Les graines utilisées dans cette étude ont été soigneusement séchées à l'abri de la lumière et de la poussière. Elles ont été ensuite finement broyées à l'aide d'un broyeur électrique, le broyat obtenu a été tamisé pour obtenir au final une poudre fine et homogène de 1mm de diamètre (**figure 2**). Cette dernière a été conservée dans des récipients en verre fermés hermétiquement et stockées à l'abri de la lumière pour les prochaines utilisations.



**Figure 6 :** Photographies des graines sèches et de poudre de *Nigella sativa* L.

Dans ce travail l'extraction méthanolique a été réalisée par épuisement selon la procédure décrite par **Djahra (2014)** avec quelques modifications ; Elle consiste à une macération de la poudre fine obtenue avec un rapport 1:10(m/v) dans le mélange méthanol/eau (80:20, v/v) pendant une semaine sous agitation continue à température ambiante à l'abri de la lumière.

Le macérât a été filtré à travers du papier filtre Whatman N°1. Le filtrat obtenu est séché dans une étuve ventilée à 40°C afin d'éliminer le solvant utilisé durant l'extraction. Permettant ainsi d'obtenir un résidu caractérisé par une couleur brune foncée (extrait sec) qui est ensuite reconstitué avec du méthanol.

L'extrait sec a été pesé pour calculer le rendement d'extraction comme suite :

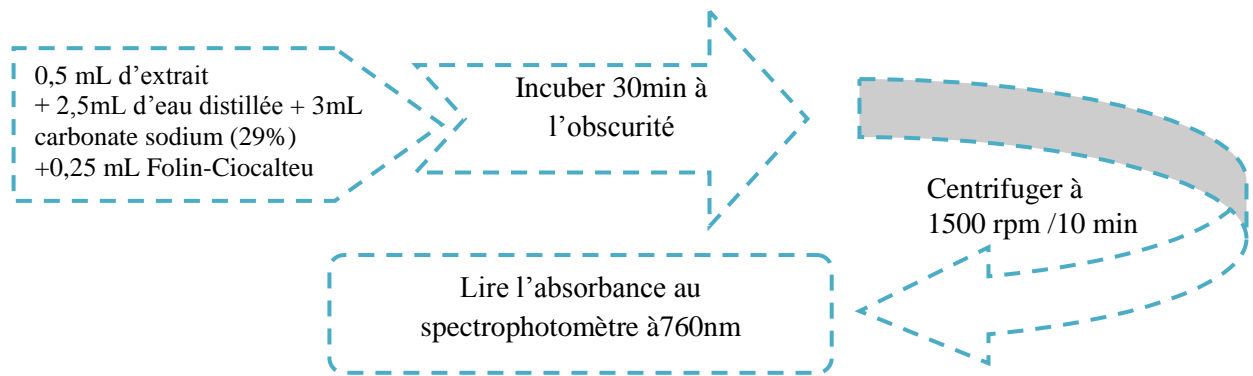
$$\text{Rendement d'extraction (\%)} = \frac{\text{Poids de l'extrait sec (mg)}}{\text{Poids de la poudre initiale (mg)}} \times 100$$

#### III.4. Dosages des polyphénols des graines de *Nigella sativa* L.

L'estimation de la quantité des composés phénoliques à savoir les phénols totaux et les flavonoïdes présents dans l'extrait méthanolique de graine de *Nigella sativa* L. a été réalisée par des méthodes colorimétriques.

##### III.4.1. Dosage des phénols totaux

Les composés phénoliques totaux ont été estimés selon la méthode colorimétrique basée sur le réactif de Folin-Ciocalteu (**Singleton et al. 1999**). Le réactif est formé d'acide phosphotungstique ( $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_4$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_4$ ) qui sont réduits lors de l'oxydation des composés phénoliques en oxydes bleus de tungstène ( $\text{W}_8\text{O}_{23}$ ) et de molybdène ( $\text{Mo}_8\text{O}_{23}$ ) ont été quantifiés, selon la procédure décrite dans la (figure 07)



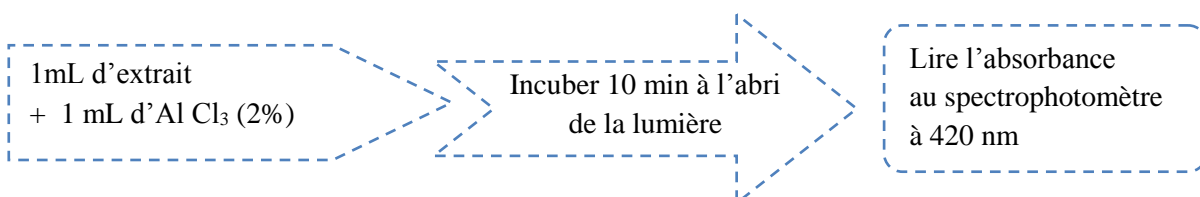
**Figure 7 :** Dosage des phénols totaux dans l'extrait des graines de *Nigella Sativa L.*

Les tests ont été répétés trois fois contre un blanc. Une courbe d'étalonnage (**Annexe II**) a été réalisée dans les mêmes conditions opératoires en utilisant l'acide gallique comme phénol de référence à différentes concentrations. Les résultats sont exprimés en milligramme équivalent acide gallique par gramme d'extrait sec (**mgEq.GA. /g ES**) et par gramme de matière sèche (**mg Eq.GA. /g MS**).

#### III.4.2. Dosage des flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes est déterminée par la méthode du trichlorure d'aluminium. Elle est basée sur la formation d'un complexe flavonoïde-Aluminium qui donne une coloration jaunâtre mesurable à 420 nm. Ceci est dû au fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux oxygènes de la molécule phénolique agissant comme donneurs d'électrons (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

Expérimentalement, la teneur en flavonoïdes de l'extrait méthanolique des graines de *Nigella sativa L.* a été quantifiée comme récapitulé dans la (**figure 8**) :



**Figure 8 :** Dosage des flavonoïdes dans l'extrait des graines de *Nigella sativa L.*

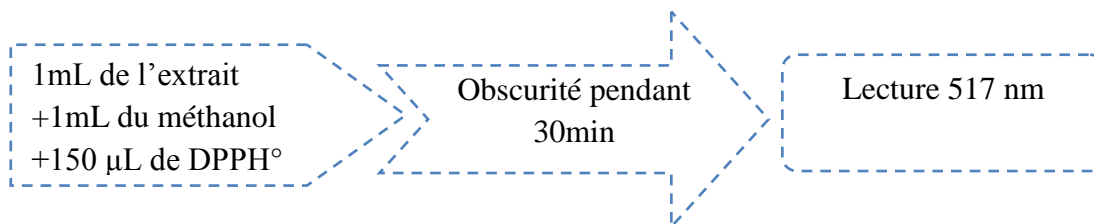
La concentration des flavonoïdes dans l'extrait a été calculée à partir de la courbe d'étalonnage (**Annexe II**) établie dans les mêmes démarches expérimentales en utilisant différentes concentrations de quercétine. Les résultats sont exprimés en milligramme équivalent quercétine par gramme d'extrait sec (**mg Eq.Que./g ES**).



#### III.5. Activité antioxydante de l'extrait de nigelle

##### III.5.1. Test de DPPH°

Le test de Blois est appliqué pour le test de DPPH° afin de déterminer la quantité du radical qui peut être piégée par un antioxydant, c'est-à-dire la capacité antioxydant. Dans ce test, les antioxydants réduisent le diphénylpicryl-hydrayl ayant une couleur violette en un composé jaune, le diphénylpicryl-hydrazine, dont l'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons (Sanchez-Moreno, 2002).



**Figure 9 :** Test du DPPH° selon Blois (1958).

L'expression des résultats pour mesurer le pourcentage d'inhibition est comme suit :

$$\text{Inhibition(\%)} = \frac{\text{Abs T} - \text{Abs E}}{\text{Abs T}} \times 100$$

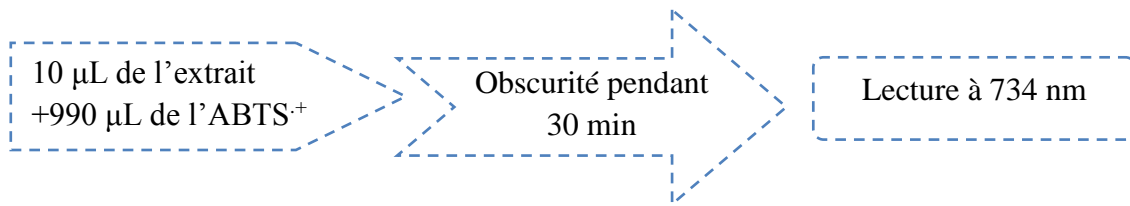
**Abs T :** Absorbance témoin.

**Abs E :** Absorbance de l'extrait

##### III.5.2. Test de l'ABTS<sup>•+</sup>

Pour étudier l'activité anti radicalaire d'extrait de nigelle, nous avons opté a la méthode qui utilise l'ABTS (2,2'-azinobis (3-éthyl-benzothiazoline-6sulphonate) comme un radical libre relativement stable, de coloration bleu verte, par un don d'hydrogène et présentant une absorbance maximale à 734nm. Dans cette méthode, l'ABTS<sup>•+</sup> est mis en solution aqueuse avec du persulfate de potassium (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>) pour générer le radical, une fois que le radical ABTS<sup>•+</sup> est formé, le standard pur ou l'échantillon est ajouté et la diminution de l'absorbance est suivi par spectrophotométrie (Re et al., 1999). La diminution de l'absorbance causée par l'antioxydant reflète la capacité de capture du radical libre.





**Figure 10 :** Test d'ABTS<sup>+</sup> selon **Re et al** (1999).

L'expression des résultats pour mesurer le pourcentage d'inhibition est comme suit :

$$\%d'inhibition = \frac{Abs\ T - Abs\ E}{Abs\ T} \times 100$$

**Abs T :** Absorbance témoin.

**Abs E :** Absorbance de l'extrait.

### III. 6.Préparation du fromage Halloumi

La préparation a eu lieu au niveau du laboratoire d'analyse sensorielle à l'université de Bejaia, en respectant les étapes de fabrication décrites par (**Robinson, 1996 ; Papademas et Robinson ,1998**) avec quelques modifications.

#### III.6.1.Matières premières utilisées

- Lait de vache pasteurisé, Lait de chèvre, Poudre de lait.
- Présure liquide de concentration 0,05 g/mL



**Figure11 :** Matières premières utilisées pour la fabrication du fromage Halloumi

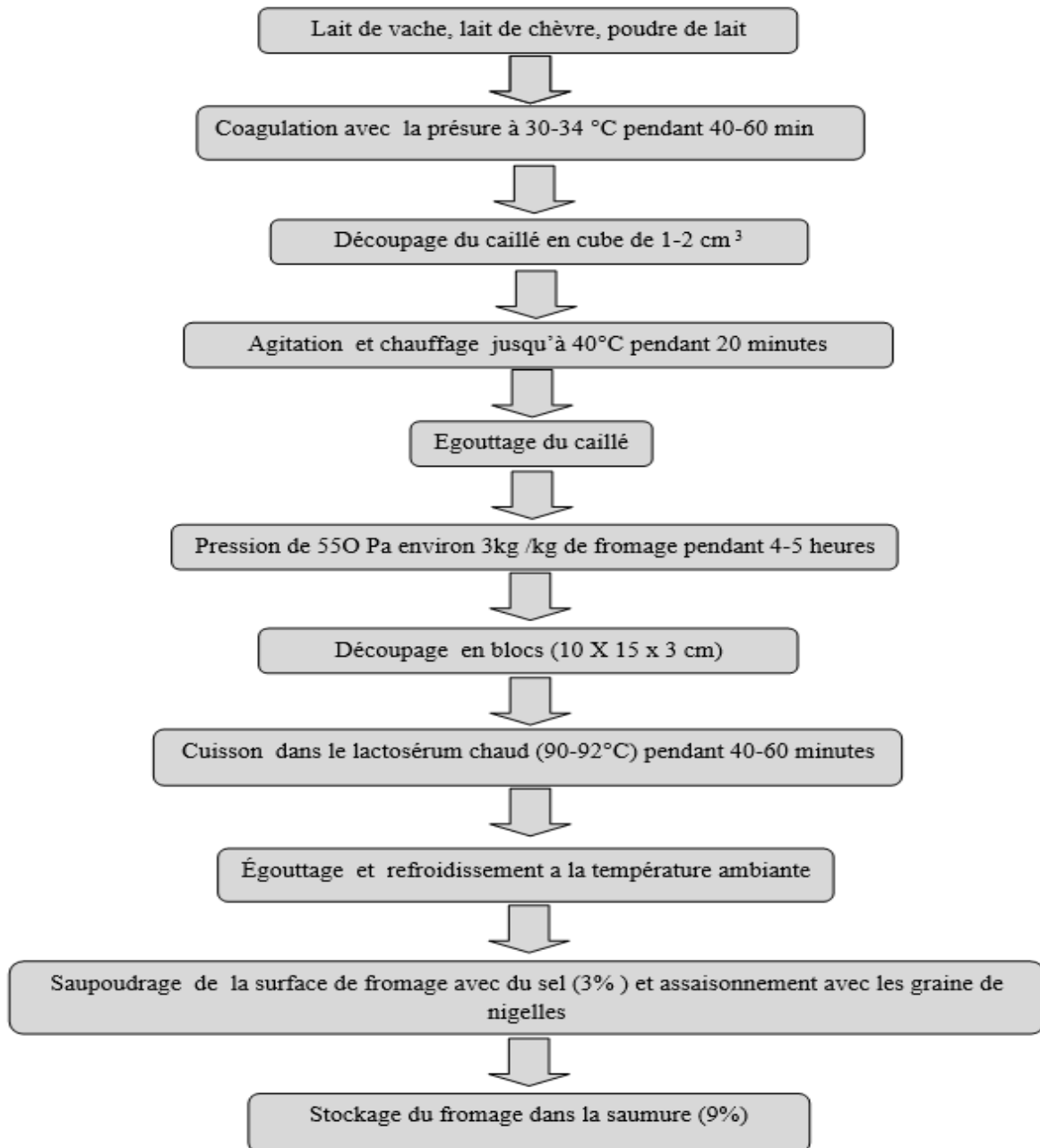
#### III.6.2.Etapes de fabrication

Quatre types de fromage ont été élaborés :

- Fromage V :** préparé avec 100% lait de vache pasteurisé.
- Fromage C20% :** préparé avec 80% de lait de vache pasteurisé et 20% de lait de chèvre.
- Fromage C40% :** préparé avec 60% de lait de vache pasteurisé et 40% de lait de chèvre.

**-Fromage N** : préparé avec 80% de lait de vache pasteurisé et 20% de lait de chèvre (la même composition du fromage C20%) mais il est assaisonné avec des graines de nigelles.

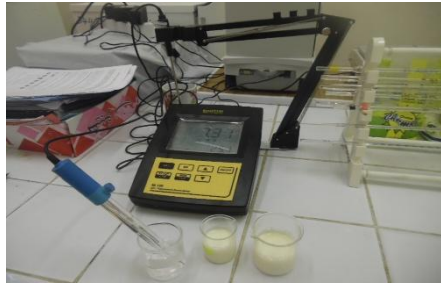
L'ensemble des étapes de fabrication suivies sont résumés dans le diagramme suivant :



**Figure12** : Diagramme de fabrication du fromage Halloumi selon (Robinson, 1996 ; Papademas et Robinson ,1998)

#### III.6.3. Réception et filtration du lait

- Le lait de vache pasteurisé est acheté au niveau du commerce en avril 2018, il est fabriqué au niveau de la laiterie d'Amizour (Bejaia)
- Le lait de chèvre cru est acheté dans une ferme à Akbou en avril 2018.
- Dès la réception du lait, il est d'abord filtré à l'aide d'une passoire pour éliminer les impuretés physiques puis effectué la mesure du pH pour s'assurer de la fraîcheur du lait. Ensuite il est conservé à froid jusqu'à son utilisation.



**Figure 13** : Mesure du PH

#### III.6.4. Préparation des mélanges des laits et le traitement thermique

Le point de départ pour la fabrication de ce fromage est la préparation d'un litre de mélange du lait selon le type du fromage à préparer. Suivi du traitement thermique, qui s'effectue à 90°C, qui vise à détruire les bactéries pathogènes présentes sous forme végétatives et à la réduction de la flore totale (**Luquet, 1990 ; Carole et Vignola, 2002**).

#### III.6.5. emprésurage et coagulation

Après refroidissement du lait environ 30-34°C, 2 mL de présure liquide à 0,05 g/L ont été ajoutés suivi d'une bonne agitation. Un caillé ferme est obtenu après 45 min de repos. La coagulation correspond à une modification physico-chimique des micelles de caséine sous l'action d'enzymes protéolytiques (présure). Celles-ci entraînent la formation d'un réseau protéique tridimensionnel appelé coagulum ou gel, ce qui permet ensuite l'expulsion d'une grande partie d'eau et de matières solubles (**Eck et Gillis, 2006**).



**Figure 14** : Etape de l'emprésurage

#### III.6.6. Découpage du coagulum

A ce stade, le caillé est découpé à l'aide d'un couteau en cubes (1-2 cm<sup>3</sup>) pour faciliter l'évacuation du lactosérum. Il est ensuite chauffé entre 38 à 40°C pendant 20 minutes sous une faible agitation, afin d'augmenter la fermeté du caillé et accélérer la libération du lactosérum (Robinson, 1996).



Figure 15 : Découpage du coagulum

#### III.6.7. Filtration et égouttage

Dans cette étape le caillé est récupéré après filtration en utilisant une passoire et un tissu fin. L'égouttage du caillé se fait manuellement avec un léger pressage, il permet l'élimination progressive de lactosérum restant. Le lactosérum récupéré est conservé afin de l'utiliser pendant l'étape de cuisson.

L'égouttage conduit à l'obtention d'une masse du caillé dont l'extrait sec est plus au moins concentré. Ce phénomène physique de séparation de la phase dispersante est appelée synérèse (Eck et Gillis, 2006). Lors de cette étape, la plus grande partie des éléments solubles sont éliminés dans le lactosérum (Carole et Vignola, 2002).



Figure 16 : Egouttage du caillé

#### III.6.8.Moulage et pressage

Cette étape permet de donner une forme au fromage et de poursuivre l'élimination du lactosérum. A cet effet une pression de 550 Pa (d'environ 3 kg / kg du caillé) est appliquée en utilisant un poids au lieu d'une presse hydraulique. Elle est appliquée pendant 4-5 heures ce qui permet d'extraire l'eau libre de la pâte de fromage, de compléter ainsi son égouttage et permettre aux grains de caillé de se souder et de former la pâte fromagère demi-ferme (**Robinson, 1996**).



**Figure 17** : Moulage et pressage

#### III.6.9.Cuisson de la pâte fromagère

Tout d'abord le lactosérum retiré du caillé est chauffé avec agitation douce entre 80-82°C pour coaguler les protéines restantes du lactosérum. Ce dernier est ensuite filtré pour récupérer la masse molle qui peut être utilisée pour la fabrication du fromage frais (**Robinson, 1996 ; Raphaelides et al ., 2006**).

En suite la pâte fromagère est retirée de la presse puis coupé en petits blocs de dimensions approximatives 10x15x2cm. Après ces blocs sont placés dans le lactosérum préchauffé entre 90-92° C pendant 40-60 min. A la fin de cette étape, les blocs flottent à la surface du lactosérum.

La cuisson de fromage dans le lactosérum détruit la présure et une grande partie de la flore microbienne et dénature les enzymes endogènes (**kaminarides et al, 2007**).

Cette étape de cuisson dans le lactosérum, ne se produit pas dans la fabrication des autres types de fromages, elle est spécifique au fromage Halloumi. Ce qui donne à ce fromage des caractéristiques sensorielles et texturales distinctes. Ce qui donne à ce fromage la capacité d'être cuit à des températures élevées sans fondre (**Robinson, 1996 ; Papademas et Robinson, 1998 ; Raphaelides et al ., 2006**).



**Figure 18** : Cuisson des blocs de fromage dans le lactosérum

#### III.6.10.Salage

Après la cuisson, chaque bloc est retiré et laissé refroidir puis saupoudré du sel sec (3% m/m) sur toute la surface. Après plié le long de la ligne médiane en «U». Le sel joue un rôle essentiel dans la fabrication du fromage ses fonctions principales sont le goût et la préservation, il a aussi un rôle dans l'égouttage. En termes de caractéristiques sensorielles, le sel améliore la saveur, réduit la perception d'amertume et augmente l'élasticité du fromage (Eck, 1987 ; Roger, 1979 ; Kamleh et al ,2012).

C'est au cours de cette étape que le fromage N est saupoudré avec des graines de Nigelle.



**Figure 19** : Salage et assaisonnement avec les graines de Nigelle

#### III.6.11.Stockage en saumure

Dans cette étape les blocs de fromage ont été conservés dans des boîtes contenant une Saumure à 9% de sel pendant 24h. Ensuite ces blocs ont été retirés de la saumure, égouttés puis emballés dans un film en plastique et conservés au réfrigérateur (0 à 6°C). D'après Raphaelides et al, 2006 et kaminarides et al, 2007 pour permettre une meilleure et longue conservation du fromage, le stockage doit s'effectuer sous vide.



**Figure20** : Stockage en saumure

#### III.7. Analyses physico-chimiques et microbiologiques du fromage Halloumi

Les analyses physico-chimiques et microbiologiques de notre fromage ont été effectuées au sein du laboratoire d'analyses agroalimentaires « IDRES », auxquelles nous avons assisté.

##### III.7.1. Analyses physico-chimiques

Les différentes analyses physico-chimiques effectuées sont : dosage des glucides, de la matière grasse et du sel.

###### III.7.1.1. Dosage des glucides

La Méthode de BERTRAND est suivie pour le dosage des glucides. Cette méthode permet de doser les oses et osides réducteurs. C'est une méthode réductimérique basée sur les propriétés réductrices des oses vis-à-vis des ions  $\text{Cu}^{2+}$  de la liqueur de Fehling en milieu basique et à l'ébullition (**Anonyme 1**).

- **Mode opératoire**

- Peser 5 g de fromage dans un erlenmeyer (Prise d'essai PE) ;
- Ajouter 10 mL d'eau distillée et agiter pour dissoudre le fromage ;
- Ajouter 2 mL de ferrocyanure de  $\text{K}^+$  15% et 2 mL d'acétate de zinc 30% (défécation) et laisser reposer 15 min ;
- Ajouter 10 mL de HCl 83g /L afin d'effectuer l'hydrolyse pendant 45 min au bain marie ;
- Neutraliser le HCl avec  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  et ajuster jusqu'à 100 mL avec l'eau distillée puis filtrer ;
- Mettre 20 mL de la liqueur de Fehling A et 20 mL de la liqueur de Fehling B dans un erlenmeyer et ajouter 20 mL de la solution filtrée (Prise d'essai PE') ;
- Chauffer jusqu'à ébullition pendant 3 min et laisser refroidir en inclinant l'erlenmeyer ;
- Filtrer et laver le précipité pour éliminer tout excès de liqueur de Fehling avec l'eau distillée chaude ;

- Ajouter 10 à 15 mL de la solution ferrique ;
- Titrer avec  $\text{KMnO}_4$  0,1 N (Chute de burette Cb) ;

- **Expression des résultats**

Calcul de X selon la formule ci-dessous

$$(Cb \cdot f) = X$$

**Cb** : chute de burette

**f** : Facteur de correction

**Trouver l'équivalent de (X) sur la table de BERTRAND** : elle correspond à (Y) qui est remplacé dans la formule ci-dessous :

$$\text{Glucides \%} = \frac{Y}{PE'} \cdot \frac{100}{PE} \cdot \frac{1}{10}$$

**PE** : prise d'essai

**PE'** : prise d'essai '

#### III.7.1.2. Dosage de la matière grasse

Le dosage de la matière grasse s'est effectué en utilisant le SOXHLET. On entend par teneur en matière grasse totale, le % en masse de substance déterminée par pesée après une extraction à l'hexane ou à l'éther de pétrole (**Anonyme 2**).

- **Mode opératoire**

- Peser 6 g de fromage dans un erlenmeyer(PE) ;
- Ajouter 50 mL de HCl 6N (Déminéralisation) ;
- Placer l'erlenmeyer et le réfrigérant sur une plaque chauffante agitatrice pendant 30min et laisser refroidir ;
- Filtrer sur un filtre mouillé puis le sécher ;
- Placer le filtre dans une cartouche puis la mettre dans l'extracteur ;
- Sécher et peser le ballon (écrire son poids Bv) et mettre environ 200 mL d'éther de pétrole ;
- Réaliser alors le montage de l'appareil ;
- Alimenter le réfrigérant en le branchant à un robinet ;
- Mettre dans le chauffe-ballon et régler la température à 65°C, laisser pendant 4 heures ;
- Après 4 h d'extraction, enlever la cartouche, et faire une distillation pour récupérer l'éther de pétrole ;
- La matière grasse reste dans le ballon ;



- Placer le ballon contenant les lipides à l'étuve pendant 30 min à 103°C, puis au dessiccateur jusqu'à refroidissement ;
- Réaliser une série de pesées, toujours après avoir séché le ballon à l'étuve puis au dessiccateur jusqu'à l'obtention d'un poids constant (Bae).

- **Expression des résultats**

$$MG\% = (Bae - Bv) \cdot \frac{100}{PE}$$

**Bv** : Poids du ballon vide

**Bae** : poids du ballon après extraction

**PE** : prise d'essai

#### III.7.1.3. Dosage du sel

La Méthode de **Mohr** est utilisée pour cela les chlorures sont dosés en milieu neutre par solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent (**Anonyme 3**).

- **Mode opératoire**

- Peser 2 g de fromage ;
- Ajouter 25 mL d'eau distillée puis agiter pour dissoudre le fromage ;
- Ajouter 2 mL de ferrocyanure de  $K^+$  15% et 2 mL de d'Acétate de zinc 30%(Définition) et laisser reposer pendant 15min ;
- Transvaser dans une fiole et ajuster jusqu'à 100 mL avec l'eau distillée puis filtrer ;
- Verser 25 mL de de la solution filtrée dans un erlenmeyer et ajuster jusqu'à 100 mL avec l'eau distillée ;
- Ajouter 1mL de chromate de  $K^+$  5% ;
- titrer avec le nitrate d'argent  $AgNO_3$  0,1 N.

- **Expression des résultats**

$$NaCl \% = cb \cdot N \cdot f \cdot \frac{100}{PE} \cdot invdill \cdot \frac{Meq NaCl}{1000}$$

**Cb** : chute de burette

**N** : normalité

**F** : facteur de correction

**Pe** : prise d'essai

**Invdill** : inverse de dilution

**MeqNaCl** : masse équivalente NaCl (58,5 g/Mol)

#### III.7.1.4. Dosage des protéines brutes

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

- **Mode opératoire**

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

- **Minéralisation**

Dans un matras de Kjeldahl, 0,5 g d'un échantillon broyé, 2 g d'un catalyseur (sélénium, sulfate de potassium et sulfate de cuivre) et 20 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré (97 %) sont introduits. Ce mélange présente une coloration noire. Ensuite, le matras est chauffé jusqu'à ce que la couleur noire se transforme en une couleur limpide, à ce moment-là l'azote organique est transformé en azote minéral. Après refroidissement, l'échantillon minéralisé est transféré dans une fiole dont le volume est ajusté à 100 mL avec de l'eau distillée.

- **Distillation**

Elle se fait dans une unité de distillation Buchi distillation Unit B-324. Dans un matras, 20 mL du contenu de la fiole, 50 mL d'eau distillée et 50 mL de la soude (40%) ont été introduits. En parallèle, 20 mL d'acide borique (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) (4%) avec quelques gouttes d'indicateurs colorés (rouge de méthylène et bleu de méthylène) sont ajoutés. La distillation s'arrête au bout de 4 minutes à compter du début d'ébullition.

- **Titration**

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

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

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

**N%** : Pourcentage d'azote.

**P%** : Pourcentage de protéines.

**V<sub>1</sub>** : Volume de l'acide sulfurique concentré (mL).

**V<sub>0</sub>** : Volume de l'acide sulfurique concentré utilisé pour le témoin (mL).

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

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

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

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

#### III.7.2. Analyses microbiologiques du fromage Halloumi

Une analyse microbiologique nécessite une préparation rigoureuse de l'échantillon à analyser en respectant les règles d'asepsie dans le but d'éviter toute contamination. Donc l'échantillon à analyser doit être formé en prélevant des portions sur tous les côtés, en surface et en profondeur du fromage afin de constituer un échantillon représentatif, puis il sera pesé et bien homogénéisé pour la préparation de la solution mère et éventuellement des dilutions décimales.

##### III.7.2.1. Préparation de la solution mère et des dilutions décimales

Dans des conditions d'asepsie, 10 g de fromage sont homogénéisés dans 90mL de liquide Ringer<sup>1/4</sup>, en laissant les grosses particules se déposer, ce qui forme la solution mère ( $10^{-1}$ ). Une série de dilutions décimales est réalisée en prélevant 1mL de la solution mère dans 9mL de liquide Ringer<sup>1/4</sup>, ce qui constitue la dilution ( $10^{-2}$ ), puis après homogénéisation de cette dernière, la même opération est répétée pour l'obtention de dilutions successives afin de préparer le nombre de dilutions décimales approprié pour le dénombrement de chaque flore (J.O.R.A,2004).Le tableau suivant résume toutes les analyses microbiologiques effectuées :

**Tableau VI :** Analyses microbiologiques des fromages

Germes recherchés	Milieux de cultures	Températures et temps d'incubation	Références
<i>Staphylococcus aureus</i>	gélose Baird Parker	37°C /48h	(J.O.R.A, 2014)
coliformes totaux	VRBL	30°C/24h	(J.O.R.A, 2017)
coliformes fécaux	VRBL	44°C/24h	(J.O.R.A, 2017)
Levures et moisissures	OGA	22°C/5J	(N.A.21 10)
Germes aérobies	PCA	30°C/3J	(J.O.R.A, 2017)

- **Recherche des salmonelles :** Un pré-enrichissement dans le liquide Ringer<sup>1/4</sup> est réalisé en portant 25g de fromage dans 225 mL du milieu et incubation à 37°C/ 24 h, suivi d'un enrichissement en repiquant quelques gouttes du milieu de pré-enrichissement dans 9 mL de bouillon à la sélénite cystéine stérile et incubation à 37°C /24 h. Enfin, un isolement en stries est effectué sur le milieu sulfite bismuth avec incubation à 37°C/24 h (N.A.26 88).

#### III.8. Evaluation sensorielle

L'évaluation sensorielle a été réalisée au niveau du laboratoire d'analyse sensorielle de l'université de Bejaia (début Mai 2018). A cet effet Deux types d'analyses ont été effectués :

- **Une analyse sensorielle** dont nous avons fait appel à un panel expert constitué de treize jurys (enseignants et travailleurs), formés et entraînés à l'évaluation sensorielle au sein de l'Université d'Abderrahmane MIRA de Bejaia.
- **Une analyse hédonique** dont nous avons fait appel à un panel de consommateurs constitué de 102 individus naïfs (50% Hommes et 50% Femmes).

Quatre échantillons de fromage Halloumi frit et codés ont été présentés pour chaque dégustateur avec un questionnaire à remplir voir (**annexe II.1**).

Les différents échantillons présentés sont les suivants :

- **Fromage N** : assaisonné en graines de Nigelle ;
- **Fromage V** : 100% lait de vache ;
- **Fromage C 20%** : 80 % lait de vache et 20% lait de chèvre ;
- **Fromage C 40%** : 60% lait de vache et 40% lait de chèvre.

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

Les principales fonctionnalités de ce logiciel utilisées pour interpréter les résultats de l'évaluation sensorielle effectuées sont : Caractérisation de produits, Analyse en composante principale (ACP), Classification ascendante hiérarchique (CAH) et Préférence MAPPING (PREFMAP).



**Figure 21** : Présentation des 4 échantillons dans la stalle

### IV.1. Résultats des analyses phytochimiques

L'extrait sec obtenu au cours de l'extraction a été reconstitué avec du méthanol afin d'effectuer les dosages et l'étude de l'activité antioxydante. L'ensemble des résultats obtenus sont récapitulés ci-dessous.

Les teneurs en polyphénols totaux et en flavonoïdes dans l'extrait des graines de *Nigella sativa* L. sont déterminée à partir des courbes d'étalonnages voir (**Annexe II**). Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

**Tableau VII:** Teneur en polyphénols totaux et en flavonoïdes des graines de nigelle.

Extrait	Humidité (%)	Rendement d'extraction (%)	Polyphénols totaux		Flavonoïdes	
			mgEqAG/g E	mgEqAG/g MS	mgEqQ/g E	mgEqQ/g MS
Extrait de <i>Nigella sativa</i> L.	5,71±0,09	12,98				
			16,25±0,027	2,10±0,027	5,025±0,004	0,65±0,004

**mgEqAG/g E** : milligramme équivalent acide gallique par gramme d'extrait .

**mgEqAG/g MS** : milligramme équivalent acide gallique par gramme de matière sèche.

Le méthanol est un solvant très recommandé pour l'extraction des polyphénols et possède l'avantage d'être facilement éliminé (**Ribéreau-Gayon, 1968 ; Scehovic, 1990 ; Owen et Johns 1999**) .

Selon nos résultats, les teneurs en polyphénols totaux sont 16,25±0,027 mg Eq AG/ g d'extrait ce qui est équivalent à 2,10±0,027 mgEqAG/g de matière sèche.

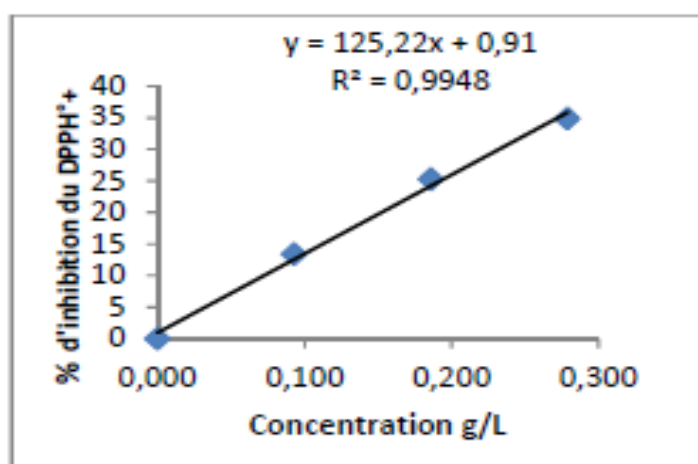
Ces valeurs sont inférieures à celles de **Mariod et al. (2009)** qui est de 27,8± 0,11 mg/g d'extrait et de **Meziti et al. (2012)** qui a trouvé une teneur en polyphénols totaux des graines de nigelles de 33, 64 ± 0,34 m g GAE/g d'extrait. Nos valeurs sont proches de celles trouvées par **Bourgou et al. (2008)** au niveau des racines de la plante *Nigella sativa* L. qui est de 4,01±0,05 mg/ g de Matière sèche.

La teneur en flavonoïdes est de 5,025±0,004mgEqAG/g d'extrait ce qui est équivalent à 0,65±0,004mg EqQ/ g de Matière sèche, cette valeur est supérieure à celle déterminée par **Meziti et al. (2012)** qui est 3,80 ± 0,07 mgQE / g d'extrait et la valeur trouvée par **Javorkova et al. (2011)** qui est de 2±0,1 g QE / 100g.

Selon la recherche plusieurs facteurs peuvent causer des différences au niveau des teneurs en polyphénols, en flavonoïdes et en composés phénolique d'une manière générale. Telles que la variété, les conditions environnementales, le mode et la durée d'extraction des substrats, de la conservation, le degré de maturation et les facteurs génétiques (**Rapisarda et al., 1999 ; Tomas-Barberan et Espin, 2001**). Ainsi que les paramètres liés à la méthode d'extraction température, temps de contact, solvant à solidifier, type de solvant,... (**Pinelo et al., 2005 ;Lagha-Benamrouche et Madani, 2013**).

### IV.2. Résultats de l'activité antioxydante de l'extrait de nigelle

#### IV.2.1. Test de DPPH°



**Figure 22:** Pourcentage d'inhibition du DPPH° en présence de l'extrait de N.S.

La capacité d'élimination des radicaux de notre extrait a été évaluée par sa capacité à piéger le radical libre DPPH°. La concentration d'un extrait ou d'un antioxydant nécessaire pour diminuer la concentration initiale en DPPH de 50% (IC50) est largement utilisée pour évaluer l'activité antioxydante (**Atoui et al., 2005**).

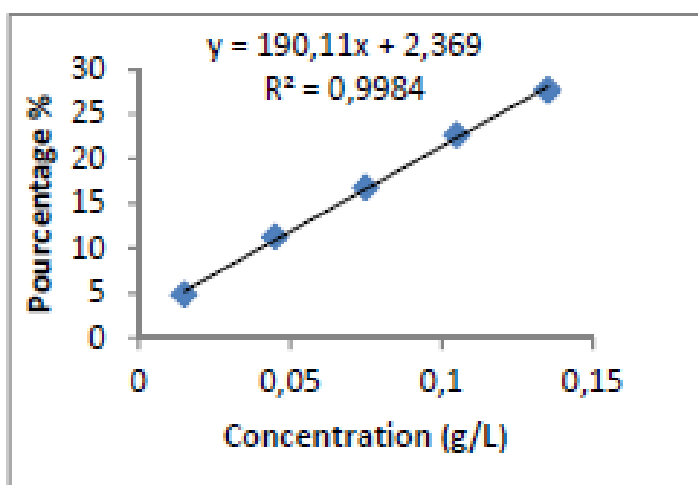
Pour les tests DPPH et ABTS, les résultats ont été exprimés en termes de valeurs IC50, la concentration d'extrait nécessaire pour inhiber 50% du radical.

L'extrait des graines de *Nigella sativa* L. montre une activité de piégeage du radical DPPH° avec une valeur IC50 de 0,421 g / L. Bien que cet effet de piégeage était inférieur à celui de la quercétine, de l'acide ascorbique et du BHA. **Javorkova et autres (2011)** ont rapporté que *Nigella orientalis* L. et surtout *Nigella damascena* L. sont des agents antiradicaux très puissants, comparés à *Nigella sativa* L., et ont découvert que non seulement des extraits de graines mais aussi des extraits des feuilles et des fleurs sont efficaces en termes d'antioxydants.

D'autre part, **Bourgou et al., (2008)** ont rapporté que les feuilles de *Nigella sativa* L. présentaient une activité plus élevée que les racines ( $IC_{50} = 280$  et  $450 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ , respectivement),

En effet, il a été démontré que les molécules antioxydantes telles que les polyphénols totaux et flavonoïdes réduisent et décolorent le DPPH° en raison de leur capacité à céder l'hydrogène (**Pooter, 1986**). Les polyphénols contenus dans l'extrait de graines de *Nigella sativa* L. probablement responsables de l'activité antioxydante de l'extrait (**Talbi et al, 2015**).

### IV.2.2. Test de l'ABTS



**Figure 23:** Pourcentage d'inhibition de l'ABTS<sup>+</sup> en présence de l'extrait NS

Le radical ABTS avec une absorbance maximale à 734nm, est formé en tirant un électron sur un atome d'azote de l'ABTS. En présence de l'extrait, l'atome d'azote concerné est piégé conduisant à un H.ABTS<sup>+</sup>. Qui provoque la décoloration de la solution (**Lien et al., 1999**).

Comme le test DPPH,  $IC_{50}$  a été calculé à partir de la courbe représentant les pourcentages d'inhibition du radical en fonction des concentrations en extraits (mg / mL).

A partir des résultats obtenus, l'extrait de *Nigella sativa* L. a une valeur de  $IC_{50}$  de  $0,250 \text{ mg / mL}$ . L'étude réalisée par **Javorkova et al (2011)** a montré que l'extrait de *Nigella damascena* L. a une activité supérieure à celle de *Nigella sativa* L.

Selon les résultats, nous trouvons une bonne corrélation entre le test DPPH° et celui de l'ABTS cela est dû à la similitude des deux méthodes qui mesurent la capacité des antioxydants à donner un atome H (**Huang et al., 2005**).

### IV.3. Résultats des analyses du fromage Halloumi

Quatre échantillons du fromage Halloumi ont été préparés et analysés (figure 24).

- Fromage V : 100% lait de vache.
- Fromage C 20% : 80% de lait de vache et 20% de lait de chèvre.
- Fromage C40% : 60% de lait de vache et 40% de lait de chèvre.
- Fromage N : 80% de lait de vache et 20% de lait de chèvre (la même composition du fromage C20%) mais il est assaisonné avec des graines de nigelles.

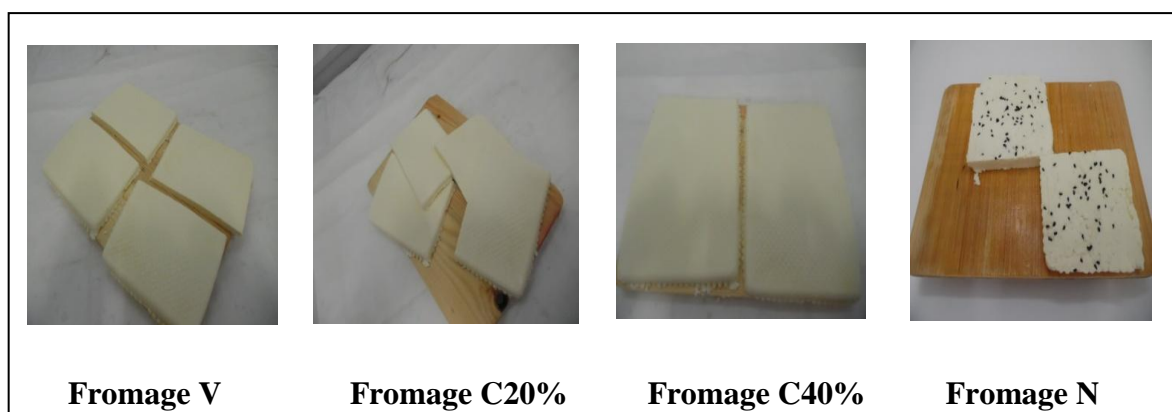


Figure 24: Quatre échantillons du fromage Halloumi préparés.

#### IV.3.1. Analyses physico-chimiques

Les résultats du dosage de la matière grasse, glucides, protéines et les chlorures sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau VIII: Résultats de quelques paramètres physico-chimiques du fromage Halloumi.

Détermination	4 Echantillons du fromage Halloumi				Méthodes
	Fromage V	Fromage C20%	Fromage C40%	Fromage N	
Matière grasse (%)	13,1	13,7	15,6	13,7	N.A.N° 10 96 14
Protéines (%)	35	38	39	38	Kjeldahl
Glucides(%)	0,86	0,87	0,85	0,80	BERTRAND
Chlorures(%)	5,27	4,40	4,85	4,40	N.A.N° 10 97 05

D'après les résultats obtenus, les valeurs de la matière grasse et de protéines du fromage V et celle du fromage C 20% et fromage N sont très proches ; par contre le fromage C 40% a une valeur plus élevée par rapport à aux autres. Cela est expliqué par le fait que le fromage C40% est fabriqué à partir d'un mélange de lait constitué de (40%) d lait de chèvre



## IV. Résultats et discussions

Les teneurs en matière grasse et en protéines du lait chèvre sont supérieures à celles de lait de vache d'après **Carole et vignola (2002)**.

Pour les glucides les résultats obtenus montrent que les 4 échantillons de fromage analysés ont presque les mêmes teneurs. Vu que le lait de vache et le lait de chèvre ont des teneurs voisines en glucides (4,7% et 4,4% respectivement) selon **Carole et vignola (2002)**.

Pour les chlorures, les teneurs sont très proches, sauf pour le fromage V qui a une teneur en sel un peu plus élevée, cela peut être due au fait qu'il est le premier fromage fabriqué, le temps resté dans la saumure de sel est plus élevé par rapport aux autres échantillons.

Les résultats des analyses physico-chimiques des fromages montrent qu'ils sont une bonne source de protéines (35 à 39%), assez riches en matière grasse (13 à 15%), ne sont pas riches en sucre (0,8%). Par contre une teneur assez élevée (4,4 à 5,2%) en sel.

### IV.3.2. Analyses microbiologiques

L'objectif des analyses microbiologiques, lorsqu'un produit est destiné à la consommation est de garantir une certaine sécurité hygiénique et un niveau de qualité organoleptique et préserver la santé du consommateur.

Un contrôle de qualité microbiologique a été effectué pour les 4 échantillons de fromage, les résultats obtenus sont résumés dans le tableau IX.

**Tableau IX:** Résultats des analyses microbiologiques du fromage Halloumi.

Critères	4 Echantillons du fromage Halloumi				Normes Algériennes (J.O.R.A, 1998)	Référence
	Fromage V	Fromage C20%	Fromage C40%	Fromage N		
Germes aérobies /g	1,1.10 <sup>2</sup>	1,2.10 <sup>2</sup>	10 <sup>2</sup>	10 <sup>2</sup>	/	ISO 4833
Coliformes /g	69	67	73	65	/	Arrêté du 05/10/2017
Coliformes fécaux /g	Absence	Absence	Absence	Absence	/	Arrêté du 11/11/2017
Staphylococcus aureus /g	Absence	Absence	Absence	Absence	10 <sup>2</sup>	Arrêté du 21/05/2014
Salmonelles /25g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO 6785
Levures et moisissures /g	Absence	Absence	Absence	Absence	/	ISO 7954

L'ensemble des résultats des analyses microbiologiques obtenus montre que les 4 échantillons de fromage ont une qualité microbiologique satisfaisante, malgré que les échantillons ont été analysés après presque un mois de la date de fabrication. Cela est dû au

fait que le fromage Halloumi est conservé dans une saumure à 9% de sel ce qui permet sa conservation. Ajoutant aussi aux bonnes conditions hygiéniques lors de la préparation de ces fromages.

### IV.4.Evaluation sensorielle

Avant d'effectuer les différents tests sur XLSTAT, un plan d'expérience a été réalisé. Une fois les données des jurys experts et des consommateurs naïfs sont rapportées sur le logiciel ; la procédure de génération d'un plan d'expérience est lancée.

Pour chacune des catégories analyse sensorielle et analyse hédonique un plan d'expérience optimal a été trouvé, ce qui valide les autres tests sur XLSTAT

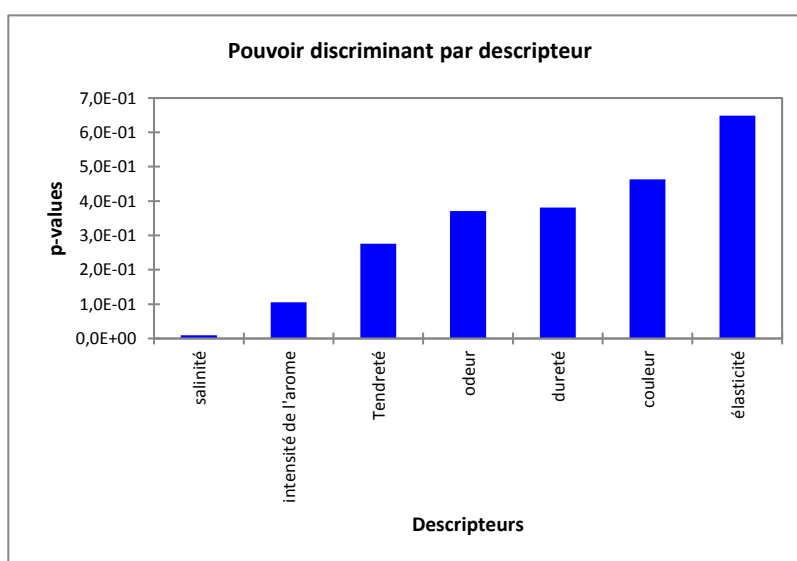
#### IV.4.1.Caractérisation produit

Il s'agit d'identifier les descripteurs qui discriminent le mieux les produits et de déterminer leurs caractéristiques en fonction des préférences du panel expert.

##### IV.4.1.1.Pouvoir discriminant par descripteur

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

Les résultats obtenus sont présentés dans la figure ci-dessous :



**Figure 25** : Pouvoir discriminant par descripteur.

Selon les résultats présentés dans la (**figure 25**), nous remarquons que la salinité et l'intensité de l'arôme sont les descripteurs qui ont le plus fort pouvoir discriminant. Cela signifie que les experts ont constatés des différences entre les caractéristiques précédentes sur les quatre produits analysés. Les pouvoirs discriminants des caractéristiques : tendreté,

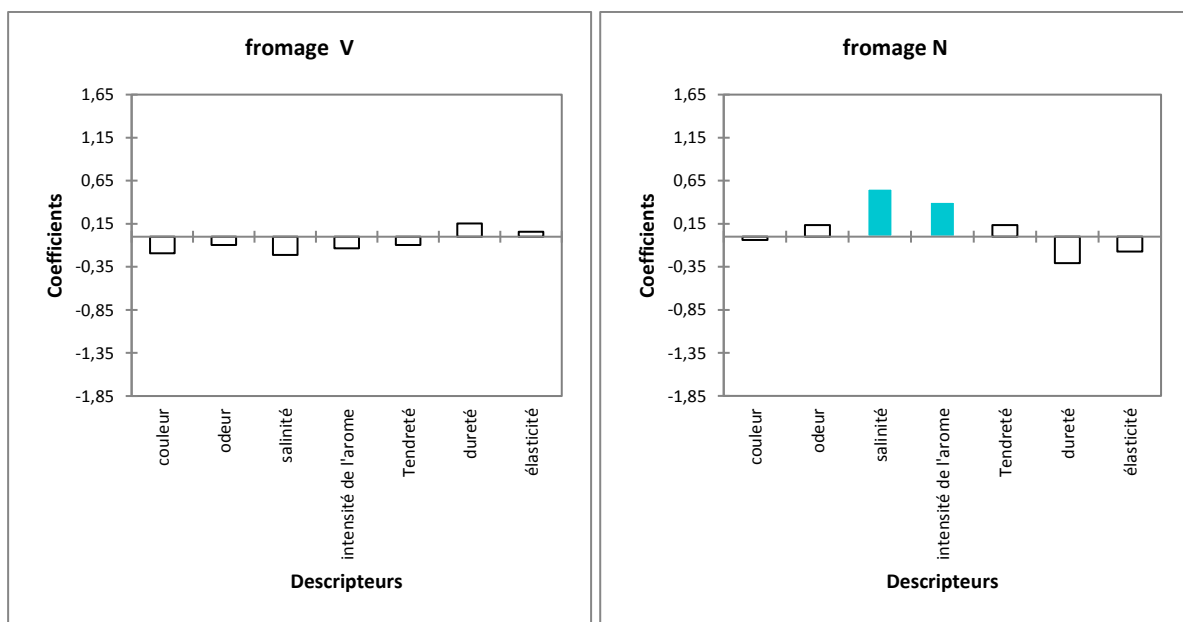
l'odeur, la dureté et la couleur sont moyens. Cependant le descripteur élasticité est celui qui à le pouvoir discriminant le plus faible, donc cette caractéristique ne change pas beaucoup entre les quatre échantillons analysés.

### IV.4.1.2. Coefficients des modèles

Ce test montre pour chaque produit, les coefficients du modèle sélectionné (**annexe III.2**).

Quatre histogrammes sont obtenus, chaque histogramme correspond à un produit. La figure 26 Présente les histogrammes correspondants aux fromages V et fromage N.

La figure qui suit permet de voir en un coup d'œil ce qui définit le produit (ici fromage V et N). En bleu, on voit les caractéristiques dont le coefficient est significativement positif et en rouge celles dont le coefficient est significativement négatif, en blanc les caractéristiques dont les coefficients ne sont pas significatifs



**Figure 26:** Coefficients des modèles des fromages V et N.

- **Le fromage V** (fromage Halloumi préparé à partir de 100% lait de vache) :

L'ensemble des caractéristiques sont affichées en blanc, donc il y'a pas de différences significatives entre les moyennes des notes que les juges ont donné pour chaque caractéristique et les notes du fromage V. Cela signifie que toutes les caractéristiques sont proches de la moyenne.

- **Le fromage N** (fromage Halloumi 20% de lait de chèvre, assaisonné de graines de Nigelle) :

En bleu, sont présentées toutes les caractéristiques, dont le coefficient est significativement positif. Donc le fromage N est caractérisé par sa forte d'intensité de l'arôme et sa salinité intense.

### IV.4.1.3. Moyennes ajustées par produit

Ce test permet de faire ressortir les moyennes lorsque l'on croise les différents produits et les caractéristiques. On voit donc en bleu les moyennes qui sont significativement plus grandes que la moyenne globale et en rouge celles qui sont significativement plus petites que la moyenne globale. En blanc, les moyennes qui ne sont pas significativement plus grandes ou plus petites que la moyenne globale (**Tableau X**).

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

	salinité	intensité de l'arome	Tendreté	odeur	couleur	dureté	élasticité
fromage N	4,385	2,846	2,769	2,923	2,615	2,615	1,769
Fromage C 20 %	3,769	2,308	2,769	2,538	2,615	3,000	2,000
fromage V	3,615	2,308	2,538	2,692	2,462	3,077	2,000
Fromage C 40%	3,538	2,308	2,462	3,000	2,923	3,000	2,000

D'après le tableau des moyennes ajustées nous constatons :

- Pour le fromage N : ce fromage est caractérisé par une forte salinité et une forte intensité de l'arôme. Les autres caractéristiques n'ont ni un effet significativement positif ni un effet significativement négatif sur le produit.
- Et pour les autres produits, leurs caractéristiques n'ont ni un effet significativement positif ni un effet significativement négatif sur les produits. Donc il n'existe pas de différences significatives entre les caractéristiques du fromage C20%, C40%, et fromage V.

### IV.4.1.4. Cartographie des préférences (Préférence MAPING PREFMAP)

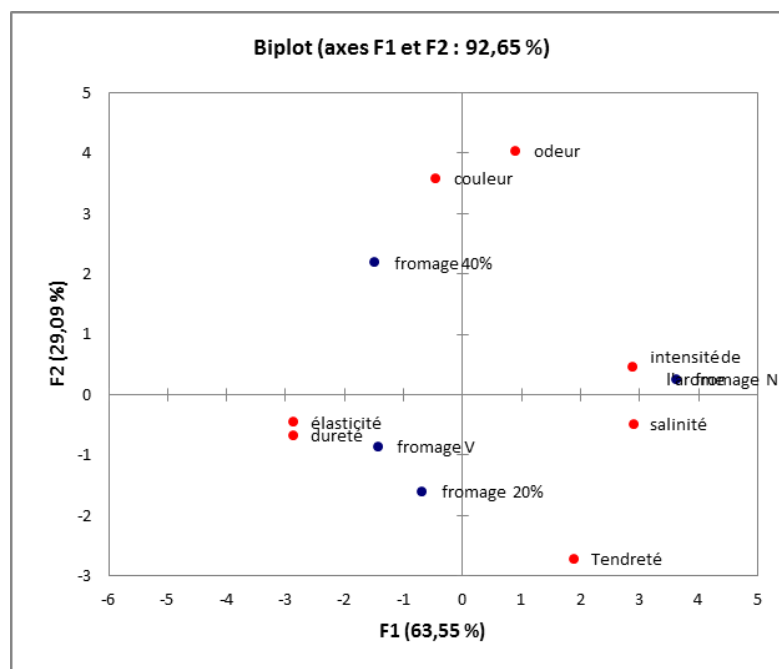
La cartographie externe des préférences permet de visualiser sur une même représentation graphique d'une part des objets (produits), et d'autre part des indications montrant le niveau de préférence du jury expert en certains points de l'espace de représentation.

**N.B :** Les données utilisées sont celles des jurys experts pour l'Analyse en composantes principales(ACP) et celles de l'analyse hédonique pour la Classification ascendante hiérarchique (CAH).

### ❖ Analyse en composantes principales

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

La carte présentée dans la (figure 27) permet de présenter les corrélations entre les variables et les facteurs par l'ACP.



**Figure 27:**Corrélations entre variables/facteurs

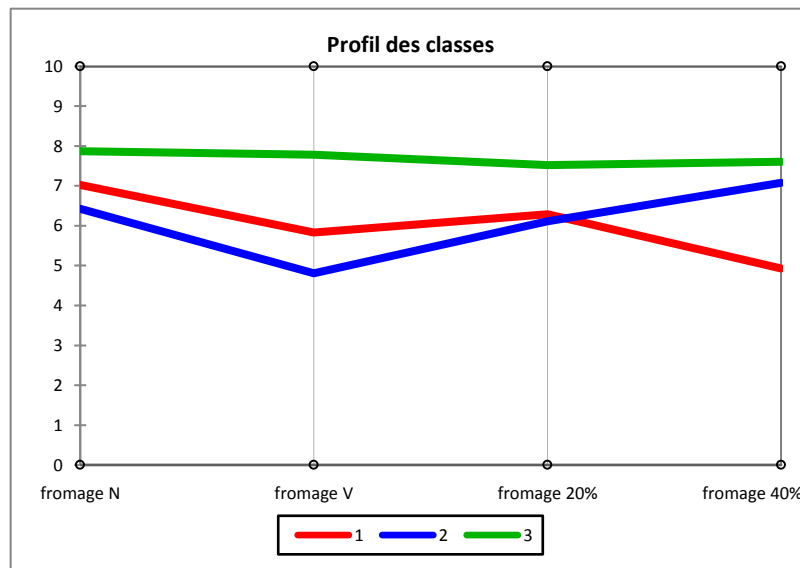
La qualité de la figure est assez bonne, puis qu'elle permet de représenter 92,65 % de la variabilité et de l'observation. Etant donné que cette figure montre que tous les descripteurs sont présentés dans le graphe.

Les descripteurs intensité de l'arôme, salinité et tendreté sont significativement positivement corrélées puisque elles sont proches les unes par rapport aux autres, la même chose pour la couleur et l'odeur ainsi que l'élasticité et la dureté.

### ❖ Classification ascendante hiérarchique (CAH)

Des regroupements successifs produisent un arbre binaire de classification (dendrogramme), dont la racine correspond à la classe regroupant l'ensemble des individus. Ce dendrogramme représente une hiérarchie de partitions. Ce qui permet de choisir une partition en tronquant l'arbre à un niveau donné, le niveau dépendant soit des contraintes de l'utilisateur (l'utilisateur sait combien de classes il veut obtenir), soit de critères plus objectifs (Everitt *et al.*, 2001).

Le graphe de la (figure 28) permet de représenter le profil des différentes classes créées.



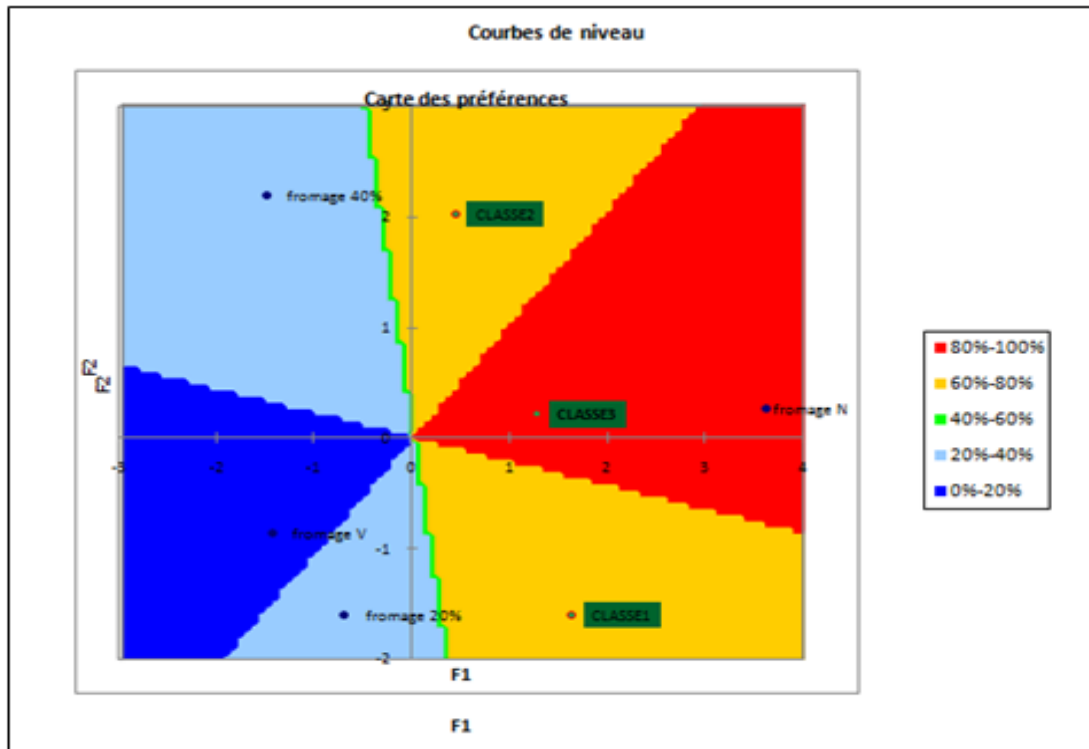
**Figure 28:** Profil des classes créées.

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

- La classe 1 : Préfère en première position le fromage N suivi par le fromage C20%;
- La classe 2 : Préfère le fromage C40% suivi par le fromage N;
- La classe 3 : Préfère en première position le fromage N et V de la même manière suivie par le fromage C20% et C40%.

### ❖ Courbes de niveau et carte des préférences PREFMAP

Les deux figures courbes de niveau et cartes de préférences sont superposées et le graphe 29 est obtenu.



**Figure 29:** Courbes de niveau et carte des préférences.

D'après cette figure le fromage N est le plus préféré (80 à 100% des consommateurs) suivi des fromages C20% et C40% (20 à 40% des consommateurs). Enfin le fromage V qui a une préférence des consommateurs entre 0 et 20%.

En consultant les résultats de l'ACP et de caractérisation produit, nous pouvons conclure que le fromage N est le plus préféré suite à ces deux caractéristiques salinité et intensité de l'arôme important du à l'ajout des graines de nigelle.

Au cours de cette étude nous avons pu apprendre et maîtriser le processus de fabrication du fromage Halloumi qui n'est pas connu au niveau de la région méditerranéenne. Il fait partie des fromages demis durs à pâte cuite. Il est préparé de préférence avec un mélange de lait de chèvre, lait de brebis et lait de vache. Pour la formation du caillé, la présure uniquement est utilisée, pas de ferments lactiques.

Quatre types de fromage Halloumi ont été préparés : **Fromage V** à base de lait de vache uniquement, **Fromage C20%** à 20% de lait de chèvre, **fromage C40%** à 40% de lait de chèvre et enfin le **fromage N** qui a la même composition que le fromage C20% mais pour lequel sont ajoutés des graines de nigelle.

Quelques analyses phytochimiques et une étude de l'activité antioxydante ont été effectuées pour les graines de nigelle utilisées. Les résultats obtenus confirment que ces graines sont assez riches en composés phénoliques et ont une activité antioxydante assez importante, ce qui pourra enrichir d'avantage notre fromage. Ainsi que à l'amélioration des caractéristiques organoleptiques essentiellement l'arôme.

Les résultats des analyses physico-chimiques des fromages élaborés montrent qu'ils sont une bonne source de protéines (35 à 37%), assez riches en matière grasse (13 à 15%), ne sont pas riches en sucre (0,8%). Par contre une teneur assez élevée (4,4 à 5,2%) en sel.

Les résultats des analyses microbiologiques montrent que ces fromages ont une bonne qualité microbiologique, ce qui les rend propres à la consommation.

Les résultats de l'évaluation sensorielle, montrent que le fromage N assaisonné de graines de nigelle est plus apprécié, suite à son arôme. Le fromage V à base uniquement de lait de vache est le moins apprécié car ses caractéristiques sont moins intenses comparant aux autres fromages.

En perspectives certains points restent à approfondir, il serait donc intéressant de compléter cette étude par :

- la réalisation d'autres analyses physico-chimiques tel que le dosage du calcium et des vitamines .
- Il est également souhaitable d'étudier la stabilité des fromages préparés pendant la DLC.
- La réalisation d'une application à l'échelle industrielle pour apporter ce nouveau produit sur le marché Algérien.



### -A-

- ✚ **Addinsoft, (2013).** XLSTAT, Analyse de données et statistique avec Mx Excel. Addinsoft, NY, USA.
- ✚ **Al-Ghamdi M. (2001).** The anti-inflammatory, analgesic and antipyretic activity of *Nigella sativa*. *Journal Ethnopharmacol*, 76 (1): 45-48.
- ✚ **Al-Jassir S. (1992).** Chemical composition and microflora of black cumin (*Nigella sativa* L.) seeds growing in Sausi Arabia. *Food Chemistry*, 45: 239-242.
- ✚ **Anonyme 1:** <http://stltheza.e-monsite.com/pages/archives/dosage-bertrand.html#I69XZotl4G90EqSE.99>
- ✚ **Anonyme2:** <https://www.google.dz/search?q=soxhlet&oq=soxhlet&aqs=chrome..69i57j0l5.15385j0j7&sourceid=chrome&ie=UTF-8>
- ✚ **Anonyme3:** <https://www.google.dz/search?q=mohr&oq=mohr&aqs=chrome..69i57j0l5.35810j0j9&sourceid=chrome&ie=UTF-8>
- ✚ **Atoui, A. K., A. Mansouri, G. Boskou and P. Kefalas, 2005:** Tea and herbal infusions: their antioxidant activity and phenolic profile. *Food Chemistry*, **89**, 27-36.
- ✚ **Atta, M.B. (2003).** Some characteristic of nigella (*nigella sativa* L).seed cultivated in Egypt and I its lipid profile. *Food chemistry*, (38):63-68.

### -B-

- ✚ **Beloued A.K. (2001).** Nigelle cultivée. En « Plantes médicinales d'Algérie ». Edition Office de Publications Universitaires (OPU), Alger : 144-145.
- ✚ **Blois M.S. 1958.** Antioxydant determinations by the use of a stable free radical. *Nature* 181:1199-1200.
- ✚ **Bourgou, S., R. Ksouri, A. Bellila, I. Skandrani, H. Falleh and B. Marzouk, 2008:** Phenolic composition and biological activities of Tunisian *Nigella sativa* L. shoots and roots. *Comptes Rendus Biologies*, **331**, 48-55

### -C-

- ✚ **Carole L. Vignola, (2002).** science et technologie du lait : transformation du lait. Presses internationales polytechnique. Canada. 349p

### -D-

- ✚ **Delaveau P., 1987.** Les épices, description et usage des différents épices, aromates et condiments ; Ed Albin Michel, pp.14, 24 et 250.
- ✚ **Djahra Ali Boutlelis (2014).** Etude phytochimique et activité antimicrobienne, antioxydants, antihépatotoxique du marrube blanc ou *Mrrubium vulgare* L. Thèse de doctorat de biologie végétale. Université Badji mokhtar -ANNABA. Algérie, 15p.

### -E-

- ✚ **Eck Andre, (1987).** Le fromage, Lavoisier, 2eme édition, Paris. P. 529.
- ✚ **Eck et Gillis JC, (2006).** Le fromage, Lavoisier, 3eme édition, Paris. P.874.
- ✚ **Endale, S., M. Eshetu, Z. Yilma and B. Kassa, 2016:** Strength and Keeping Quality of Abomasum Rennet and its Influence on Yield and Quality of Halloumi Cheese made from Cow Milk. *East African Journal of Sciences*, **10**, 41-48.
- ✚ **Everitt B.S, Landau S, Leese M, (2001).** Cluster analysis, 4ème Ed. Arnold, London, p. 35- 42.

### -G-

- ✚ **Garanti Z (2016).**Marketing Hellim/Halloumi Cheese: A Comparative study of northern and southern cyprus. In Proceedings of the Economic Science for Rural Development Conference Proceedings, pp. 134-142.
- ✚ **Ghadeer F. Mehyar , Anas A. Al Nabulsi, Mohammed Saleh, Amin N. Olaimat, Richard A. Holley, (2017).**Effects of chitosan coating containing lysozyme or natamycin on shelf-life, microbial quality, and sensory properties of Halloumi cheese brined in normal and reduced salt solutions. *Journal of Food Processing and Preservation*. P 1-9.
- ✚ **Gilani A.U., Jabeen Q. et Khan M.A.U. (2004).** A Review of Medicinal Uses and Pharmacological Activities of *Nigella sativa*. *Pakistan Journal of Biological Sciences*, **7** (4): 441-451.
- ✚ **Guinard, J.L. (2001).** In <<*Botanique systématique moléculaire*>>. 12ème Edition Masson, paris, p304.

### -H-

- ✚ **Huang, D., B. Ou and R. L. Prior, 2005:** The chemistry behind antioxidant capacity assays. *Journal of agricultural and food chemistry*, **53**, 1841-1856.
- ✚ **HUSSON F LÊ S et PAGÈS J, (2009).** SensoMineR dans Evaluation sensorielle – Manuel méthodologique, 3ème éd. Lavoisier, vol. 23, p. 16.

### -I-

- ✚ **Iserin P.(1997).** *Nigella sativa*. In « Encyclopédie des plantes médicinales. Identification, préparations, soins ».Edition Larousse, Paris : 237.
- ✚ **ISO 6785. (1990).** Microbiologie des aliments, Méthode horizontale pour le dénombrement des staphylocoques à coagulase positive (*Staphylococcus aureus* et autres espèces), Partie 1 : technique utilisant le milieu gélosé de Baird-Parker.

### -J-

- ✚ **Javorková, V., J. Václavík, R. Kubínová and J. Muselík, 2011:** Comparison of antioxidant activity and polyphenolic content in different extracts of *Nigella sativa*, *Nigella orientalis* and *Nigella damascena*. *Scientific journal for phytotechnics and zootechnics*.
- ✚ **Jean-Paul, P. B., (1987).** La Nigelle, une panacée peu connue en Occident. Université de Bourgogne.
- ✚ **Jolliffe I.T, (2002).** Principal Component Analysis, 2 Ed. Springer, New York, p. 13-18.
- ✚ **J.O.R.A,(2004)** Journal officiel de la république algérienne n° 70 (du 7 novembre 2004 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires).
- ✚ **J.O.R.A,(2004)** Journal officiel de la république algérienne n° 72 (du 13 décembre 2017 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires).

### -K-

- ✚ **Kaminarides, S., P. Stamou and T. Massouras, 2007:** Changes of organic acids, volatile aroma compounds and sensory characteristics of Halloumi cheese kept in brine. *Food Chemistry*, **100**, 219-225.
- ✚ **Kaminarides, S., I. Litos, T. Massouras and A. Georgala, 2015:** The effect of cooking time on curd composition and textural properties of sheep Halloumi cheese. *Small ruminant research*, **125**, 106-114.
- ✚ **Kamleh, R., A. Olabi, I. Toufeili, N. Najm, T. Younis and R. Ajib, 2012:** The effect of substitution of sodium chloride with potassium chloride on the physicochemical, microbiological, and sensory properties of Halloumi cheese. *Journal of dairy science*, **95**, 1140-1151.
- ✚ **Khan M.A.(1999).** Chemical composition and medicinals properties on *Nigella sativa* Linn. *Inflammopharmacology*, **7** (1): 15-35.
  
- ✚ **Kjeldahl J, (1883).** A new method for the determination of nitrogen in organic matter. *Z. Anal. Chem*, **22**(1), 366-382.
- ✚ **Kokoska L. (2011).** Chemistry and Biological Activity of Nigella Genus : The antimicrobial and anti-inflammatory effects of seed extracts, essential oils and compounds of six Nigella spicies. Edition : LAP LAMBERT Academic publishing GmbH & Co.KG. U.S.A. pp 1.

### -L-

- ✚ **Lagha-Benamrouche, S. and K. Madani, (2013):** Phenolic contents and antioxidant activity of orange varieties (*Citrus sinensis* L. and *Citrus aurantium* L.) cultivated in Algeria: peels and leaves. *Industrial Crops and Products*, **50**, 723-730.
- ✚ **Lecoq R, (1965).** Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles. Ed. Doin, Deren et Cie, pp 241-251
- ✚ **Lien, E. J., S. Ren, H.-H. Bui and R. Wang, (1999):** Quantitative structure-activity relationship analysis of phenolic antioxidants. *Free Radical Biology and Medicine*, **26**, 285-294.
- ✚ **LUQUET F, (1990).** Laits et produits laitiers vache brebis chèvre : les produits laitierstransformation et technologies. Ed 2 tec & doc-Lavoisier.100p.

### -M-

- ✚ **Mahmoudi Y. (1988).** Nigelle. En « La thérapeutique par les plantes les plus communes en Algérie ». Edition Palais du livre Blida: 117.
- ✚ **Mahmoudi Y. (1990).** La graine noire. In « Les plantes médicinales dans le Jardin prophétique ». Edition Palais du livre, Blida, Algérie: 159-165.
- ✚ **Majdi A, (2009).** Séminaire sur les fromages AOP ET IGP, chap 03 :Les aspects techniques de fabrication du fromage.
- ✚ **Mariod, A. A., R. M. Ibrahim, M. Ismail and N. Ismail, (2009):** Antioxidant activity and phenolic content of phenolic rich fractions obtained from black cumin (*Nigella sativa*) seedcake. *Food Chemistry*, **116**, 306-312.
- ✚ **Meziti, A., H. Meziti, K. Boudiaf, B. Mustapha and H. Bouriche, (2012):** Polyphenolic profile and antioxidant activities of *Nigella sativa* seed extracts in vitro and in vivo. *World Academy of Science, Engineering and Technology*, **64**, 24-32.

### -N-

- ✚ **Nergiz C., Otles S. (1993).** Chemical composition of nigella (*Nigella sativa* L) seed cultivated in Egypt and its lipid profile. *Food Chemistry*. 83: 63-68.
- ✚ **Norme Algérienne n°1210**

### -O-

- ✚ **Owen P.L. And Johns T. 1999.** Xanthine oxidase inhibitory of northea stern north American plant remedies used for gout. *Journal of Ethnopharmacology*, 64: 149-160.

### -P-

- ✚ **Palese R. et Aexmoun D. (1990).** Renonculacées: Isopyrum, Garidella, Nigella. In « La grande flore en couleurs de Gaston Bonnier ». Edition Belin, Paris, 4: 23-24.
- ✚ **Papademas, P. and R. K. Robinson, (1998):** Halloumi cheese: the product and its characteristics. *International journal of dairy technology*, 51, 98-103.

- + **Pinelo, M., M. Rubilar, M. Jerez, J. Sineiro and M. J. Núñez,( 2005):** Effect of solvent, temperature, and solvent-to-solid ratio on the total phenolic content and antiradical activity of extracts from different components of grape pomace. *Journal of agricultural and food chemistry*, **53**, 2111-2117.
- + **Pooter, H. and N. Schamp, (1986):** Comparaison of the volatils composition of some *Calamintha satureja* species. *Progress in essential oil research*. Ed. *EJ. Brunk, Walter De Gruyter, Berlin*, 139-150.

### -R-

- + **Rapisarda, P., A. Tomaino, R. Lo Cascio, F. Bonina, A. De Pasquale and A. Saija, (1999):** Antioxidant effectiveness as influenced by phenolic content of fresh orange juices. *Journal of agricultural and food chemistry*, **47**, 4718-4723.
- + **Re R., Pellegrini N., Rroteggente A., Pannala A., Yang M., et Riz-Rice-Evans C., (1999).**" activité antioxydante appliquant une analyse améliorée de décoloration de cation radical d'ABTS", *radical libre bio. Med.*, **26**, 123 1-37.
- + **Recio, I., M. Garcia-Risco, L. Amigo, E. Molina, M. Ramos and P. Martin-Alvarez, (2004):** Detection of milk mixtures in Halloumi cheese. *Journal of dairy science*, **87**, 1595-1600.
- + **Riberau-Gayon P.(1968).** Propriétés chimique des phénols. In « les composés phénoliques des végétaux ». Ed Dunod, Paris.
- + **Robinson, R., (1991):** Halloumi cheese—The product and its manufacture. *Feta and Related Cheeses*, 144-158.
- + **Roger V, (1979).** Technologie du lait: constitution, récolte, traitement et transformation du lait. La maison rustique, 3e édition. Paris. 428p.

### -S-

- + **Sanchez-moreno, C. (2002).** Methode used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. *International Journal of Food Science and Technologie*.**8**:121- 137.
- + **Scehovic J (1990).** Tannins et autres polymères phénoliques dans les plantes de prairies : détermination de leur teneur et de leur activité biologique. *Revue Suisse agric.* **22(3)** :179-184.

- ✚ Singleton V.L. et Rossi J.A.J. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphor molybdic-phosphotungstic acid reagents. *Am. J. Enol. Vitic.* 16: 144-158.
- ✚ Singleton V.L., Orthofer R., Lamuela-Raventós R.M., (1999). *Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent.* Methods in Enzymology. Orlando Academic Press: 152-178.

### -T-

- ✚ Talbi H, Boumaza A, El-mostafa K , Talbi J , Hilali A. (2015). Evaluation de l'activité antioxydante et la compositions physico-chimique des extraits méthanoliques et aqueux de la *Nigella sativa* L. *Mater. Environ. Sci.* 6 (4): 1111-1117.
- ✚ Teuscher E., Anton R., Labstein A., (2005). **Plantes aromatiques : épices, aromates, condiments et huiles essentielles** , Ed, Lavoisier, Paris.522p.
- ✚ Théodoulou Sozos-Christos,(2016) . Halloumi : la propriété intellectuelle du fromage emblématique de Chypre. *Revue Francophone de la Propriété Intellectuelle*, n° 3.p 101-108.
- ✚ Tomás-Barberán, F. A. and J. C. Espin, ( 2001): Phenolic compounds and related enzymes as determinants of quality in fruits and vegetables. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **81**, 853-876.
- ✚ Tuter M., Secundo F., Riva S., Aksoy A. et Ustun G. (2003). Investigation of substrate selectivity of *Nigella sativa* L.seed lipase(s). *J.Am. Oil chem. Soc.*80:43-48.

### -V-

- ✚ Vanttelmont J. (1986). *Compendium et phytothérapie.* Edition Service Scientifique de l'APB: 263.
- ✚ Volak J. et Stodola J. (1983). Nigelle cultivée. en « Plantes médicinales, 256 illustrations en couleurs ». Edition Grund. Paris: 205.

### -Z-

- ✚ Zohary, M. (1983). The genus *nigella* (ranunculaceae)-a taxonomic revision *.plantsystematic and +evolution* 142, 71-107.

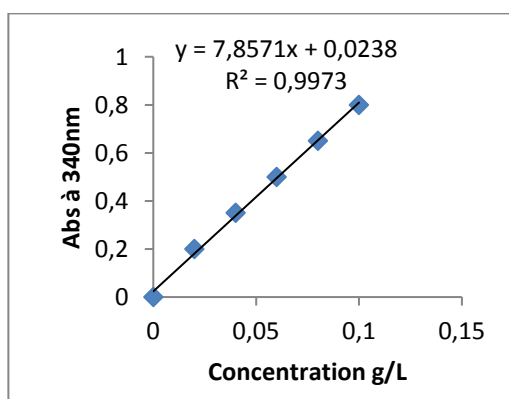




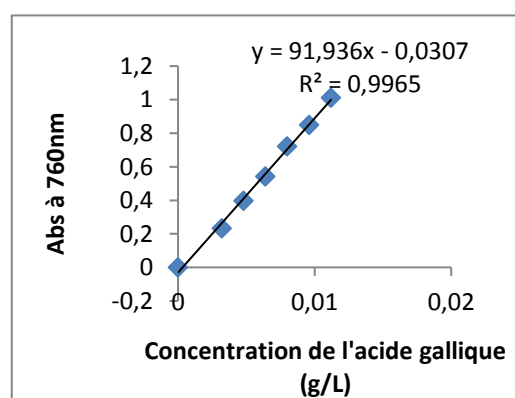
## Annexes I :

Tableau I : Equipements, verreries et produits chimiques

Equipement et verreries	Produits chimiques et milieux de cultures
Balance analytique (RADWAG), agitateurs électromagnétique (VELP), bain marie , tamis (1mm), broyeur électrique (KIKA-WERK), centrifugeuse (SIGMA), Réfrigérateur , pH-mètre (HANNA), spectrophotomètre (SHIMADZU), laine de verre, Micropipettes (100µl, 200µl-1000µl), Ependorffs (1ml) ,Eprovettes, barreaux magnétique, entonnoir, erlenmeyers, béchers, tubes à essais, Cuve en verre ,SOXHLET.	Solvants organique : méthanol, eau distillée -Réactif Folin-Ciocalteu -Carbonate de sodium( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 29 % -trichlorure d'Aluminium( $\text{AlCl}_3$ ) -Acide gallique -Quercétine -DPPH -ABTS -Ferrocyanure de $\text{k}^+$ 15% -Acétate de zinc 30% -HCl 83g /L - $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Liquueur de Fehling A -Liquueur de Fehling B -HCl6N -éther de pétrole -Chromate de $\text{k}^+$ 5% - $\text{AgNO}_3$ 0,1 N -Gélose Baird Parker -VRBL -OGA -PCA

Annexe II :  
Courbes d'étalonnage

a. courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes



b. courbe d'étalonnage pour dosage des polyphénols.

## Annexe III

## Données de l'analyse sensorielle

## Annexe III.1 :

## Questionnaire d'Analyse Sensorielle du Fromage Halloumi 2

Nom et prénom :.....

Date :.....

Sexe : masculin ou féminin

Age :.....

Poste :.....

Quatre échantillons de fromage Halloumi cuits vous sont présentés, il vous est demandé d'évaluer différentes caractéristiques et attribuer une note pour chaque échantillon selon votre appréciation.

**NB** : Veuillez rincer la bouche après chaque dégustation d'échantillon.

## 1-Couleur :

1. Pas intense
2. Peu intense
3. Moyennement intense
4. Fortement intense
5. Très fortement intense

Echantillon 101	Echantillon 302	Echantillon 503	Echantillon 704

## 2-Odeur : (sans gouter le fromage)

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

Echantillon 101	Echantillon 302	Echantillon 503	Echantillon 704

### 3-Salinité :

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

Echantillon 101	Echantillon 302	Echantillon 503	Echantillon 704

### 4-Intensité de l'arome : (après avoir goûté le fromage)

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

Echantillon 101	Echantillon 302	Echantillon 503	Echantillon 704

### 5-Tendreté :

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

Echantillon 101	Echantillon 302	Echantillon 503	Echantillon 704

### 6-Dureté :

1. Absente
2. Faible
3. Moyenne
4. Forte

5. Très forte

Echantillon 101	Echantillon 302	Echantillon 503	Echantillon 704

### 7-Elasticité :

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

Echantillon 101	Echantillon 302	Echantillon 503	Echantillon 704

### 8-Préférence :

Attribuer une note de 1 à 9 pour chaque échantillon selon votre préférence, sachant que 1 correspond au moins préféré et 9 au plus préféré, comme présenté dans l'échelle ci-dessous :

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

Echantillon 101	Echantillon 302	Echantillon 503	Echantillon 704

### Questionnaire d'Analyse hédonique du Fromage Halloumi 3

Quatre échantillons de fromage Halloumi cuits vous sont présentés, il vous est demandé de les déguster et attribuer une note de 1 à 9 pour chaque échantillon selon votre préférence, sachant que 1 correspond au moins préféré et 9 au plus préféré, comme présenté dans l'échelle ci-dessous :

1 : Extrêmement désagréable

2 : Très désagréable

3 : Assez désagréable

4 : Désagréable

5 : Ni agréable ni désagréable

6 : Assez agréable

7 : Agréable

8 : Très agréable

9 : Extrêmement agréable

<b>Echantillon 101</b>	<b>Echantillon 302</b>	<b>Echantillon 503</b>	<b>Echantillon 704</b>

**Merci pour votre participation**

## Annexes III.2 :

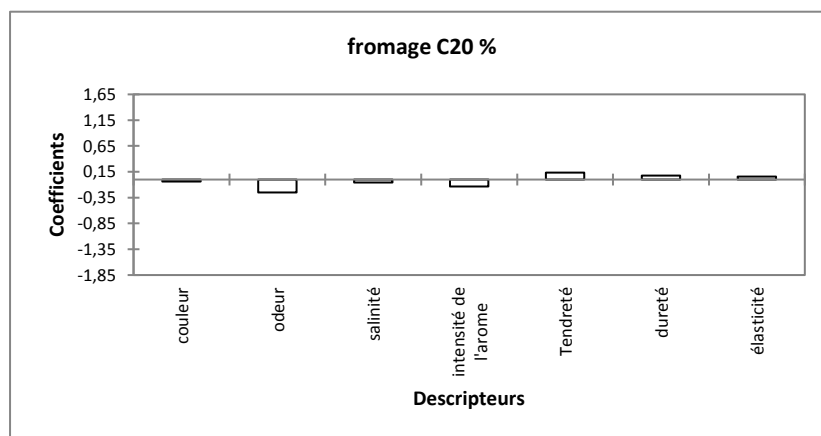


Figure 1: Coefficient des modèles du fromage c20 %.

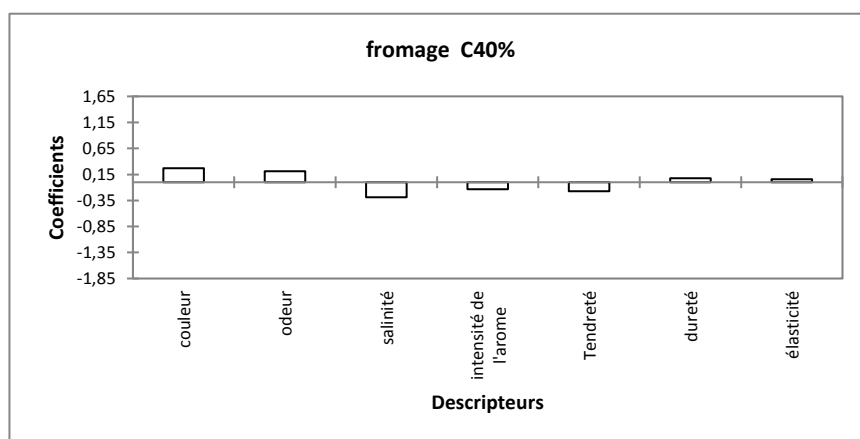


Figure 2: Coefficient des modèles du fromage c40 %.

## Résumé

Le présent travail a été entrepris dans le but d'élaborer le fromage Halloumi qui est un fromage demi dur à pâte cuite, sa caractéristique spécifique c'est qu'il ne fond pas au cours de cuisson. C'est le fromage traditionnel de Chypre, il est fabriqué également en Liban, Série, Türkiye mais n'est pas connu au niveau de la région méditerranéenne.

Quatre types de fromage Halloumi ont été préparés : **Fromage V** à base de lait de vache uniquement, **Fromage C20%** à 20% de lait de chèvre, **fromage C40%** à 40% de lait de chèvre et enfin le **fromage N** à 20% de lait de chèvre, assaisonné de graines de nigelle.

Des analyses phytochimiques ont été effectuées sur les graines de nigelle, les résultats obtenus confirment que ces graines sont assez riches en composés phénoliques et ont une activité antioxydante assez importante, ce qui pourra enrichir notre fromage. Ainsi que à l'amélioration des caractéristiques organoleptiques du fromage essentiellement l'arôme.

Les résultats des analyses physico-chimiques des fromages élaborés montrent qu'ils sont une bonne source de protéines (35 à 39%), assez riches en matière grasse (13 à 15%), ne sont pas riches en sucre (0,8%). Par contre une teneur assez élevée (4,4 à 5,2%) en sel.

Les résultats des analyses microbiologiques montrent que ses fromages ont une bonne qualité microbiologique. Les résultats de l'évaluation sensorielle, montrent que le fromage N assaisonné de graines de nigelle est plus apprécié, suite à son arôme. Le fromage V à base uniquement de lait de vache est le moins apprécié car ses caractéristiques sont moins intenses comparant aux autres fromages.

**Mots clés :** Fromage Halloumi, *Nigella Sativa* L., activité antioxydante, Analyse microbiologiques, analyse physico-chimiques, évaluation sensorielle.

## Abstract

The present work was undertaken with the aim of elaborating the Halloumi cheese which is a semi hard cheese with cooked pasta, its specific characteristic is that it does not melt during cooking. It is the traditional cheese of Cyprus, it is also made in Lebanon, Series, and Türkiye but is not known at the Mediterranean region.

Four types of Halloumi cheese were prepared: Cheese made from cow's milk only, Cheese C20% with 20% goat's milk, cheese C40% with 40% goat's milk and finally cheese N with 20% goat's milk, seasoned with seeds of Nigella.

Photochemical analyzes have been carried out on the seeds of Nigella, the results confirm that these seeds are quite rich in phenolic compounds and have a significant antioxidant activity, which can enrich our cheese. As well as improving the organoleptics characteristics of the cheese essentially the aroma.

Results of the physico-chemical analyzes of the processed cheeses show that they are a good source of protein (35 to 39%), fairly rich in fat (13 to 15%), are not rich in sugar (0.8%). On the other hand a rather high content (4.4 to 5.2%) in salt.

Results of the microbiological analyze show that its cheeses have a good microbiological quality. The results of the sensory evaluation show that the cheese N seasoned with Nigella seeds is more appreciated, following its aroma. The cheese V based only cow's milk is the least appreciated because its characteristics are less intense compared to other cheeses.

**Key words:** Halloumi cheese, *Nigella Sativa* L., antioxidant activity, microbiological analysis, physico-chemical analysis, sensory evaluation.





# Introduction

---

# I. Généralités sur le I. Généralités sur le fromage

---

# II. Généralités sur la nigelle

---

# III. Matériel et méthodes

---

# IV. Résultats et discussions

---

# Conclusion

---

Références  
**Références**

bibliographie  
**bibliographie**

---

# Annexes

---