

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*  
Université A. MIRA - Béjaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département de science alimentaire  
Spécialité : production et transformation laitière



Réf :.....

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

**MASTER**

*Thème*

**Procédé de fabrication d'un fromage à pâte  
semi-dure**

Présenté par :

**BEDJOU Hachemi & BOUGACI Mehdi**

Soutenu le : **29 septembre 2021**

Devant le jury composé de :

M. TAMENDJARI Abderezak

Mme. SMAIL Leila

Mme. GUERFI Fatiha

Professeur

MCA

MAA

Président

Encadreur

Examineur

**Année universitaire : 2020 / 2021**

# REMERCIEMENT

Tout d'abord, nous tenons à remercier Allah qui nous a guidé pour mener à terme notre travail dans cette période très difficile de la pandémie coronavirus (covid-19) qui a laissé un goût amer à nous tous.

Nous tenons également à remercier M. TAMENDJARI Abderezak d'avoir accepté de présider le jury de ce mémoire.

Nous remercions de même Mme. GUERFI Fatiha d'avoir accepté de faire l'honneur de juger ce modeste travail.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à notre encadreur Mme. Smail Leila qui nous a bien guidé avec ses précieux conseils et ses critiques durant toute la période du travail.

Nous tenons à remercier tous les responsables de département de biologie et nos chers enseignants.

Un grand merci surtout à notre ingénieur de laboratoire " Mme. IMADALOU " qui nous a ouvert les portes pour continuer notre travail dans une ambiance très favorable.

Enfin, merci à toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

# DÉDICACES

Je dédie ce modeste travail tout d'abord à ceux qui m'ont donné la vie, qui ont été mon ombre durant toutes les années de mes études, qui m'ont encouragé et qui m'ont aidé et protégé  
À ♥ **mon cher père** et **ma chère mère** ♥ Qu'Allah vous garde et vous protège.

À mes chers frères et à mes adorables sœurs surtout ma gonzesse **Meryem**, je vous aime ♥

À toute ma grande famille : **mes grands-pères** et **grands-mères**, mes **oncles**, mes **tantes**, mes **cousins** et mes **cousines**.  
À mes compagnons et tous mes camarades, je vous souhaite tout le bonheur que vous méritez ♥

À tous **mes chères** et **proches amies**, qu'Allah vous donne tout le bonheur ♥

À tous mes collègues de la promotion 2021  
En particulier à celle qui m'est chère, ma joie, ma vie et ma moitié ♥ **MINA** ♥

Enfin à tous ceux qui m'aiment, À tous ceux que j'aime ...Je vous dédie ce travail ♥



# DÉDICACES

*Je remercie tout d'abord le bon « Dieu » le tout puissant qui m'a  
donné la volonté, la force et le courage pour réaliser ce modeste  
travail.*

*C'est avec profonde gratitude et sincères mots, que je dédie ce  
modeste travail à mes « chers parents » ; qui ont sacrifié leur vie  
pour ma réussite et qui m'ont éclairé le chemin par leurs conseils  
judicieux*

*Nchallah je serai à la hauteur de vos sacrifices.*

*A ma très chère sœur « Lamis ».*

*A mon frère « Soltane ».*

*A toute la famille « BOUGACI et BAAHMED »*

*À mon binôme « Hichem » Je te remercie pour ta compréhension, tes  
encouragements et conseil.*

*À notre promotrice « Mme SMAIL »*

*À toute l'équipe du laboratoire*

*À tous mes amis.*

*À toutes les personnes qui m'ont donné de l'aide de près ou de loin.*

**« MEHDI »**

# Sommaire

## Liste des abréviations

## Liste des figures

## Liste des tableaux

<b>Introduction.....</b>	<b>01</b>
--------------------------	-----------

## **Chapitre I: partie bibliographies**

<b>I.1. Le lait.....</b>	<b>02</b>
I.1.1. Définition.....	02
I.1.2. Composition du lait .....	02
I.1.3. Propriétés physico-chimiques et microbiologiques du lait.....	03
I.1.3.1. Propriétés physico-chimiques .....	03
I.1.3.2. Propriétés microbiologiques.....	03
I.1.4. La conservation du lait.....	04
<b>I.2. Le fromage .....</b>	<b>05</b>
I.2.1. Définition .....	05
I.2.2. Principale étapes de la fabrication des fromages .....	05
I.2.3. composition nutritionnelle du fromage .....	07
I.2.4. Classification des fromages.....	08
<b>I.3. Fromage <i>Halloumi</i>.....</b>	<b>09</b>
I.3.1. Historique .....	09
I.3.2. Définition .....	09
I.3.3. Compositions et valeurs nutritionnelles .....	10
I.3.4. Etapes de fabrication du fromage <i>Halloumi</i> .....	10
I.3.5. Utilisation culinaire .....	12
<b>I.4. Généralistes sur la nigelle .....</b>	<b>12</b>
I.4.1. Description botanique et classification .....	12

I.4.2. Composition chimique et biochimique des nigelles .....	13
I.4.3. Activité biologique et utilisation culinaire de la nigelle .....	14

## **Chapitre III. Résultats et discussion**

<b>III.1. Résultats du rendement fromagère.....</b>	<b>31</b>
<b>III.2. Résultats du plan de mélange.....</b>	<b>31</b>
III.2.1. Résultats du mélange.....	32
III.2.2. Résultats des analyses sensorielles du plan de mélange .....	33
III.2.2.1. Caractérisation des produits du plan .....	33
III.2.2.2. Cartographie des préférences du plan de mélange .....	34
III.2.3. Plan d'expérience.....	34
III.2.3.1. Modèle globale et manque d'ajustement .....	34
III.2.3.2. Effets des facteurs .....	35
III.2.3.3. Optimisation de la formulation .....	36
<b>III.3. Résultat de l'analyse physico-chimique .....</b>	<b>36</b>
III.3.1. Taux d'humidité .....	37
III.3.2. Protéines .....	37
III.3.3. Matière grasse .....	37
III.3.4. Chlorures .....	38
<b>III.4. Résultat de l'analyse microbiologique .....</b>	<b>38</b>
<b>III.5. Résultats de l'analyse phytochimique .....</b>	<b>39</b>
III.5.1. Résultat des extraits nigelle .....	39
III.5.1.1. Séchage et test d'humidité.....	39
III.5.1.2. Rendements d'extraction .....	40
III.5.2. Dosage des composées phénoliques des extraits nigelle .....	41
III.5.2.1. Teneurs en polyphénols totaux des extraits nigelle.....	42

III.5.2.2. Teneurs en flavonoïdes des extraits nigelle .....	42
III.5.3. Résultats de l'activité antioxydante des extraits nigelle .....	43
III.5.3.1. Evaluation de l'activité anti radicalaire (DPPH°) des extraits nigelle .....	45
III.5.4. Dosage des composées phénoliques des extraits du fromage.....	44
III.5.4.1. Teneurs en polyphénols totaux des extraits des fromages.....	45
III.5.4.2. Teneurs en flavonoïdes des extraits des fromages.....	45
III.5.5. Résultats de l'activité antioxydante des extraits de fromage.....	45
III.5.5.1. L'évaluation de l'activité anti radicalaire (DPPH°) des extraits des fromages.....	45
<b>III.6. Résultats de l'évaluation sensorielle.....</b>	<b>46</b>
III.6.1. Caractérisation produit.....	46
III.6.1.1. Pouvoir discriminant par descripteur.....	46
III.6.1.2. Coefficients des modèles.....	47
III.6.1.3. Moyennes ajustées par produit.....	48
III.6.2. Cartographie des préférences (préférence <b>MAPING PREFMAP</b> ).....	48
III.6.2.1. Analyse en composantes principale.....	49
III.6.2.2. Classification ascendante hiérarchique (CAH).....	50
III.6.2.3. Courbes de niveau et cartes des préférences <b>PREFMAP</b> .....	51

## **Conclusion**

## **Annexes**

## **Références bibliographiques**

## **Résumé**



# Liste des abréviations

- **ACP**: Analyse en composantes principales
- **AG**: Acide gallique
- **CAH**: Classification ascendante hiérarchique
- **ES**: Extrait sec
- **EST**: Extrait sec total
- **JMP**: John's Macintosh Project
- **J.O.R.A**: Journal officiel de la république algérienne
- **Met<sub>106</sub>**: Méthionine<sub>106</sub>
- **MG**: Matière grasse
- **MS**: Matière sèche
- **ND**: *Nigella damascena*
- **NS**: *Nigella sativa*
- **OGA**: Oxytetracycline-glucose-yeast extract agar
- **PCA**: Plate count agar
- **Phe<sub>105</sub>**: Phénylalanine<sub>105</sub>
- **PREFMAP**: Préférence MAPING
- **UHT**: Ultra haute température
- **VRBL**: Gélose lactosée biliée au cristal violet et au rouge neutre

# Liste des figures

<b>Figure N°1</b> : Les différents types de la coagulation des laits.....	06
<b>Figure N°2</b> : Classification des différents types de fromage.....	08
<b>Figure N°3</b> : Diagramme de fabrication du fromage <i>Halloumi</i> .....	11
<b>Figure N°4</b> : Différentes utilisations culinaires du fromage <i>halloumi</i> .....	12
<b>Figure N°5</b> : Photographie de <i>Nigella sativa</i> .....	13
<b>Figure N°6</b> : Photographie de <i>Nigella damascena</i> .....	13
<b>Figure N°7</b> : Quelques exemples produits à base de Nigelle.....	14
<b>Figure N°8</b> : Photographies des graines et poudre de <i>Nigella sativa</i> L après broyage et tamisage.....	15
<b>Figure N°9</b> : Les étapes suivies pendant l'extraction de la nigella.....	16
<b>Figure N°10</b> : Photographie d'Emprésurage.....	19
<b>Figure N°11</b> : Photographie découpage de coagulum.....	20
<b>Figure N°12</b> : Photographie filtration et égouttage du caillé.....	20
<b>Figure N°13</b> : Photographie pressage et moulage du caillé.....	20
<b>Figure N°14</b> : Photographie Cuisson des morceaux de fromage dans le lactosérum.....	21
<b>Figure N°15</b> : Photographie Salage à sec et assaisonnement des morceaux de fromage.....	21
<b>Figure N°16</b> : Photographie Stockage du fromage en saumure.....	22
<b>Figure N°17</b> : Protocol de dosage des phénols totaux dans les différents extraits prepare.....	27
<b>Figure N°18</b> : Protocol de dosage des flavonoïdes .....	28
<b>Figure N°19</b> : Protocol du test de DPPH°.....	29
<b>Figure N°20</b> : Photographie présentation des échantillons du fromage dans la cabine de dégustation.....	30
<b>Figure N° 21</b> : Caractérisation des mélanges du fromage .....	38
<b>Figure N° 22</b> : Cartographie des préférences du plan de mélange.....	38
<b>Figure N° 23</b> : Profil de prediction de la formulation du fromage <i>Halloumi</i> .....	39

<b>Figure N° 24</b> : Pourcentage d'inhibition du DPPH° en presence de l'extrait ND.....	40
<b>Figure N° 25</b> : Pourcentage d'inhibition du DPPH° en presence de l'extrait NS .....	41
<b>Figure N° 26</b> : Pourcentage d'inhibition comparative du DPPH° des différents types du fromage .....	43
<b>Figure N° 27</b> : Pouvoir discriminant par descripteur.....	44
<b>Figure N° 28</b> : Coefficient des modèles des fromage 401 et 404.....	45
<b>Figure N° 29</b> : Corrélation entre variables/facteurs.....	49
<b>Figure N° 30</b> : Profil des classes créées.....	50
<b>Figure N° 31</b> : Courbe de niveau et carte des préférences.....	51

# Liste des tableaux

<b>Tableau I</b> : Composition moyenne du lait de différentes espèces animaux.....	02
<b>Tableau II</b> : propriétés physico-chimique du lait de différentes espèces.....	03
<b>Tableau III</b> : Composition nutritionnelle moyennes des principaux fromages.....	07
<b>Tableau IV</b> : Valeurs nutritionnelles moyennes pour 100g du fromage <i>halloumi</i> .....	10
<b>Tableau V</b> : Classification des nigelles.....	13
<b>Tableau VI</b> : Les quatre types de fromage préparés .....	18
<b>Tableau VII</b> : Plan d'expérience pour la préparation du fromage <i>haloumi</i> .....	27
<b>Tableau VIII</b> : Dénombrement et recherche des bactéries dans le fromage .....	31
<b>Tableau IX</b> : Rendement de différents types de fromage préparé.....	33
<b>Tableau X</b> : Les différentes caractéristiques des fromages préparés .....	35
<b>Tableau XI</b> : Moyennes ajustées par produit du plan de mélange.....	36
<b>Tableau XII</b> : Estimation des coefficients de préférence.....	41
<b>Tableau XIII</b> : Estimation des coefficients du rendement.....	37
<b>Tableau XIV</b> : Solution préparé par le logiciel JMP.....	38
<b>Tableau XV</b> : Résultats des analyses physico-chimiques des fromages préparés.....	39
<b>Tableau XVI</b> : Résultats de l'analyse microbiologique.....	41
<b>Tableau XVII</b> : Teneur en polyphénols totaux et en flavonoïdes des graines de nigelle.....	42
<b>Tableau XVIII</b> : Teneur en polyphénols totaux et en flavonoïdes des extraits de fromage.....	44
<b>Tableau XIX</b> : Moyennes ajustées par produit.....	48

# **Introduction**

### **Introduction**

Le lait est la matière première de nombreux produits alimentaires qui a une place stratégique dans l'alimentation de l'homme, il représente un milieu biologique fortement altérable par la voie microbienne en raison de sa forte teneur en eau, de son pH voisin de la neutralité et de sa richesse en composants biodégradables (lactose, protéines et lipides) [2].

Le fromage est l'un des premiers moyens de conservation du lait qui a toujours été une valeur sûre de l'alimentation humaine, car il constitue une source précieuse de protéines. Différents fromages traditionnels existent, depuis l'antiquité, dans les pays méditerranéens, beaucoup d'entre eux sont limités et ne sont consommés que localement, d'autres ont dépassé les limites de leurs localités et villages et même, de loin, celles de leur pays d'origine [1].

Parmi ces fromages, nous trouvons le fromage *Halloumi* d'origine chypre, qui fait partie des fromages à pâte semi dure, il passe par plusieurs étapes de fabrications dont chacune est dépendante de l'étape qui la précède, ses caractéristiques sont déterminées par un grand nombre de facteurs liés à la nature et à l'état du lait et des ingrédients de fabrication.

En outre, de nombreux travaux scientifiques ont montré que l'utilisation des plantes fournit des vitamines et des minéraux essentiels, bénéfiques pour la santé humaine, compte tenu de leur richesse en molécules bioactives jouant un rôle dans la prévention des maladies chroniques [3]. C'est le cas des deux épices utilisées pour enrichir notre fromage, ils s'agissent de *nigella* (*sativa* et *damascena*) afin de lui apporter une meilleure saveur et apparence ainsi que son attractivité vis-à-vis du consommateur.

Dans ce contexte, l'objectif de notre travail est d'optimiser les conditions de préparation d'un fromage à pâte semi dure surnommé « *Halloumi* » et d'observer l'effet d'addition des deux épices du genre *Nigella* au fromage sur ses caractéristiques physico-chimiques et sensorielles. Pour ce fait et afin de cerner le contexte de cette étude, notre mémoire est organisé en trois parties :

La première est une synthèse bibliographique donnant un aperçu sur le lait, le fromage et la nigelle. La deuxième partie est consacrée aux matériels et méthodes dans laquelle nous avons donné les étapes de préparation du fromage *Halloumi*, un plan d'expérience a été réalisé afin d'optimiser les conditions de préparation et obtenir un fromage de bonne qualité sensorielle avec un meilleur rendement. Comme nous avons cité les différentes analyses effectuées sur le fromage élaboré et les épices utilisées. La dernière partie est consacrée à la présentation des résultats et discussions.

## I.1. Le lait

### I.1.1. Définition

Le lait était défini en 1908 au cours du congrès international de la répression des fraudes à Genève comme étant « Le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Le lait doit être recueilli proprement et ne doit pas contenir du colostrum » [4].

Selon le journal officiel de la république démocratique algérienne 29 Safar 1414 correspondant au 18 août 1993, la dénomination « Lait » est réservée exclusivement au produit de la sécrétion mammaire normale, obtenue par une ou plusieurs traites sans aucune addition ou soustraction et n'ayant pas été soumis à un traitement thermique [5].

### I.1.2. Composition du lait

Le lait est reconnu depuis longtemps comme étant un bon aliment pour la santé. Il représente aussi une source précieuse de calcium et de protéines, il peut être ajouté à notre régime sous plusieurs formes [6].

Les teneurs moyennes en constituants majeurs du lait sont : l'eau (87,5%), lactose (4,8%), Matière grasse (3,7%), protéines (3,2%), minéraux (0,8%). Le lait est également composé de constituants mineurs comme les enzymes et les vitamines [8]. Le tableau ci-dessous, montre les différences dans la composition du lait de trois espèces animales.

**Tableau I** : Composition moyenne du lait de différentes espèces animales [7, 8].

Nutriments (100g de lait)	Vache	Chèvre	Brebis
Eau (g)	87,27	86,68	80,71
Protéines (g)	3,3	3,6	5,7
Caséine (g)	2,7	2,87	4,4
Lactosérum (g)	0,6	0,73	1,83
Matière grasse (g)	3,3	4,1	7,1
Lactose (g)	4,7	4,4	4,6
Minéraux (g)	0,7	0,8	0,9
Calcium (mg)	122	134	193
Phosphore (mg)	119	121	158
Magnésium (mg)	12	16	18
Potassium (mg)	152	181	136
<b>Vitamines</b>			
Riboflavine (mg)	0,16	0,21	0,23
Vitamine B12 (µg)	0,36	0,06	0,51

### I.1.3. Propriétés physico-chimiques et microbiologiques du lait

#### I.1.3.1. Propriétés physico-chimiques

Les propriétés physico-chimiques du lait sont plus ou moins stables, principalement les plus utilisées dans l'industrie laitière sont : la masse volumique et la densité, le point de congélation, le point d'ébullition, pH et l'acidité [22]. Ces paramètres sont dépendants de la température et la durée de conservation du lait.

Les principales propriétés physico-chimiques de différents types de lait sont résumées dans le tableau suivant :

**Tableau II** : propriétés physico-chimiques du lait de différentes espèces [22].

Paramètres	Vache	Chèvre	Brebis
pH (20°C)	6,51	6,4 ; 6,6	6,65
Acidité doronic	15,6°D	16°D	18 ; 22°D
Densité	1,032	1,027 ; 1,035	1,036
Point de congélation °C	-0,510 ; -0,550	-0,550 ; -0,583	-0,570
Viscosité (lait entier à 20°C)	2 ; 2,2	1,8 ; 1,9	2,86 ; 3,93
Point d'ébullition	100,17	100,17	100,17

#### I.1.3.2. Propriétés microbiologiques

Le lait contient peu de micro-organismes lorsqu'il est prélevé dans de bonnes conditions, à partir d'un animal sain (moins de 3000 germes/ ml) [10].

Dans des conditions de propreté et d'hygiène normale, le lait cru renferme de nombreux germes constituant la flore originale, comme il peut être contaminé par différents microorganismes avant, pendant et après la traite, ils peuvent être classés comme suit :

##### ➤ La flore originelle

Le lait contient peu de microorganismes lorsqu'il est prélevé dans de bonnes conditions à partir d'un animal sain (moins de 10<sup>3</sup>germes/ml) [27].

La flore originelle des produits laitiers se définit comme l'ensemble des microorganismes retrouvés dans le lait à la sortie du pis, les genres dominants sont essentiellement des mésophiles [27]. Il s'agit de microcoques, mais aussi streptocoques lactiques et lactobacilles. Ces microorganismes, plus ou moins abondants, sont en relation étroite avec l'alimentation [11] et n'ont aucun effet significatif sur la qualité du lait et sur sa production [28].



### ➤ La flore de contamination

Cette flore est l'ensemble des microorganismes contaminant le lait, de la récolte jusqu'à la consommation. Elle peut se composer d'une flore d'altération (Les principaux genres identifiés : les coliformes, et certains levures et moisissures), qui causera des défauts sensoriels ou qui réduira la durée de conservation des produits, et d'une flore pathogène (*Salmonelles*, *Listeria*, *Staphylococcus*, *clostridium*s sulfito-réducteurs) dangereuse du point de vue sanitaire [27, 28].

#### I.1.4. La conservation du lait

Le lait est un matériau biologique fragile. Donc il faut rapidement le stabiliser car ses composants ont une tendance naturelle à se séparer. Les traitements appliqués au lait pour le conserver sont des procédés physiques, essentiellement thermiques, qui préserveront les qualités biologiques de la matière première-lait [14].

Dans l'industrie laitière plusieurs méthodes sont appliquées pour la conservation des laits, mais généralement les plus utilisées sont les suivantes :

- **La pasteurisation** : Un mode de destruction par la chaleur une partie des microorganismes, elle permet une conservation de **7 jours** des laits généralement destinés à la transformation. L'eau chaude et le lait circulent séparément entre les plaques pendant **15s à 72C°** (pasteurisateur) [14].
- **La concentration** : En éliminant une partie de l'eau, la concentration permet de conserver des laits dont la durée atteint **plusieurs mois**. Le lait est chauffé à 60C°, le vide partiel créé dans le concentrateur permet à cette température, une évaporation de l'eau [14].
- **Le séchage** : C'est l'élimination totale de l'eau, le séchage permet de produire des laits en poudre qui se conservent plus **d'un an** après conditionnement. Le lait est pulvérisé au contact d'air chaud et sec a **200 C°** (la dessiccation et instantané) [14].
- **La stérilisation UHT** : Un traitement thermique a ultra haute température, permet d'obtenir des laits de grande consommation qui se conservent **90 jours**. Le lait est chauffé à une température de **140-150 C°** pendant **2 à 3 secondes**, dans ce cas-là tous les micro-organismes éventuellement présents sont détruits [14].

## **I.2. Le fromage**

### **I.2.1. Définition**

Le fromage selon la norme codex, est le produit affiné ou non affiné, de consistance molle ou semi dure, dure ou extra dure qui peut être enrobée et dans lequel le rapport protéines de lactosérum et caséines ne dépasse pas celui du lait. A l'échelle mondiale, il existe environ 1000 variétés de fromages différentes [14].

Les fromages sont des formes de conservation et de stockage ancestral de la matière utile du lait dont les qualités nutritionnelles et organoleptiques sont très appréciées [12].

On obtient le fromage par coagulation complète du lait grâce à l'action de la présure ou d'autres agents coagulants appropriés, et par égouttage partiel du lactosérum résultant de cette coagulation [14].

### **I.2.2. Principales étapes de la fabrication des fromages**

Habituellement la fabrication du fromage comprend trois étapes : La formation d'un gel de caséines, c'est la coagulation du lait ; la déshydratation partielle du gel, c'est l'égouttage qui aboutit à un caillé et enfin le salage. Ces étapes concernent les fromages frais, le reste des fromages subissent en plus une étape d'affinage, ce sont les fromages affinés (Camembert, Roquefort, Gouda....).

#### **▪ Coagulation du lait**

La coagulation du lait résulte de l'association des micelles de caséine plus au moins modifiées. Cette agglomération mène à la formation d'un coagulum. Ces modifications physico-chimiques des caséines sont induites soit par acidification soit par action d'enzymes coagulantes [37].

L'acidification du lait peut être obtenue par les produits de fermentation de bactéries acidifiantes ou par des composés chimiques d'action acidifiante. La diminution concomitante du pH a pour effet de faire régresser l'ionisation des fonctions acides des caséines induisant le déplacement progressif du calcium et du phosphate inorganique de la micelle vers la phase aqueuse. Ceci induit la désorganisation des micelles et une réorganisation des sous unités micellaires [38].

Dans la coagulation enzymatique, plusieurs enzymes protéolytiques d'origine animale, végétale et microbienne sont utilisés [39]. L'enzyme la plus fréquente en fromagerie est la présure, sécrétée dans la quatrième caillette du jeune vau. Son mécanisme d'action fait

apparaître trois étapes [39] : hydrolyse enzymatique de la liaison peptidique phe<sub>105</sub>-Met<sub>106</sub> de la caséine k, ensuite agrégation des micelles de caséines déstabilisées et puis développement d'un réseau par réticulation et formation d'un gel.

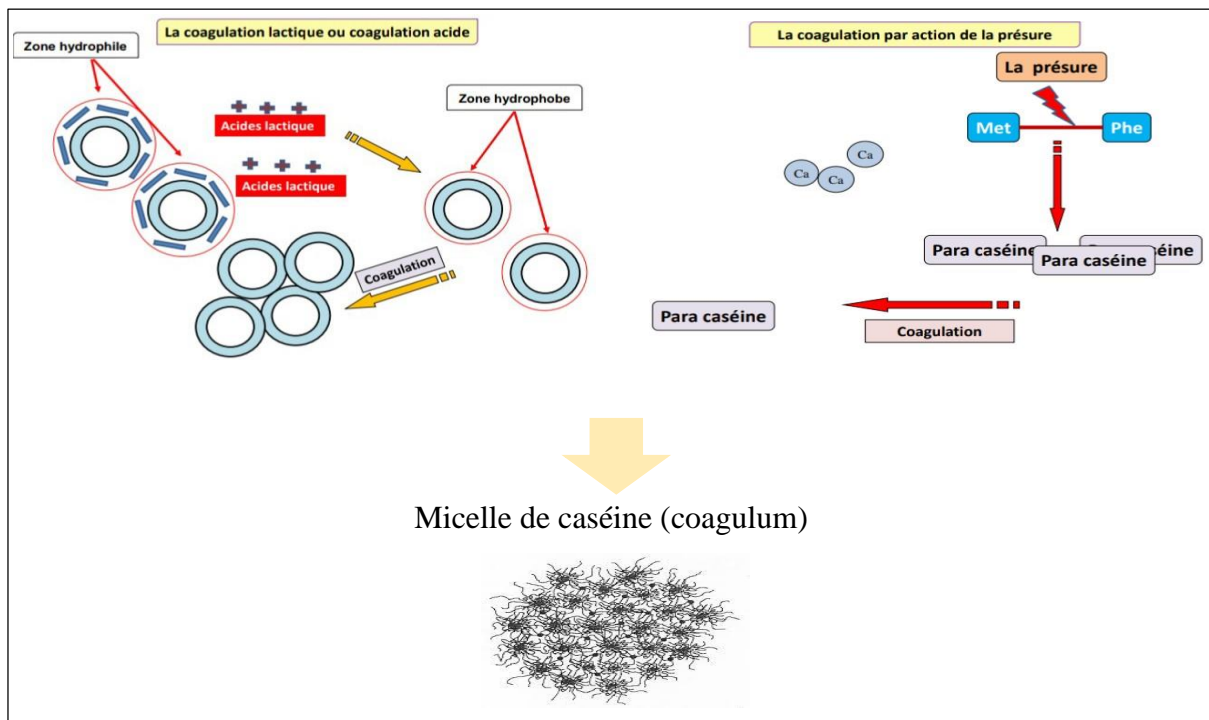


Figure N° 01 : les différents types de la coagulation des laits

#### ▪ Egouttage

Le processus d'égouttage est lié à des facteurs directs correspondant à des traitements de type mécanique et thermique, des facteurs indirects (acidification et coagulation enzymatique) et des facteurs liés à la matière première (richesse en caséine laitière, en protéines solubles et en matière grasse) [40].

#### ▪ Salage

Le salage est une phase indispensable dans la fabrication des fromages affinés. La teneur en sel varie selon le type de fromage, en moyenne elle est de 0,5-2 g/100 g dans la plupart des fromages, dans certains cas (les fromages bleus et quelques fromages de chèvres), elle peut s'élever à 3-4 g/100g. Par contre, certains d'autres (orientaux) conservés en saumure ont des teneurs assez élevées (8-15 g/100 g). Les modalités de salage sont : par saumurages (Emmental, et Camembert), salage à sec et salage en masse [39]. Le rôle du salage ne s'arrête pas dans l'amélioration de la saveur mais il intervient aussi dans l'humidification du fromage [41]. Il exerce une action microbienne sélective et un effet inhibiteur sur l'activité des enzymes.

### ▪ Affinage

L'affinage est l'étape la plus complexe de la fabrication des fromages maturés, qui dépend de chaque caractéristique physico-chimique ou microbiologique du fromage [42]. C'est un processus biochimique complexe et long qui correspond à une phase de digestion enzymatique des constituants du caillé par les différents agents. Le fromage devient donc le siège de différentes dégradations qui s'effectuent simultanément ou successivement aboutissant à la libération de substances sapides et odorantes en même temps que la modification de la texture [43]. La durée d'affinage varie selon le fromage, elle dure quelques semaines à deux ans ou plus à des températures spécifiques pour les différents types de fromages [44].

### I.2.3. Composition nutritionnelle du fromage

Le fromage est un aliment de bonne qualité nutritionnelle. Il est à la fois un aliment protecteur pour l'adulte et un aliment de croissance pour le jeune, du fait de sa richesse en nutriments et micronutriments (protéines aux acides aminés indispensables) de valeur biologique élevée, du complexe phosphore calcium et vitamine.

Cette composition nutritionnelle dépend en grande partie du lait et de la technologie utilisée dans la fabrication de ces fromages.

Parlons-nous de la digestibilité, le fromage est généralement beaucoup mieux accepté que le lait en raison de sa digestion facile [24].

**Tableau III :** Composition nutritionnelle moyennes des principaux fromages [8].

Composition (100g)	Fromage frais	Fromage à pâte semi dure	Fromage à pâte dure	Fromage à pâte molle
Eau (g)	80	45	35	50
Glucides (g)	4	4	4	3
Lipides (g)	7,5	28	30,5	26
Protéines (g)	8,5	23	29	22
Calcium (mg)	100	700	1100	450
Phosphore (mg)	140	450	740	300
Sodium (mg)	170	500	600	800
Energie (Kcal)	118	350	400	320

I.2.4. Classification des fromages

En général, les principaux critères de classification prennent en considération les points suivants :

- La nature de la matière première : lait cru ou pasteurisé, lait entier, écrémé, enrichi en protéines ou ultrafiltré ; lait frais ou reconstitué ;
- L'origine du lait (vache, chèvre, brebis, et mélange de laits) ;
- La composition des fromages en matières grasses et en extrait ;
- La technologie de fabrication

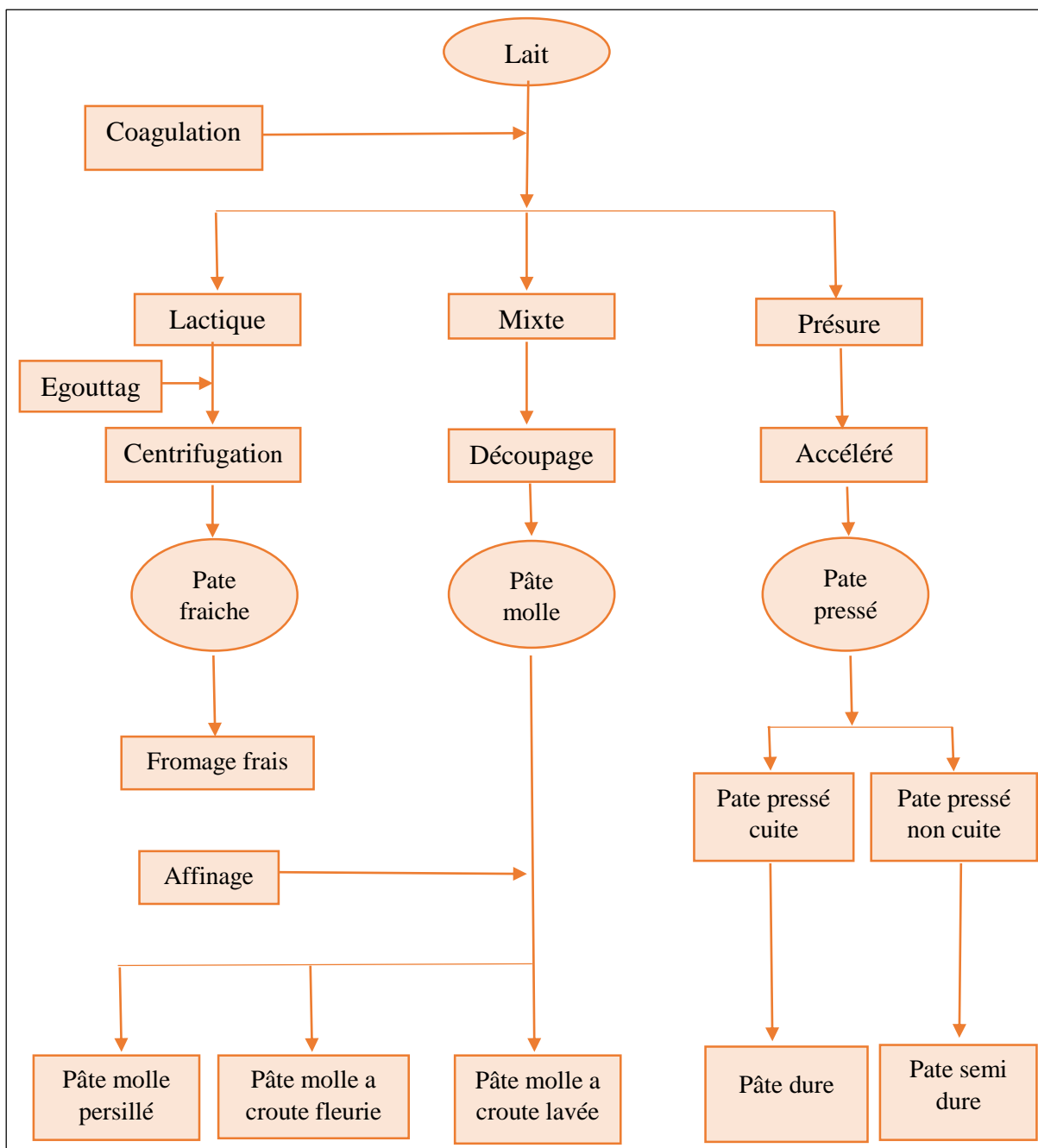


Figure N° 02: Classification des différents types de fromage [14].

### I.3. fromage Halloumi

#### I.3.1. Historique

Le fromage *Hellim* (*Halloumi*) est un fromage traditionnel de Chypre, largement consommé, surtout dans la région orientale de la Méditerranée. Il s'agit d'un fromage à pâte semi dure sans croûte conservé dans de la saumure [32].

Depuis de nombreuses années, le *Halloumi* est produit localement à partir de lait cru d'ovin ou de mélanges de lait cru d'ovin et de caprin, mais aujourd'hui, les grandes laiteries utilisent presque exclusivement du lait bovin [34]. Cette récente transition vers le lait bovin est le résultat des faibles niveaux de production.

Le *Halloumi* peut être dégusté nature, bien qu'il soit plus généralement employé en cuisine (Grillé ou frit à l'huile d'olive), sa texture ne change pas, cette particularité est due à son point de fusion élevé [34].

Traditionnellement, le *Halloumi* est employé dans des salades ou des brochettes, ses caractéristiques l'ont rendu populaire au Moyen-Orient, dans l'Union européenne, en Australie et aux États-Unis [35].

#### I.3.2. Définition

Le *Halloumi* est un fromage à pâte semi dure de couleur blanche à jaune clair sans croûte ni trous qui a une texture élastique compacte. C'est le seul fromage au monde que vous pouvez cuire au barbecue sans qu'il fonde ou perde sa forme [33].

Ce fromage a principalement une saveur salée, laiteuse et mentholée en raison des principaux ingrédients avec lesquels il est composé :

- Lait de vache, de brebis et de chèvre, ou mélange.
- Sel, non seulement pour le goût final de *Halloumi*, mais aussi pendant la maturation puisque le fromage frais est plongé dans de la saumure salée jusqu'à ce qu'il soit prêt.
- Feuilles de menthe (fraîches ou séchées): plus précisément *Mentha Viridis*, habituellement ajoutées au *Halloumi* lors de la «phase de salage à sec», à l'origine elles étaient également utilisées comme conservateur afin de maintenir la fraîcheur du fromage. Des graines de nigelle peuvent être ajoutées également pour l'aromatiser [34].
- Il est conservé dans la saumure avec une concentration de NaCl qui varie (9-11%) ce qui permet une meilleure conservation du produit à froid 4°C.

### I.3.3. Composition et valeurs nutritionnelles

Le *Halloumi* est une bonne source de plusieurs nutriments importants pour l'organisme, notamment des protéines et du calcium. Sa teneur en nutriments et en calories varie en fonction des conditions de préparation. Le tableau suivant résume en générale les valeurs nutritionnelles moyennes de ce fromage.

**Tableau IV** : Valeurs nutritionnelles moyennes pour 100g du fromage *Halloumi* [23,30].

Constituants	Teneurs
Carbohydrates	1,8g
Protéines	22g ± 3
EST	53,2g
Sel	2,6 g ± 0,5
Matière Grasse	26g ± 0,6
Eau	51,6 ± 3
Energie	322Kal

### I.3.4. Etapes de fabrication du fromage *Halloumi*

Les procédures de fabrication varient d'un endroit à un autre au Chypre, et cette situation crée beaucoup de confusion quand on ça parle de la procédure la plus correcte. Cette question revêt une certaine importance, car le gouvernement de Chypre souhaite protéger l'identité de ce fromage en imposant un système de production uniforme.

Pour cette raison la fabrication du fromage *Halloumi* a été évaluée au cours d'un certain nombre d'années, et aujourd'hui elle est contrôlée par un règlement de la Commission européenne, et désormais par des réglementations émanant organismes gouvernementaux.

La procédure globale est illustrée dans la (**figure 3**), nous concèderons la phase de cuisson comme l'étape cruciale qui intervienne dans la fabrication de ce fromage, dont les blocs de fromage doivent être chauffés pendant au moins 30 minutes à une température supérieure à 90°C [34].

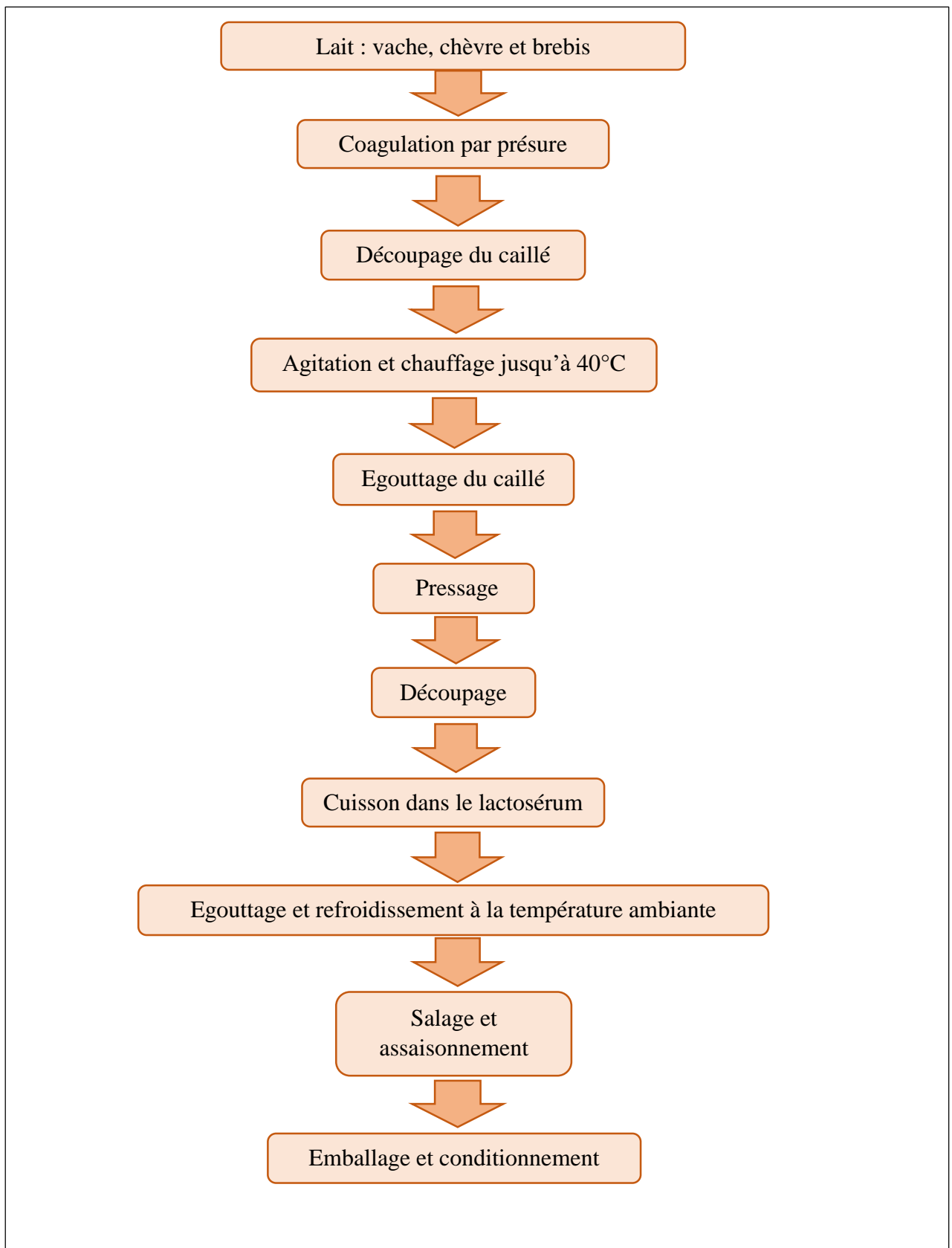
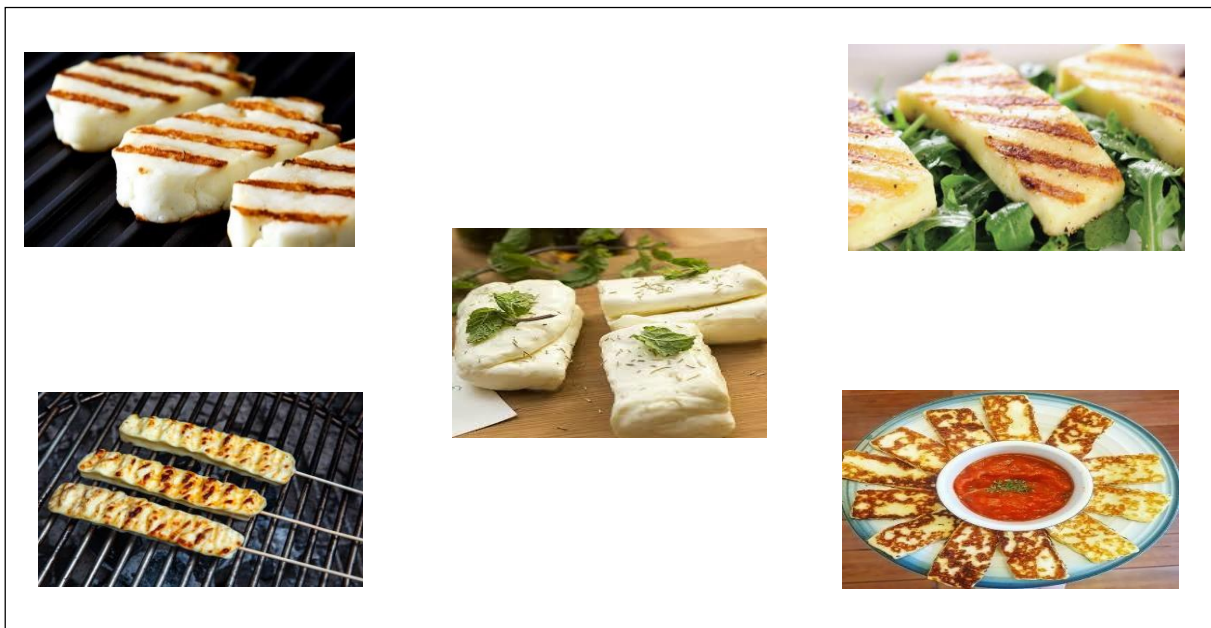


Figure N° 03 : Diagramme de fabrication du fromage *Halloumi* [34].



### I.3.5. Utilisations culinaires

Le fromage *Halloumi* peut être consommé cru ou plus généralement cuit, au four, à la poêle ou surtout à la grillade (**Figure 4**). 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 [36].



**Figure N° 04** : différentes utilisations culinaires du fromage *Halloumi*

## I.4. Généralités sur la nigelle

### I.4.1. Description botanique et classification

Les nigelles sont des plantes herbacées annuelles de la famille des renonculacées, appartenant au genre «*Nigella* » dérivé du mot latin «*Nigellus*» qui signifie noirâtre, vue la couleur noir de ces graines. Elles sont largement cultivées au Moyen- Orient, en Asie occidentale et en Nord de l'Afrique [17].

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* L., *Nigella damascena* L., *Nigella arvensis* L., *Nigella hispanica* L. et *Nigella orientalis* L. [17].

Tableau V : Classification des nigelles [15].

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>Nigella sativa</i> L., <i>Nigella damascena</i> L....

Les différentes plantes de nigelles ont des caractéristiques presque communes, plantes annuelles à feuilles très découpées, et fleurs terminales et solitaires, les fruites sont des capsules soudées, qui contient des graines presque toutes de couleurs noires [16]. Ces plantes possèdent aussi des particularités spécifiques telles que la longueur de tige, la couleur des fleurs et la forme des graines [17].

Figure N° 05 : *Nigella sativa*Figure N° 06 : *Nigella damascena*

#### I.4.2. Compositions chimiques et biochimiques des nigelles

Les graines de nigelle contiennent de nombreux composants naturels, vitamines (B, C, E), acides aminés, protéines, glucides, oligoéléments (Fe, Zn, Cu...), alcaloïdes, saponines, acides gras insaturés, aussi bien que des huiles fixes et volatiles et de nombreux autres composés [18].

En effets, les graines de nigelle contiennent une teneur relativement importante en glucides (33-34%), en lipides (30-70%) et en protéine (16-21%) [18].

Des études sur *Nigella damascena* L montrent que sa graine est aussi riche en lipides (30-35%), en saponosides triterpénique (1,5%) et en huiles essentielle (0,4 à 2,5%) [20].

### I.4.3. Activités biologiques et utilisations culinaires

La nigelle a été signalée pour ses différentes propriétés biologiques comme antioxydant, antimutagène, hépato protecteurs et anti-inflammatoire et autres activités. Il a été démontré que l'huile essentielle de *N.sativa* L et *N.damascena*, inhibent la peroxydation lipidique non enzymatique dans les liposomes, exerçant ainsi des effets antioxydants par leur capacité à piéger les radicaux libres. Les graines de nigelle présentent des effets antimicrobiens. Les différents extraits aqueux ou organiques des graines de plusieurs espèces de nigelle présentent un large spectre d'inhibition vis-à-vis de nombreuses souches bactériennes (*Pseudomonas aeruginosa* et *staphylococcus aureus*) [21].

Par leur nature aromatique, les graines de *Nigella sativa* L. ou *Nigella damascena* L. sont très utilisées comme épices, en boulangerie et pour assaisonner les fromages comme le fromage *Haloumi*. Ces graines sont également utilisées dans des préparations pharmaceutiques et cosmétiques [36].

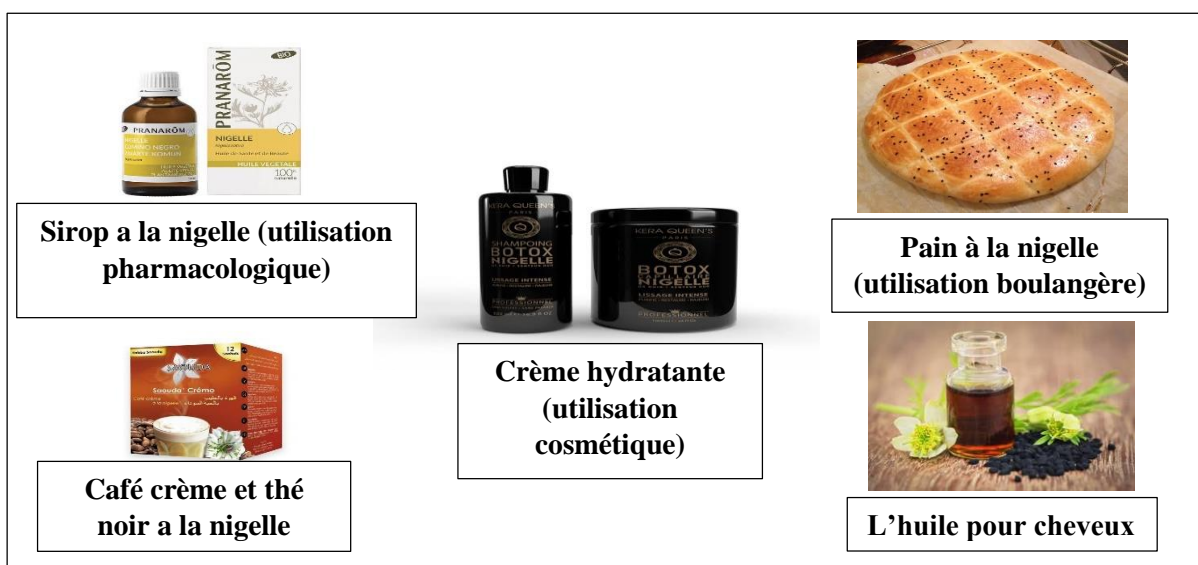


Figure N° 07 : Quelques exemples produits à base de Nigelle

# **Matérielles et méthodes**

## II.4. Analyses physico-chimiques du fromage

### II.4.1. Détermination de l'humidité

#### ➤ Principe

L'humidité d'un aliment est la quantité d'eau libre qu'il contient. Sa détermination se fait par dessiccation dans une étuve ventilée à 105°C jusqu'à ce que la masse de cet aliment reste constante [47].

#### II.4.1.1 Taux d'humidité du fromage

3 boîtes de Pétrie contenant (2g) de chaque échantillon de fromage ont été placées dans une étuve ventilée à 105°C pendant 3h.

#### II.4.1.2. Taux d'humidité des graines de nigelle

Placer (03) boîtes de Pétrie contenant 1g de nigelle dans une étuve ventilée à 105°C pendant 3h. Les résultats des taux d'humidité du fromage ou des graines de nigelle ont été exprimés en pourcentage en utilisant la formule suivante :

$$H\% = (P0 - P1 / P) * 100$$

H% : Humidité.

P0 : Masse de la boîte de Pétrie + échantillon avant chauffage (g).

P1 : Masse de la boîte de Pétrie + échantillon après chauffage (g).

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

### II.4.2. dosage des glucides

La Méthode de BERTRAND est appliquée pour le dosage des glucides au niveau des échantillons de fromage. Cette méthode permet de doser les oses et osides réducteurs. C'est une méthode réductimétrique basée sur les propriétés réductrices des oses vis-à-vis des ions  $Cu^{2+}$  de la liqueur de Fehling en milieu basique et à l'ébullition.

#### ➤ 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  $K^+$  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'hydrolyser pendant 45 min au bain marie, neutraliser le HCl avec  $Na_2CO_3$  et ajuster jusqu'à 100 mL avec l'eau distillée puis filtrer, mettre 20ml 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'erenmeyer, 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, enfin titrer avec  $\text{KMnO}_4$  0,1 N (Chute de burette Cb).

❖ L'expression des résultats est comme suite : 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 :

$$\text{Glucides \%} = Y/PE' * 100/PE * 1/10$$

**PE** : prise d'essai

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

### II.4.3. dosage de la matière grasse

Le dosage de la matière grasse s'est effectué en utilisant le SOXHLET. Nous entendons par teneur en matière grasse totale, le pourcentage en masse de substance déterminée par pesée après une extraction à l'hexane ou à l'éther de pétrole.

#### ➤ Mode opératoire

Peser 6 g de fromage dans un erlenmeyer(PE), ajouter 50 mL de HCl 6N (Déminéralisation), placer l'erenmeyer 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'au 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 comme suite :

$$MG\% = (Bae - Bv).100 / PE$$

**Bv** : Poids du ballon vide

**Bae** : poids du ballon après extraction

**PE** : prise d'essai

#### II.4.4. Dosage des protéines brutes

Pour déterminer la quantité de protéines contenues dans les échantillons de fromage, nous avons procédé au dosage de l'azote total par la méthode 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 [51]. Cette dernière s'effectue en trois phases : la digestion (minéralisation), la distillation et la titration [52]

##### ▪ Minéralisation

Dans un matras de Kjeldahl, 0,5 g d'un échantillon de fromage 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, chauffer le matras 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, transférer l'échantillon minéralisé dans une fiole, puis ajuster le volume à 100 mL avec de l'eau distillée.

##### ▪ Distillation

Elle se fait dans une unité de distillation Buchi distillation Unit B-324. Introduire dans un matras, 20 mL du contenu de la fiole, 50 mL d'eau distillée et 50 mL de la soude (40%). En parallèle, ajouter 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). 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 :

$$N \% = \frac{(V1-V0) \times 0.28}{P \text{ essai}} \times 100$$

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

**P%** : Pourcentage de protéines.

**V1** : Volume de l'acide sulfurique concentré (mL).

**V0** : 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 :

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

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

#### II.4.5. Dosage du sel

La Méthode de **Mohr** est utilisée pour le dosage du sel, 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.

##### ➤ 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<sup>+</sup> 15% et 2 mL de d'Acétate de zinc 30% (Défécation) 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 la solution filtrée dans un erlenmeyer et ajuster jusqu'à 100 mL avec l'eau distillée, ajouter 1mL de chromate de k<sup>+</sup> 5%, à la fin Titrer avec le nitrate d'argent AgNO<sub>3</sub> 0,1 N.

❖ Expression des résultats est comme suite :

$$NaCl \% = cb * N * f * (100 / PE) * invdill * (Meq NaCl / 1000)$$

**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)

## II.5. Analyses microbiologiques du fromage

Les analyses microbiologiques ont été réalisées selon les protocoles du décret exécutif du 27/05/1998 du journal officiel de la république Algérienne N° 35. Ce dernier vise d'une part à conserver les caractéristiques organoleptiques et sensorielles du produit, donc d'allonger sa durée de vie et d'autre part à prévenir les cas d'intoxication alimentaire liée à la présence des microorganismes pathogènes avant la transmission au consommateur [11].

### II.5.1. Préparation de la solution mère et des dilutions décimales

Dans des conditions d'asepsie, 10 g de fromage sont homogénéisés dans 90ml d'eau physiologique, ce qui forme la solution mère ( $10^{-1}$ ). Une série de dilutions décimales est réalisée en prélevant 1 ml de la solution mère dans 9 ml d'eau physiologique, ce qui constitue la dilution ( $10^{-2}$ ), après homogénéisation de cette dernière, la même opération est répétée pour l'obtention des dilutions successives afin de préparer le nombre de dilutions décimales approprié pour le dénombrement de chaque flore [2]. (Voir tableau N° VIII).

**Tableau N° VIII** : Dénombrement et recherche des bactéries dans le fromage [9].

Germes recherchés	Milieux de cultures	Températures et temps d'incubation
<i>Staphylococcus aureus</i>	gélose Baird Parker	37°C /48h
<i>coliformes totaux</i>	VRBL	30°C /24h
<i>Coliforms fécaux</i>	VRBL	44°C/24h
<i>Levures et moisissures</i>	OGA	22°C/5J
<i>Germes aérobies</i>	PCA	30°C/3J
<i>Salmonelle</i>	Hecktoen	37°C/24h-48h

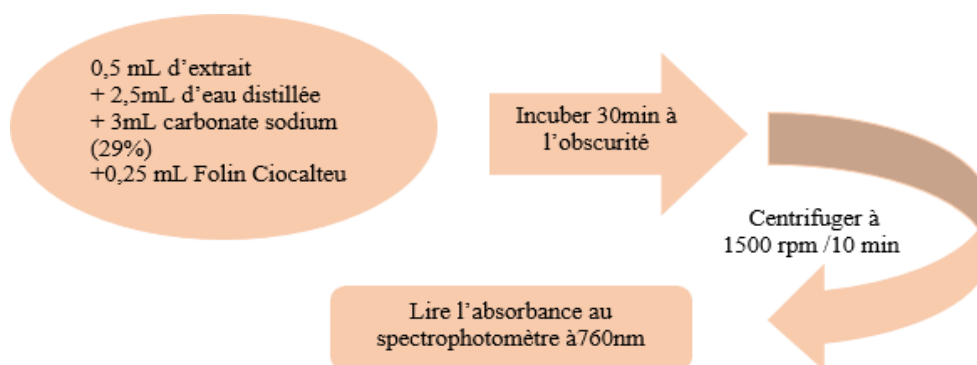
## II.6. Analyses phytochimiques

### II.6.1. Dosage des composés phénoliques

Les mêmes protocoles ont été effectués pour le dosage des composés phénoliques à partir des extraits de nigelle et de fromages.

### II.6.1.1. Dosage des phénols totaux

Le dosage des polyphénols totaux est basé sur la réduction du mélange d'acide phosphotungstique (H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) et d'acide phosphomolybdique (H<sub>3</sub>PMo<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) du réactif de Folin-Ciocalteu, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxyde bleu de tungstène (W<sub>8</sub>O<sub>23</sub>) et de molybdène (Mo<sub>8</sub>O<sub>23</sub>). La présence de carbonate de sodium rend le milieu légèrement alcalin. L'intensité de la coloration bleue est proportionnelle au taux de composés phénoliques [54 ; 55].

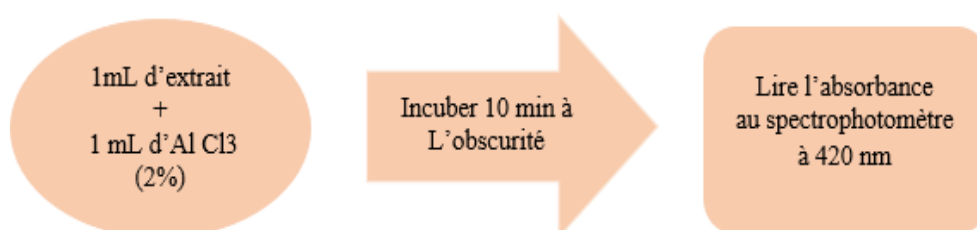


**Figure N° 17 :** Protocole de dosage des phénols totaux dans les différents extraits préparé

Une courbe d'étalonnage (**annexe III**) 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 de l'acide gallique par gramme d'extrait sec (**mgEq.GA. /g ES**) et par gramme de matière sèche (**mg Eq.GA. /g MS**).

### II.6.1.2. 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 faite que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux oxygènes de la molécule phénolique agissant comme donneurs d'électrons [55].



**Figure N° 18 :** Protocole de dosage des flavonoïdes

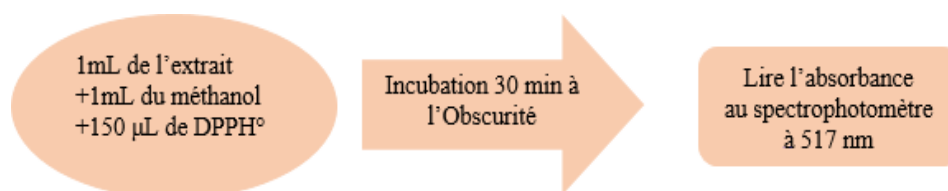
La concentration des flavonoïdes dans l'extrait a été calculée à partir de la courbe d'étalonnage (**annexe III**) établie dans les mêmes démarches expérimentales en utilisant différentes concentrations de quercétine. Les résultats sont exprimés en milligramme équivalent de quercétine par gramme d'extrait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

## II.6.2. Evaluation de l'activité antioxydante

Le même protocole a été effectué pour le dosage de l'activité antioxydante à partir des extraits de nigelle et de fromages.

### II.6.2.1. Test 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 antioxydante. 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 [56].



**Figure N° 19 :** Protocol du Test de DPPH°

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

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

**Abs T :** Absorbance du témoin / **Abs E :** Absorbance de l'extrait

### II.7.3. Traitement statistique

- L'élaboration du plan d'expérience ainsi que sa validation et le choix de la formule optimale pour la préparation du fromage, a été effectuée en utilisant le logiciel JMP (version9). Ce logiciel a été créé en 1989 par la société SAS, pour permettre aux scientifiques d'explorer des données visuellement. JMP s'est développé et constitue

aujourd'hui une gamme d'outils de découverte statistique pour la conception des plans d'expériences et des plans de mélanges.

- Les données rassemblées à partir des questionnaires distribués aux dégustateurs, ont été traitées en utilisant le logiciel XL STAT version 2014 ; qui est un outil d'analyse de données et de statistiques, impliqués dans les études de marketing et d'analyse du comportement des consommateurs. Ce logiciel utilise Microsoft Excel comme une interface de récupération des données et d'affichage des résultats (Addinsoft, 2013).

Les différents paramètres analysés en utilisant ce logiciel sont les suivants :

- Test de caractérisation de produits ;
- Analyse en composante principale (ACP) ;
- Classification ascendante hiérarchique (CAH) ;
- Cartographie des préférences (PREFMAP).

# **Résultats et discussion**

### III.1. Résultats du rendement fromagère

Le tableau suivant représente les différents rendements fromagère obtenus au cours de la préparation des 15 types de fromages.

**Tableau N° IX : le rendement de différents types de fromage préparé**

Fromage	Lait de vache (ml)	Lait de chèvre (ml)	Poudre de lait (g)	Rendement pour 100 g de mélange
N° 01	600	200	80	16,5±0,5
N° 02	800	600	60	16±0,5
N° 03	600	400	60	18,7±0,5
N° 04	600	200	40	16,75±0,5
N° 05	400	200	60	20,33±0,5
N° 06	600	400	60	37,5±0,5
N° 07	600	400	60	17±0,5
N° 08	800	400	40	14,5±0,5
N° 09	400	400	40	18,7±0,5
N° 10	800	200	60	19,33±0,5
N° 11	600	600	80	19,08±0,5
N° 12	400	600	60	19,75±0,5
N° 13	400	400	80	19±0,5
N° 14	800	400	80	17,5±0,5
N° 15	600	600	40	17,1±0,5

Après la comparaison des résultats calculés dans le tableau ci-dessus, nous remarquons une légère différence entre les rendements de différents types de fromage, mais à part le fromage N° 6, là nous remarquons une plus grande valeur de rendement enregistrée (37.5g /100g). Ça est dû à une erreur de manipulation (mauvaise décongélation de la matière première utilisée).

En conclusion, nous pouvons dire que la variation du rendement de différents types de fromage peut-être liée :

- Au lait de vache qui est une source précieuse de la matière grasse.
- A la poudre de lait qui est un moyen d'enrichissement du lait et qui augmente le rendement.

## III.2. Résultats de plan du mélange

L'objectif principal dans la réalisation des plans de mélange, est de créer un plan de mélanges optimal, ou quasi optimal, des différents ingrédients ajoutés dans la formule du fromage *Halloumi*.

Le plan de mélanges permettra de modéliser les préférences d'un ensemble de consommateurs ou d'experts pour différents produits et il sert également à valider les données de l'analyse sensorielle [72].

### III.2.1. Plan de mélange

Le plan réalisé par le logiciel JMP a proposé 15 mélanges voir (**Tableau IX**), ces mélanges ont été préparés à partir des ingrédients suivants :

- 400 à 800 ml de lait de vache ;
- 200 à 600 ml de lait de chèvre ;
- 40 à 80 g de poudre de lait.

Afin de valider le plan précédent, des analyses sensorielles ont été effectuées sur les 15 mélanges, qui sont divisées en 3 sessions, dans chaque session 5 mélanges parmi les 15 ont été évalués.

Nous avons fait appel à un panel constitué de 10 juges, formés à l'université de Bejaia, pour analyser les différentes caractéristiques organoleptiques de ces mélanges, ainsi que de donner des notes de préférences, comme le montre le questionnaire (**I'annexe I**).

### III.2.2. Résultats des analyses sensorielles du plan de mélange

Les données des questionnaires distribués aux juges ont été traitées par le logiciel XLSTAT, les tests caractérisation produits et cartographie des préférences ont été effectués.

#### III.2.2.1. Caractérisation des produits du plan

15 histogrammes sont obtenus (**Figure 21**), chaque histogramme correspond à un mélange. En bleu, on voit les caractéristiques dont le coefficient est significativement positif (notes supérieures à la moyenne des juges) et en rouge celles dont le coefficient est significativement négatif (notes inférieures à la moyenne des juges) et en blanc les caractéristiques dont les coefficients ne sont pas significatifs (notes proches de la moyenne). Le reste des histogrammes sont présenté dans (**I'annexe VII**).

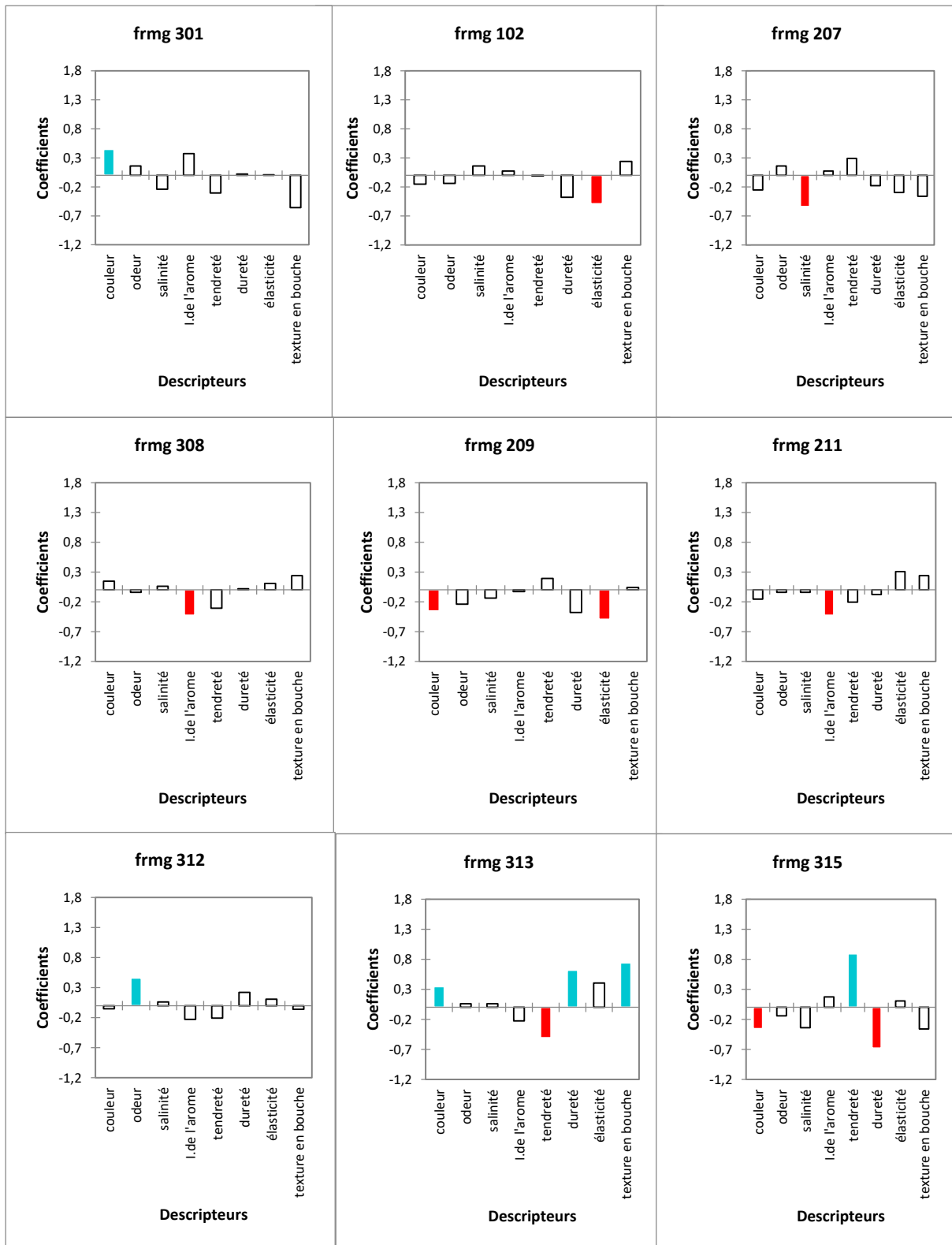


Figure N° 21 : Caractérisation des mélanges du fromage.



D'après les histogrammes précédents les mélanges sont caractérisés comme suit :

**Tableau X** : les différentes caractéristiques des fromages préparés

Mélanges	Caractéristiques
Frmg 301	Couleur intense
Frmg 102	Faible élasticité
Frmg 207	Faible salinité
Frmg 308	Faible intensité de l'arôme
Frmg 209	Couleur peu intense, faible élasticité
Frmg 211	Faible intensité de l'arôme
Frmg 312	Forte odeur
Frmg 313	Couleur intense, faible tendreté, dureté, texture en bouche lisse
Frmg 315	Couleur peu intense, tendreté intense, dureté peu intense

Ces résultats sont confirmés par le tableau ci-dessous, qui montre clairement que les mélanges 301 et 313 ont une couleur intense, contrairement aux mélanges 315 et 209 qui ont une couleur faiblement intense. Le mélange 315 est caractérisé par une faible dureté et une tendreté intense, contrairement au mélange 313 (une forte dureté et une tendreté peu intense). Les mélanges 209 et 102 sont caractérisés par une faible élasticité. Les mélanges 312 et 313 sont caractérisés respectivement par une odeur intense et une texture en bouche lisse. Ce qui concerne les mélanges 211 et 308 ont une faible intensité d'arôme.

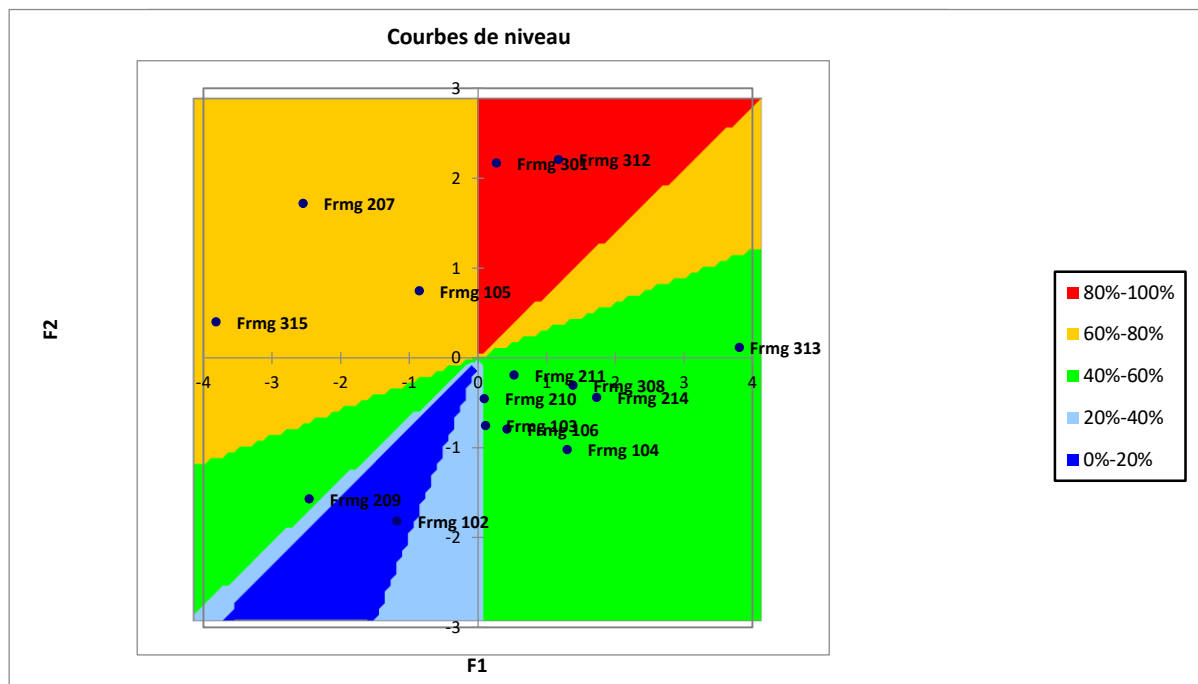
Seul le mélange 207 qui est caractérisé par une faible salinité.

**Tableau XI** : Moyennes ajustées par produit du plan de mélange.

	tendreté	I.de l'arome	odeur	salinité	texture en bouche	élasticité	couleur	dureté
frmg 315	4,000	2,700	2,000	3,400	2,800	2,100	2,100	1,900
frmg 209	3,300	2,500	1,900	3,600	3,200	1,500	2,100	2,200
frmg 207	3,400	2,600	2,300	3,200	2,800	1,700	2,200	2,400
frmg 102	3,100	2,600	2,000	3,900	3,400	1,500	2,300	2,200
frmg 105	3,300	2,400	2,200	3,600	2,900	1,900	2,300	2,700
frmg 210	3,100	2,400	2,000	3,800	2,800	2,300	2,400	2,600
frmg 103	3,100	2,700	2,100	4,100	3,000	1,800	2,600	2,500
frmg 301	2,800	2,900	2,300	3,500	2,600	2,000	2,900	2,600
frmg 106	3,200	2,700	2,000	4,000	3,000	1,900	2,600	2,900
frmg 211	2,900	2,100	2,100	3,700	3,400	2,300	2,300	2,500
frmg 104	3,200	2,900	2,100	3,900	3,500	2,100	2,600	2,900
frmg 312	2,900	2,300	2,600	3,800	3,100	2,100	2,400	2,800
frmg 308	2,800	2,100	2,100	3,800	3,400	2,100	2,600	2,600
frmg 214	2,900	2,700	2,200	4,000	3,600	2,200	2,600	2,700
frmg 313	2,600	2,300	2,200	3,800	3,900	2,400	2,800	3,200

### III.2.2.2. Cartographie des préférences du plan de mélange

La cartographie des préférences du plan, a été réalisée après avoir effectué une ACP et une CAH des 15 mélanges. La (**Figure 22**) montre clairement que les mélanges 301 et 312 sont les plus préférés (80 à 100% des juges). Suivi des mélanges 105, 207 et 315 (60 à 80% des juges). Dans la troisième classe, le mélange 211, 214, 210, 103, 104, 106, 209, 308 et 313 (40 à 60% des juges). La dernière classe est réservée pour le mélange le moins préféré qui est le 102 (préférée par 0 à 20% des juges uniquement).



**Figure N° 22** : Cartographie des préférences du plan de mélange

### III.2.3. Plan d'expérience

L'optimisation des conditions de production du fromage *halloumi* à partir de lait de vache, lait de chèvre, et poudre de lait en utilisant le plan Box-Behnken, pour chaque paramètres choisis respectivement (X1, X2 et X3) sont mis en place. Les facteurs choisis dans cette étude sont présentée comme suit :

\*Lait de vache (400-800 ml) représenté par (X1).

\*Lait de chèvre (200- 600 ml) représenté par (X2).

\*Poudre de lait (40-80 g) représenté par (X3).

### III.2.3.1. Model globale et manque d'ajustement

L'analyse de la variance de la formulation du fromage *halloumi*, permet de tester l'influence des variables indépendantes sur le modèle étudié et de représenter graphiquement l'importance de chaque facteur sur les réponses étudiées.

L'analyse statistique a montré que les facteurs (salinité, intensité de l'arôme, dureté, élasticité, texture en bouche) n'ont pas un effet significatif, contrairement aux deux autres facteurs (préférence, rendement) qui est significatif ( $P < 0,05$ ) voir (l'annexe VI).

### III.2.3.2. Effets des facteurs

#### ▪ Préférence

L'effet des différents facteurs sur la réponse sont rapportés dans le (tableau XII). Il sort des résultats que les paramètres : lait de chèvre ( $X_2$ ), lait de vache\* lait de chèvre ( $X_1 * X_2$ ), lait de vache ( $X_1^2$ ) sont les paramètres qui influence significativement, alors que les autres paramètres n'exprime aucun effet considérable.

**Tableau XII** : Estimation des coefficients de préférence.

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	6.0333333	0.237518	25.4	<,0001
Lait vache(400,800)	-0.3125	0.145449	-2.15	0.0334*
Lait chèvre(200,600)	-0.225	0.145449	-1.55	0.1241
Lait en poudre(40,80)	0.0875	0.145449	0.6	0.5484
Lait vache*Lait chèvre	-0.45	0.205696	-2.19	0.0304*
Lait vache*Lait en poudre	0.225	0.205696	1.09	0.2759
Lait chèvre*Lait en poudre	-0.4	0.205696	-1.94	0.0538
Lait vache*Lait vache	-0.454167	0.214096	-2.12	0.0357*
Lait chèvre*Lait chèvre	0.2708333	0.214096	1.27	0.208
Lait en poudre*Lait en poudre	0.1458333	0.214096	0.68	0.4969

(\*) Indique que le paramètre est statistiquement significatif ( $p < 0,05$ ).

Le modèle mathématique de la régression quadratique des préférences en tenant

Compte des paramètres significatifs est donnée par l'équation suivante :

$$Y = 6.033 - 0.312 X_1 - 0.45 X_1 * X_2 - 0.45 X_1^2$$

### ▪ Rendement

L'effet des différents facteurs sur la réponse sont rapportés dans le (**tableau XIII**). Il sort des résultats que les paramètres : lait de chèvre (X2), lait de vache\* lait de chèvre (X1\*X2), lait de vache (X1<sup>2</sup>) sont les paramètres qui influence significativement, alors que les autres paramètres n'exprime aucun effet considérable.

**Tableau XIII:** Estimation des coefficients du rendement.

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Constante	17.833333	0.226786	78.63	<,0001
Lait vache(400,800)	-0.975	0.138878	-7.02	<,0001*
Lait chèvre(200,600)	-0.10625	0.138878	-0.77	0.4455
Lait en poudre(40,80)	1.78875	0.138878	12.88	<,0001*
Lait vache*Lait chèvre	-0.3425	0.196403	-1.74	0.0834
Lait vache*Lait en poudre	1.5825	0.196403	8.06	<,0001*
Lait chèvre*Lait en poudre	0.62	0.196403	3.16	0.002*
Lait vache*Lait vache	-0.769167	0.204422	-3.76	0.0002*
Lait chèvre*Lait chèvre	1.4433333	0.204422	7.06	<,0001*
Lait en poudre*Lait en poudre	-1.856667	0.204422	-9.08	<,0001*

(\*) Indique que le paramètre est statistiquement significatif (p<0,05).

Le modèle mathématique de la régression quadratique du rendement en tenant compte des paramètres significatifs est donné par l'équation suivante :

$$Y = 17.83 - 0.97 X_2 + 1.78 X_3 + 1.5825 X_1 * X_3 + 0.62 X_2 * X_3 - 0.76 X_1^2 + 1.4433333 X_2^2 - 1.85 X_3^2$$

#### III.2.3.3. Optimisation de la formulation

L'objectif de cette étude est de déterminer les conditions expérimentales qui aboutissent à une maximisation de la production du fromage *halloumi*.

L'optimisation de la formulation du fromage *halloumi* a été mise en place par le profil de prédiction qui est illustré dans la figure ci-après :

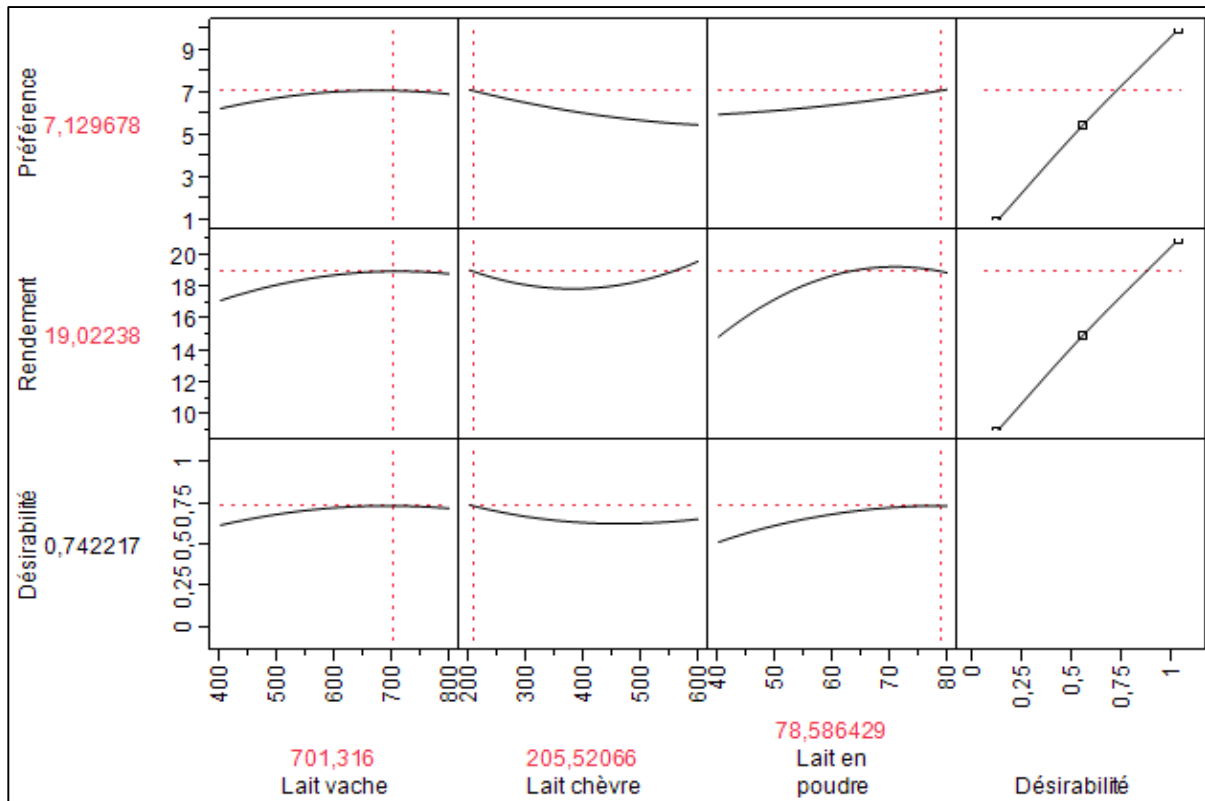


Figure N° 23 : profil de prédiction de la formulation du fromage *halloumi*.

D’après les résultats illustrés dans la figure susvisée précédemment, on constate que la formulation du fromage *halloumi* dépend significativement des facteurs lait de vache, lait de chèvre et poudre de lait. Nous remarquons que la réponse ou bien la grandeur d’intérêt variée positivement ou négativement selon l’influence de chaque paramètre. Cette modélisation a été contrôlée par la désirabilité qui est fixée à 1 comme le montre la (**figure 23**). Cette notion de désirabilité est maximisée dans cette étude à un niveau de 100% dans le but de préserver la robustesse du modèle polynomial choisi.

Les conditions de productions optimales déterminées, par logiciel JMP, sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau XIV : Solution proposé par le logiciel JMP.

Variable	Valeur critique
Lait de vache	701.316
Lait de chèvres	205.520
Poudre de lait	78.586

### III.3. Résultat de l'analyse physico-chimique

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées pour les (04) échantillons de fromages *Halloumi* sont présentés dans le (Tableau XV).

- **Fromage 401** : 400 ml lait de vache, 600 ml de lait de chèvre et 80g poudre de lait.
- **Fromage 402** : 400 ml de lait de vache, 600 ml de lait de chèvre et 80g poudre du lait enrichie avec des grains de *Nigella Sativa* 2% et.
- **Fromage 403** : 400 ml de lait de vache, 600 ml de lait de chèvre et 80g poudre du lait, enrichis avec des grains de *Nigella Sativa* 4%.
- **Fromage 404** : 800 ml de lait de vache, 200 ml de lait de chèvre et 60g poudre du lait.

Tableau N° XV : Résultats des analyses physico-chimiques des fromages préparés.

	Fromage 401	Fromage 402	Fromage 403	Fromage 404
<b>Humidité (%)</b>	51	51	51	55
<b>Protéines (%)</b>	47	47	47	39
<b>Matière grasse (%)</b>	20,6	20,6	20,6	13,7
<b>Glucides (%)</b>	0,86	0,86	0,86	0,86
<b>Chlorures (%)</b>	4,60	4,60	4,60	5,40

#### III.3.1. Taux humidité

Le taux d'humidité est un paramètre physico-chimique qui renseigne sur la teneur en eau présente dans le fromage, car une humidité élevée correspond à une activité d'eau élevée, ce qui limite la durée de conservation d'un produit [2].

L'échantillon qui contient plus d'eau est le (fromage 404), cela pourrait être expliqué par un mauvais égouttage, étant donné que le pressage, il n'a pas été établi dans les mêmes conditions pour chaque type de fromage, ou bien par rapport à l'étape du salage qui complète l'étape du pressage et favorise la libération du lactosérum emprisonner à l'intérieur du fromage, cela entraînera une modification de la teneur en humidité de chaque échantillon.

**III.3.2. Protéines**

Les valeurs de protéines des fromages (fromages 401, 402, 403) sont plus élevées par rapport au (fromage 404). Cela pourrait être expliqué par le fait que les trois fromages, sont élaborés à partir d'un mélange de lait constitué de (600 ml) de lait de chèvre, (400 ml) de lait de vache et (80g) de poudre du lait alors que le (fromage 404) est constitué de (800 ml) de lait de vache et (200 ml) de lait de chèvre, sachant que les teneurs en protéines du lait chèvre sont supérieures à celles de lait de vache [58].

**III.3.3. Matière grasse**

Selon les résultats obtenus, la teneur en matière grasse la plus élevée a été enregistrés avec les (fromages 401, 402, 403) respectivement qui ont la même valeur (20,6%), alors que le (fromage 404) qui a la teneur la moins élevée avec (13,7%).

La teneur en MG dans un fromage dépend entre-autre des quantités de mélanges utilisées et des matières premières mises en œuvre pour la fabrication du fromage. Cela est expliqué par le fait que les (fromages 401, 402, 403) est fabriqué à partir d'un mélange de 600 ml de lait chever, qui est riche en lipides [58].

**III.3.4. Chlorures**

Pour les chlorures, les teneurs sont très proches, sauf pour le (fromage 404) qui a une teneur un peu plus élevée, cela peut être due au fait qu'il est le premier fromage fabriqué, car le temps resté dans la saumure de sel est plus élevé par rapport aux autres échantillons.

Le NaCl est utilisé pour empêcher la détérioration microbienne dans les aliments, la concentration requise dépend de la nature de l'aliment, de son pH et sa teneur en humidité, mais généralement la concentration inférieure à 10 % est suffisante, en engendrant le principal facteur inhibiteur qu'est la réduction de l'activité de l'eau [50].

**III.4. Résultat de l'analyse microbiologique**

L'objectif des analyses microbiologiques est de garantir une certaine sécurité hygiénique et un niveau de qualité organoleptique, pour cela lorsqu'un produit est destiné à la consommation, le niveau de contamination de celui-ci doit être réduit le plus possible par un choix judicieux de la matière première et une surveillance constante de toutes les étapes de la fabrication. Un contrôle de qualité microbiologique a été effectué aux fromages (401, 402, 403,

404) étudiés pour déterminer leur qualité hygiénique et les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant.

**Tableau N° XVI : résultats de l'analyse microbiologique [19, 25]**

Critères	4 Echantillons du fromage Halloumi				Normes Algériennes
	Fromage 401	Fromage 402	Fromage 403	Fromage 404	
<b>Germes aérobies /g</b>	Absence	Absence	Absence	Absence	/
<b>Coliformes totaux /g</b>	7	7	7	10	10 <sup>2</sup>
<b>Coliformes fécaux</b>	2	2	2	3	10
<b>Staphylococcus aureus /g</b>	Absence	Absence	Absence	Absence	10 <sup>2</sup>
<b>Salmonelles /25g</b>	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence
<b>Levures et moisissures /g</b>	Absence	Absence	Absence	Absence	/

L'ensemble des résultats des analyses microbiologiques obtenus montre que les 4 échantillons de fromage ont une qualité microbiologique satisfaisante par rapport à la norme algérienne. Cela est dû aux bonnes conditions hygiéniques lors de la préparation de ces fromages ainsi l'efficacité du traitement thermique effectué qui a permis la destruction de la totalité de ces micro-organismes. Ajoutant aussi au fait que le fromage *Halloumi* est conservé dans une saumure à 9% de sel ce qui permet sa conservation et une forte inhibition de la prolifération bactérienne. Nos résultats sont proches par rapport à d'autres analyses microbiologiques effectués dans d'autres travaux [73] sur le fromage *halloumi*.

### III.5. Résultat de l'analyse phytochimique

#### III.5.1. Résultat des extraits nigelle

L'extrait sec des graines de (NS), (ND) obtenu au cours de l'extraction ont été reconstitué avec du méthanol afin d'effectuer les dosages et l'évaluation de l'activité antioxydant.

L'ensemble des résultats obtenus à partir des courbes d'étalonnages (**annexe III**) sont récapitulés ci-dessous.



**Tableau N° XVII :** Teneur en polyphénols totaux et en flavonoïdes des graines de nigelle.

Extrait	Humidité (%)	Rendement d'extraction (%)	Polyphénols totaux (mgEqAG/g E)	Flavonoïdes (mgEqQ/g E)
Extrait de (NS)	6,32±0,009	13,31	16,237±0,027	4,80±0.040
Extrait de (ND)	6,15±0,007	12,17	58,015±0.030	5,20±0.030

### III.5.1.1. Séchage et test d'humidité

Le séchage consiste à extraire l'eau contenue dans la plante, qui se fait par évaporation de l'eau dans l'air et ce dernier se charge par cette même quantité d'eau [59].

La teneur en humidité des graines est un facteur décisif pour leur conservation, car l'humidité est à l'origine de nombreuses réaction chimiques et contaminations microbiologiques.

D'après les résultats obtenus, on constate que le taux d'humidité des grains (NS) est supérieur à celui de (ND). Nous avons remarqué qu'on comparant nos résultats à la bibliographie, la valeur d'humidité pour (NS) est presque la même qui est de (6,4%) alors qu'elle est inférieure pour (ND) qui est de (7,3%) [60, 61].

### III.5.1.2. Rendements d'extraction

D'après les résultats obtenus on remarque que le rendement d'extraction des graines (NS) est supérieur à celui de (ND).

Le rendement obtenu pour (NS) est satisfaisant, au regard des résultats obtenus dans d'autre travaux ou le rendement de (NS) est de 11% [62].

## III.5.2. Dosage des composées phénoliques des extraits nigelle

### III.5.2.1. Teneurs en polyphénols totaux des extraits nigelle

Après l'ajout des réactifs de Folin-Ciocalteu et du carbonate de sodium, une couleur bleu est obtenue dont l'intensité varie en fonction de la concentration phénolique des extraits.

Les teneurs en polyphénols totaux des extraits des graines de NS, ND ont été déterminées à partir de la courbe d'étalonnage acide gallique voir (annexe III). Les résultats obtenus sont

exprimés en milligramme équivalent acide gallique par gramme d'extrait (**mg Eq AG/gEX**).

Les teneurs en polyphénols totaux des extraits des graines (ND) qui est de  $(58,015 \pm 0,030 \text{ mg EAG/g})$  sont significativement différentes par rapport aux graines (NS) qui est de  $(16,237 \pm 0,027 \text{ mg Eq AG/g})$ .

La valeur obtenue pour les graines de (NS) est inférieure à celles de [63] qui est de  $27,8 \pm 0,11 \text{ mg/g E}$  et de [64] qui a trouvé une teneur en polyphénols totaux des graines de (NS) de  $(33,64 \pm 0,34 \text{ mg GAE/g d'extrait})$ , cette différence peut être liée aux facteurs physiques et chimiques ainsi qu'aux méthodes d'extraction et notamment le solvant, la température et la durée d'extraction [65].

La quantité des composés phénoliques des plantes dépend également : de leur origine, de la variété, de la saison de récolte, des conditions climatiques et environnementales, la localisation géographique, des différentes maladies qui peuvent affecter la plante, de la maturité de la plante et de la durée de conservation [66].

### III.5.2.2. Teneurs en Flavonoïdes des extraits de nigelle

La teneur en flavonoïdes est de  $5,20 \pm 0,030 \text{ mgEq Q/g E}$  pour (ND), cette valeur est supérieure à celle de (NS) qui est de  $4,80 \pm 0,040 \text{ mgEq Q/g E}$ .

La valeur est supérieure à celle déterminée par [64] qui est  $3,80 \pm 0,07 \text{ mg QE / g E}$  et la valeur trouvée par [70] qui est de  $2 \pm 0,1 \text{ g QE / g E}$ .

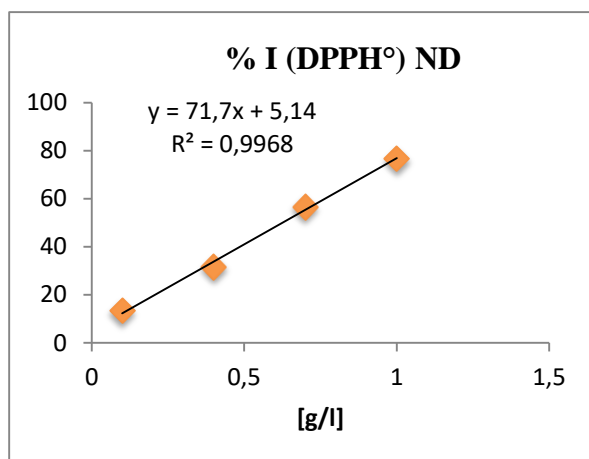
Les conditions d'extraction, la variété, l'origine des échantillons ainsi que la méthode de conservation des plantes peuvent affecter les teneurs en phénols et en flavonoïdes [71].

### III.5.3. Résultats de l'activité antioxydant des extraits de nigelle

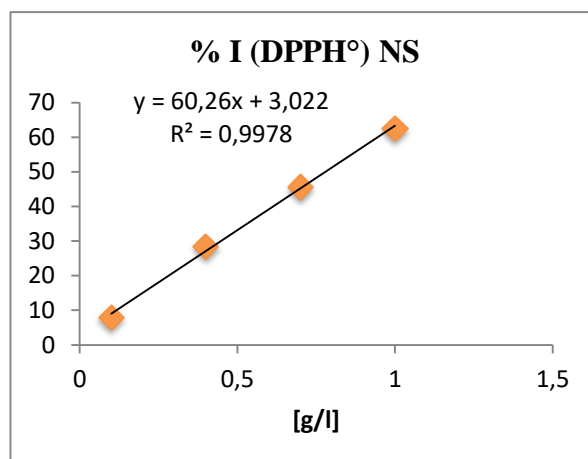
#### III.5.3.1. Evaluation de l'activité antiradicalaire (DPPH°) des extraits de nigelle

Les résultats de ce test peuvent être exprimés en termes d'IC<sub>50</sub> qui est défini comme étant la concentration de l'extrait nécessaire pour inhiber 50% du radical DPPH° [49]. Une faible IC<sub>50</sub> correspond à une forte capacité réductrice, plus il y a d'antioxydants, plus les radicaux DPPH° sont réduits.

D'après les résultats obtenus (**figure 24, 25**), une meilleure activité scavenger au radical DPPH° a été attribuée à l'extrait ND avec une IC<sub>50</sub> de  $0.639 \text{ g/l}$ , suivi par celle de l'extrait NS avec une IC<sub>50</sub> de  $0.779 \text{ g/l}$ .



**Figure N° 24:** Pourcentage d'inhibition du DPPH° en présence de l'extrait ND



**Figure N° 25:** Pourcentage d'inhibition du DPPH° en présence de l'extrait NS

#### III.5.4. Dosage des composés phénoliques des extraits du fromage

Les extraits des fromages obtenus au cours de l'extraction ont servi d'effectuer les dosages et l'évaluation de l'activité antioxydante. L'ensemble des résultats obtenus à partir des courbes d'étalonnages (**annexe III**) sont récapitulés dans le (**Tableau XVIII**).

Les quatre types de fromage préparé sont comme suite :

- **Fromage A** : 800 ml lait vache et 200 ml lait de chèvre, sans graine (NS) ;
- **Fromage B** : 400 ml lait vache et 600 ml lait de chèvre, sans graine (NS) ;
- **Fromage C** : 400 ml lait vache et 600 ml lait chèvre enrichie en graine (NS) à 1%.
- **Fromage D** : 400 ml lait vache et 600 ml lait chèvre enrichie en graine (NS) à 2%.

**Tableau N° XVIII :** Teneur en polyphénols totaux et en flavonoïdes des extraits du fromage

Extrait	Polyphénols totaux (mgEqAG/g E)	Flavonoïdes (mgEqQ/g E)
Fromage A	1,019±0.016	0,016±0.001
Fromage B	1,0.32±0.016	0,019±0.001
Fromage C	3,710±0.016	0,265±0.001
Fromage D	8,407±0.016	1,150±0.001

#### III.5.4.1. Teneurs en polyphénols totaux des extraits du fromage

La teneur en polyphénols totaux des quatre types fromages enrichi avec les grains (NS) augmente avec l'augmentation de la concentration des graines de (NS) dans le fromage car la plus grande valeur est de  $8,407 \pm 0,016$  mg Eq AG/gE pour le (fromage D) puis  $3,71 \pm 0,016$  mg Eq AG/g E,  $1,032 \pm 0,016$  mg Eq AG/gE et  $1,019 \pm 0,016$  mg Eq AG/g E pour les fromages C, B et A respectivement.

Nous remarquons que La teneur en polyphénols totaux du (fromage D) est inférieure à celle trouvée dans l'extrait (NS), cela pourrait être expliqué entre autres par la teneur élevée en eau dans le fromage *halloumi* (51%), a noté que l'eau est une source de dégradation des polyphénols car elle entraîne leur oxydation [55].

#### III.5.4.2. Teneurs en flavonoïdes des extraits du fromage

La teneur en flavonoïdes des quatre types de fromages enrichis avec les grains (NS) enregistré sont très faible et qui augmente avec l'augmentation de la concentration des graines de (NS) dans le fromage, car la plus grande valeur est de  $1,150 \pm 0,001$  mgEq Q/g E pour le (fromage D) puis  $0,265 \pm 0,001$  mgEq Q/g E,  $0,019 \pm 0,001$  mgEq Q/g E et  $0,016 \pm 0,001$  mgEq Q/g E pour les fromages C, B et A respectivement. Ces résultats confirment la valeur ajoutée de la graine (NS) sur le fromage enrichi.

### III.5.5. Résultats de l'activité antioxydant des extraits du fromage

#### III.5.5.1. Evaluation de l'activité antiradicalaire (DPPH°) des extraits du fromage

D'après les résultats obtenus des extraits des différents fromages enrichis en graine de (NS), nous remarquons que les valeurs d'IC50 sont proche entre les quatre fromages : 0,960 g/L pour (fromage A), 1,040 g/L, 0,910 g/L, pour les fromages B et C respectivement et de 0,830 g/L pour (fromage D).

Alors que les extraits des différents fromages enrichis en graine de (NS) présentent une IC50 moins élevée par rapport à l'extrait (NS).

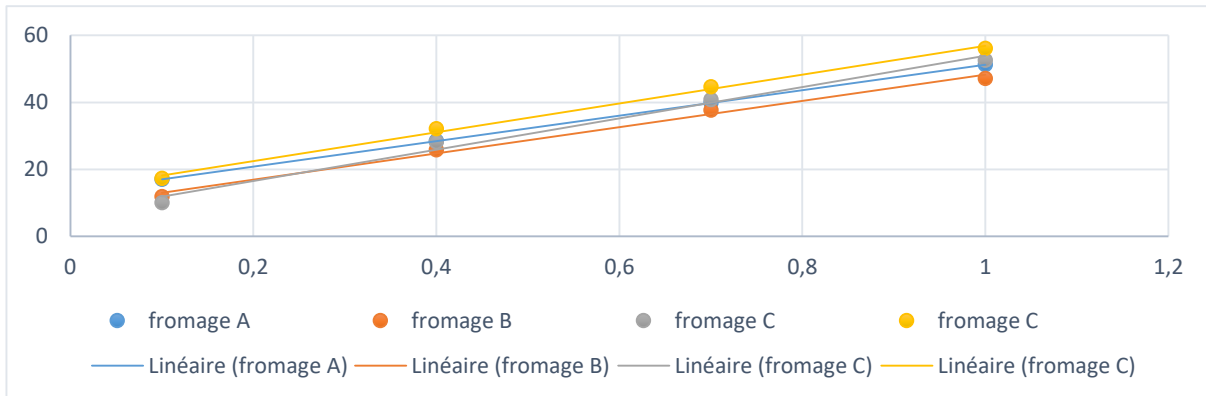


Figure N° 26 : Pourcentage d’inhibition comparatif du DPPH° entre l’extrait (NS) et les différents types du fromage.

### III.6. Résultat de l’évaluation 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.

#### III.6.1. 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.

##### III.6.1.1. 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 :

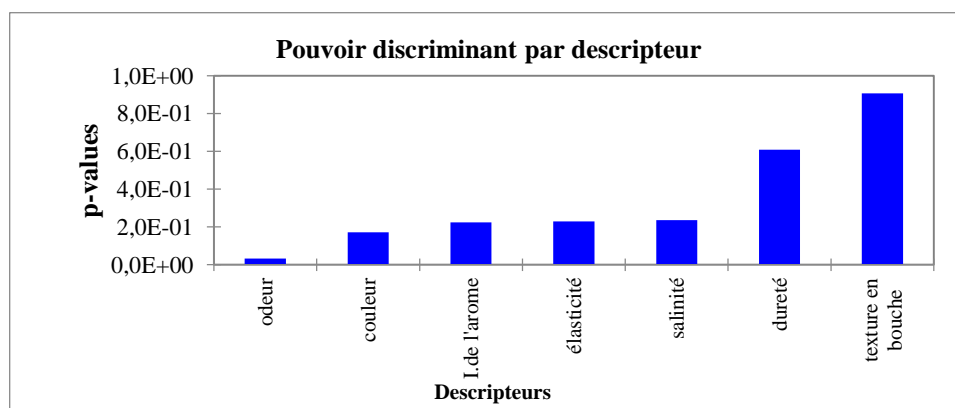


Figure N° 27 : Pouvoir discriminant par descripteur.

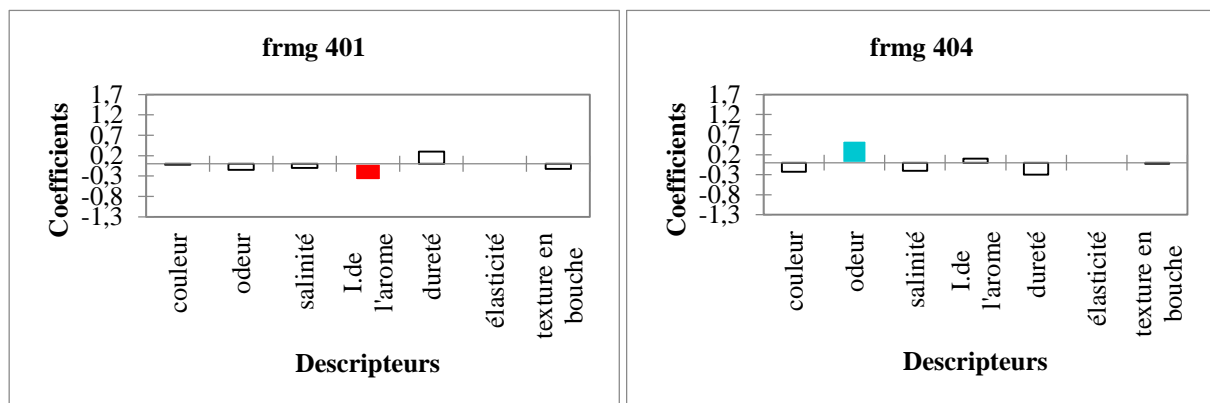
Selon les résultats présentés dans la (**figure 27**), nous remarquons que l'odeur et la couleur sont les descripteurs qui ont le plus fort pouvoir discriminant. Cela signifie que les experts ont constatés des différences entre les caractéristiques précédentes sur les quatre produits analysés. Les pouvoirs discriminants des caractéristiques : intensité de l'arôme, élasticité et la salinité sont moyens.

Cependant le descripteur dureté et texture en bouche ont le pouvoir discriminant le plus faible, donc cette caractéristique ne change pas beaucoup entre les quatre échantillons analysés.

### III.6.1.2. Coefficients des modèles

Ce test montre pour chaque produit, les coefficients du modèle sélectionné (**annexe IV**). Quatre histogrammes sont obtenus, chaque histogramme correspond à un produit.

La (**figure 28**) Présente les histogrammes correspondants aux fromages 401 et fromage 404. La figure qui suit permet de voir en un coup d'œil ce qui définit le produit (ici fromage 401 et 404). 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 N° 28:** Coefficients des modèles des fromages 401 et 404.

- **Le fromage 401** (fromage *Halloumi* préparé à partir de 600 ml lait de chèvre et 400 ml lait de vache) : En rouge, sont présentées toutes les caractéristiques, dont le coefficient est significativement négatif. Donc le fromage 401 est caractérisé par sa forte d'intensité de l'arôme.
- **Le fromage 404** (fromage *Halloumi* préparé à partir de 800 ml lait de vache et 400 ml de lait de vache) : En bleu, sont présentées toutes les caractéristiques, dont le coefficient est significativement positif. Donc le fromage 404 est caractérisé par sa forte d'intensité de l'odeur.

### III.6.1.3. 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 XIX**).

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

	Couleur	Salinité	Texture en bouche	Dureté	I.de l'arome	Elasticité	Odeur
frmg 403	2,300	2,900	2,600	2,800	2,700	2,500	2,500
frmg 402	2,200	2,800	2,600	2,800	2,800	2,100	2,600
frmg 401	2,100	2,600	2,400	3,100	2,200	2,300	2,600
frmg 404	1,900	2,500	2,500	2,500	2,700	2,300	3,300

D'après le tableau des moyennes ajustées nous constatons :

- **Pour le fromage 401** : ce fromage est caractérisé par une forte intensité de l'arôme. Les autres caractéristiques n'ont ni un effet significativement positif ni un effet significativement négatif sur le produit.
- **Pour le fromage 404** : ce fromage est caractérisé par une forte intensité de l'odeur. Les autres caractéristiques n'ont ni un effet significativement positif ni un effet significativement négatif sur le produit.
- Et pour les deux autres types de fromages, 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 **402 et 403**.

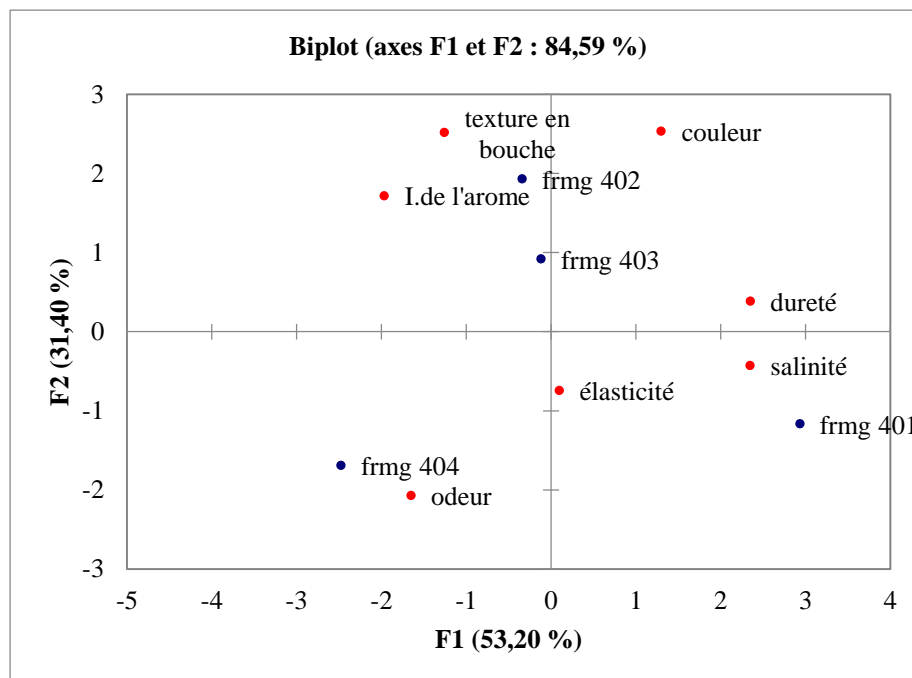
### III.6.2. Cartographie des préférences (Préférence MAPING PREFMAP)

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).

### III.6.2.1. Analyse en composantes principales

L'ACP peut être considéré 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 [68].

La carte présentée dans la (**figure N° 29**) permet de présenter les corrélations entre les variables et les facteurs par l'ACP.



**Figure N° 29:**Corrélations entre variables/facteurs

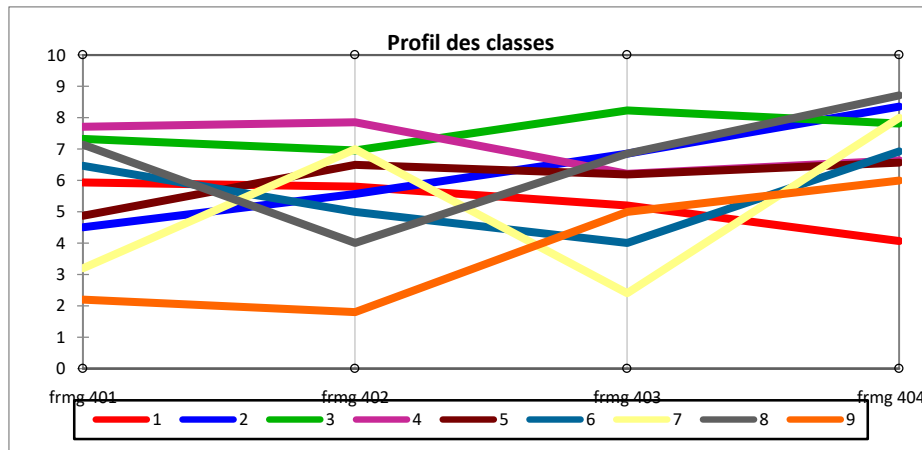
La qualité de la figure est assez bonne, puis qu'elle permet de représenter 84,59 % de la variabilité et de l'observation. Etant donné que cette figure montre que tous les descripteurs sont présentés dans le graphe. Les descripteurs dureté, salinité et élasticité sont significativement positivement corrélées puisque elles sont proches les unes par rapport aux autres, la même chose pour la couleur et la texture en bouche ainsi que l'intensité de l'arôme et l'odeur.



### III.6.2.2. 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 [67].

Le graphe de la (**figure N° 30**) permet de représenter le profil des différentes classes créées.



**Figure N° 30:** 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 :

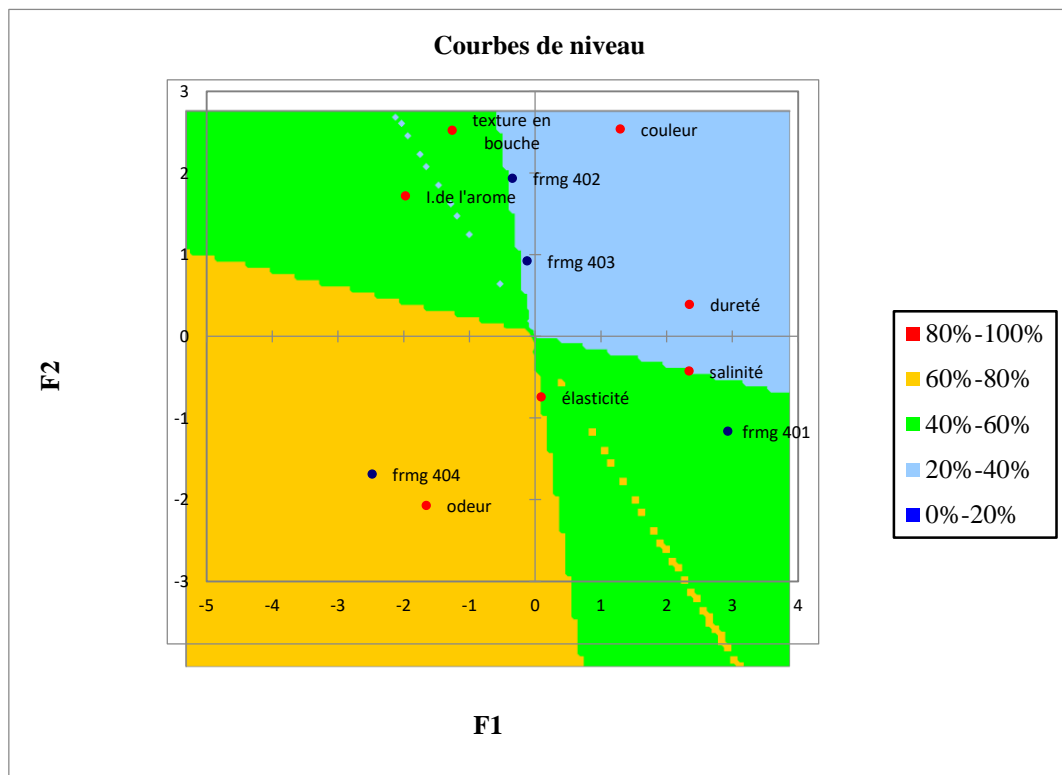
- **La classe 1** : préfère en première position le fromage 401 suivi par les fromages 402,403 et 404 successivement.
- **La classe 2** : préfère en première position le fromage 404 suivi par les fromages 403,402 et 401 successivement.
- **La classe 3** : préfère en première position le fromage 403 suivi par le fromage 404 puis les fromages 401 et 402 successivement.
- **La classe 4** : préfère les deux fromages 401 et 402 en première position suivi par les fromages 403, 404 en deuxième position.
- **La classe 5** : préfère en première position le fromage 404 suivi par les fromages 402,403 et 401 successivement.
- **La classe 6** : préfère en première position le fromage 404 suivi par les fromages 401,402 et 403 successivement.

- **La classe 7** : préfère en première position le fromage 404 suivi par les fromages 402,401 et 403 successivement.
- **La classe 8** : préfère en première position le fromage 404 suivi par les fromages 403,401 et 402 successivement.
- **La classe 9** : préfère en première position le fromage 404 suivi par les fromages 403,401 et 402 successivement.

### III.6.2.3. Courbes de niveau et carte des préférences PREFMAP

D'après la (figure N° 31), le fromage 404 préparé à partir de 800 ml lait de vache et 200 ml lait de chèvre est le plus préféré (60 à 80% des consommateurs) ; suivi du fromage 401 (600 ml lait de chèvre et 400 ml lait de vache). Enfin les fromages 402 et 403 sont les moins appréciés (20 à 40% des consommateurs).

En consultant les résultats de l'ACP et de caractérisation produit, nous pouvons conclure que le fromage 404 est le plus préféré suite à l'intensité élevée de son odeur. Les autres fromages ont toutes les caractéristiques proches de la moyenne des notes attribuées par les juges.



**Figure N° 31:** Courbes de niveau et carte des préférences.

# Conclusion

### Conclusion

La présente étude a permis d'élaborer et d'évaluer les paramètres physico-chimiques, microbiologiques et sensoriels du fromage *Halloumi* enrichie en graine de nigelle.

Une étude phytochimique (dosage des polyphénols totaux et l'évaluation de l'activité antioxydante) a été également réalisée pour les extraits *Nigella sativa*, *Nigella damascena* et les fromages.

Les résultats des analyses physico-chimiques et microbiologiques ont montré que les quatre fromages sont propres à la consommation et possède une qualité satisfaisante et conforme aux normes en vigueur.

Les résultats des dosages phytochimiques montrent que l'extrait des graines de (ND) contient une teneur de 58,01 mg Eq AG/g E en polyphénols totaux et 5,20 mg Eq Q/g E en flavonoïde, qui sont plus importants par rapport aux résultats obtenu de l'extrait des graines (NS) avec une valeur de 16,23 mg Eq AG/g E pour les polyphénols totaux et 4,80 mg Eq Q/g E pour les flavonoïdes.

L'évaluation des propriétés antioxydantes (le test anti-radicalaire du DPPH°) révèle que l'extrait des graines (ND) manifeste une activité antioxydante avec un IC50 de 0,639 g/l par rapport à l'extrait des graines (NS) avec un IC50 de 0.779 g/l.

Alors que les extraits des fromages (C, D) enrichis en graine de (NS) renferment des quantités en composés phénoliques, accompagnée d'une activité antioxydant importantes que les fromages témoin (A, B).

L'analyse sensorielle réalisée montre que parmi les quatre fromages élaborés, le fromage 404 produit par un mélange de 800 ml de lait de vache et 200 ml de lait chèvre et 60g poudre de lait qui est le plus apprécié par tous les jurys experts et naïfs.

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

- ❖ Réalisation d'autres analyses physico-chimiques telles que le dosage du calcium et des vitamines.
- ❖ Etude phytochimique du fromage enrichie en graine de (ND).
- ❖ Une application à l'échelle pilote puis industrielle sur le marché Algérien.

# **Références bibliographiques**

- [1]. **LAMBERT-FAIVRE .Y. (1988)**. Droit des assurances, 6ème édition, DALLOZ, Paris, 772p.
- [2]. **Guiraud J.P. (2003)**. Microbiologie Alimentaire. Edition DUNOD. Paris. p : 136-139.
- [3]. **Hennebelle, S., Sahpaz, F., Bailleul. (2007)**. Plantes sédatives : évaluation pharmacologique et clinique. *Médecine du Sommeil*. Volume 4, Issue 13, P4-1.
- [4]. **POUGHEON S. (2001)**. Contribution à l'étude des variations de la composition du lait et ses conséquences en technologie laitière. Thèse doctorat d'état en médecine vétérinaire, université Paul Sabatier de Toulouse, France
- [5]. **J.O.R.A.n°69, (1993)**. Arrêté interministériel du 29 Safar 1414 correspondant au 18 août 1993 relatif aux spécifications et à la représentation de certains laits de consommation. P. 16.
- [6]. **Alais Charles, Guy Linden, Laurent Mielo, (2008)**. Biochimie alimentaire 6e édition de l'abrégé, IUT. Licence. Ecoles d'ingénieurs, Dunod, Paris, p 260.
- [7]. **Park , Y.W. (2006)** . Goat milk Chemistry and Nutrition .In: Handbook of Milk of Non - Bovine Mammals Y.W. Park and G.F.W. Haenlein , eds. Blackwell Publishers. Ames, Iowa, and Oxford, England . pp. 34 – 58.
- [8]. **Amiot J ., Fournier S., Lebeuf Y., Paquin P., Simpon R.(2002)**.Composition, propriétés physicochimiques, valeur nutritive, qualité technologique et techniques d'analyse du lait dans science et technologie du lait, transformation du lait, coordonné par CAROLE L.VIGNOLA. Fondation de technologie laitière du Québec Inc. Montréal Canada, p 1.
- [9]. **Guiraud J. et Galzy P. (1980)**. L'analyse microbiologique dans l'industrie alimentaire. Edition : l'Usine Nouvelle. Paris. 234p.
- [10]. **LARPENT ,(1997)**. « Microbiologie alimentaire. Techniques de laboratoire ». Paris «Techniques et documentation »,237p.
- [11]. **Guiraud J-P., (2012)** Microbiologie alimentaire. Dunod . 651p. Paris.
- [12]. **Jeantet R., Croguennec T., Mahaut M., Schuck P. et Brule G., (2008)**. Les produits laitiers,2<sup>ème</sup> édition, Tec et Doc, *Lavoisier*:Pp1-3-13-14-17. 185p.
- [13]. **DELACHARLERIE S., DEBIORG E., SANDRINE. (2008)**. HACCP Organoleptiques : guide pratique, ISBN 978-2-87016-084-8, Belgique, vol.176, p.65 - 66.
- [14]. **Vignola C. L. (2002)**.Science et technologie du lait, transformation du lait, Presses internationales Polytechniques. Fondation de technologie laitière du Québec Inc. Canada : Montréal, 603p.

- [15]. **Guinard, J.L. (2001).** In <<*Botanique systématique moléculaire*>>. 12<sup>ème</sup> Edition Masson, paris, p304.
- [16]. **Gamze, K., Ahmet, İ., Başak, Ö., Cihangir, U. (2006).** Morphology and stem anatomy of some species of genus *Nigella*. *J. Fac. Pharm, Ankara*, 35 (1) 19 - 41.
- [17]. **Zohary, M. (1983).** The genus *nigella* (ranunculaceae)-a taxonomic revision .*plant systematic and +evolution* 142, 71-107.
- [18]. **Al Jassir, S.M. (1992).** Chemical composition and micoflora of black cumin (*Nigella sativa*) seeds growing in Saudi Arabia. *Food Chemistry*, (45): 239-242.
- [19]. **AFNOR, (1985).** Contrôle de la qualité des produits laitiers-analyses physico-chimique, 3<sup>ème</sup> édition.
- [20]. **Fico, G., Bracaa, A., Tomé, Fet Morelli, I. (2001).** A New phenolic compound from *Nigella damascena* seeds. *fitoterapia*, 72:642-463.
- [21]. **Mashhadian, V., akhshandeh, H. (2005).** Antibacterial and antifungal effects of *nigella sativa* extracts against *S. Aureus*, *P. Aeroginosa* and *C. Albicans*. *Pakistan Journal of Medical Sciences*, 21: 147-152.
- [22]. **Mathieu H. (1998).** Modification du lait après récolte. Dans : Lait et produits laitiers.Vaches, brebis, chèvres. Luquet F.M tome 1. Tech. & Doc., Coll. STAA, Lavoisier, Paris.
- [23] **Shaker R R, Lelievre J, Taylor M W, Anderson J A and Gilles J.(1987).** Manufacture, composition and functional properties of Halloumi cheese from bovine milk. *New Zealand Journal of Dairy Science and Technology* 22 181-189.
- [24]. **ALAIS C. et LINDEN G. (1993).** Biochimie alimentaire. Masson ,2<sup>ème</sup> édition paris.
- [25]. **J.O.R.A, (1998).** Journal officiel de la république algérienne n° 35 (arrêté interministériel du 24 janvier 1998 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires).
- [26]. **Ergonul, B., Gunk-Ergonul, P., Seckin, A., (2011).** Chemical and textu-ral attributes of Hellim (Halloumi) cheese marketed in Turkey. *Mljekarstvo* 61, 168–174.
- [27]. **Cuq JL. (2007).** Microbiologie Alimentaire. Edition Sciences et Techniques du Languedoc. Université de Montpellier. pp: 20-25.

- [28]. **Varnam AH et Sutherland P. (2001)**. Milk and Milk Products: Technology, Chemistry, and Microbiology. Volume 1 Food products series. An Aspen Publication. New York. pp: 35-37.
- [29]. **Mietton B., Gaucheron F., and Michel S.F. (2004)**. Pp 471-583. Dans minéraux et produits laitiers de GAUCHERON F. Ed. Lavoisier, Tec et Doc, Paris.905p.
- [30]. **B. ERGÖNÜL Bülent Ergönül, Pelin Günc Ergönül, A. Kemal Seçkin. (2011)**. Chemical and textural attributes of Hellim cheese, *Mljekarstvo* 61 (2), 168-174.
- [31]. **Patapiou, N. Leonardo Donà in Cyprus. (2006)**. A Future Doge in the Karpass Peninsula (1557). *Cyprus Today Q.Cult. Rev. Minist. Educ. Cult*, 44, 3–18.
- [32]. **Osam, N.; Kasapoglu, U.M.(2010)**. Hallumi: The Origin Analysis of a Cultural Entity. *Milli Folklor*, 87, 170–180.
- [33]. **N. B. Elgaml, M.A.M. Moussa and A. E. Saleh. (2017)**. *Dairy Research Department, Animal Production Research Institute, Agriculture Research Centre, Ministry of Agriculture, Cairo, Egypt J. Sus. Agric. Sci. Vol. 43*, No. 2, pp. 77 -87
- [34]. **Papademas, P., & Robinson, R. K. (1998)**. Halloumi cheese: The product and its characteristics. *International Journal of Dairy Technology*. <https://doi.org/10.1111/j.1471-0307.1998.tb02646.x>.
- [35]. **Welz, G. (2015)**. European products: Making and unmaking heritage in Cyprus. Berghahn Books978178238823493–110.
- [36] **ThéodoulouSozos-Christos,(2016)** . Halloumi : la propriété intellectuelle du fromage emblématique de Chypre. *Revue Francophone de la Propriété Intellectuelle*, n° 3.p 101-108.
- [37]. **GASTALDI-BOUABID E. (1994)**. Etude de l'évolution des micelles de caséine au cours de l'acidification : mise en évidence d'un état de transition entre pH 5.5 et pH 5.0 Thèse Doctorat Académie de Montpellier. Université de Montpellier II.
- [38]. **BRULE G., LENOIR J. et RAMET F. (1997)**. Les mécanismes généraux de la transformation du lait en fromage Chapitre 1 : La micelle de caséine et la coagulation du lait. Dans *Le fromage* (coord. ECK A. et GILLIS J.C.) p. 7, 3ème ed. Tec et Doc. Lavoisier.
- [39]. **ALAIS C. et LINDEN G. (1997)**. Abrégé de biochimie alimentaire. 4ième éd. , Masson, 248p.
- [40]. **RAMET J.P. (1997)**. L'égouttage du coagulum. Dans *Le fromage* (Coord. ECK A. et GILLIS J.C.). 3ème édition, Ed. Tec et Doc. Lavoisier. p. 43.



- [41]. **PONCE DE LEON-GONZALEZ L., WENDORFF W. L., INGHAM B. H., JAEGGIVJ. J. and HOUCK K. B. (2000).** Influence of Salting Procedure on the Composition of Muenster-Type Cheese . J Dairy Sci 83:1396–1401.
- [42]. **BENNETT R.J. and JOHNSTON K.A. (2004).** General Aspects of Cheese Technology. Pp 23-50. In Cheese Chemistry, Physics and Microbiology. Volume 2 Major Cheese Groups. Third edition, Ed. P.F. FOX, P.L.H. MCSWEENEY, T M. COGAN and T.P. GUINEE. AMSTERDAM. 434p.
- [43]. **CHOISY C., DESMAZEAUD M., GRIPON J.C., LAMBER G., et LENOIR J. (1997).** Biochimie de l’affinage. Dans Le fromage (Coord. ECK A. et GILLIS J.C.), 3ème ed. Tec et Doc. Lavoisier. pp 89.
- [44]. **FOX P.F., SNIGH T.R. and SWENEY M.C. (1994).** Proteolysis in cheese during ripening. In : Biochemistry of milk products. (ed. FOX P.F.) p. 1-31, The Royal Society of chemistry.
- [45]. **LUQUET F, (1990).** Laits et produits laitiers vache brebis chèvre : les produits laitiers transformation et technologies. Ed 2 tec & doc-Lavoisier.100p.
- [46]. **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.
- [47]. **Afnor, (1985).** Contrôle de la qualité des produits laitiers –Analyses physiques et chimiques, 3ème édition.
- [48]. **Afnor, (1980).** Contrôle de qualité des produits laitiers. Analyses physiques et chimiques, Ed, AFNOR, Paris, 205p.
- [49]. **ANDRADE D, GIL C, BRIETENFELD L, DOMINGUES F ET DUARTE A.P, (2009).**Bioactive extracts from citrus Iadamifer and Arbutus unedo L. Industrial corp and products journal, (30): 165-167.
- [50]. **Fox, P. F., Guinee, T. P., Cogan, T. M., & McSweeney, P. L. H. (2000).** Cheese rheology and texture. Fundamentals of cheese science, 305-340.
- [51]. **Lecoq R, (1965).** Manuel d’analyses alimentaires et d’expertises usuelles. Ed. Doin, Deren et Cie, pp 241-251
- [52]. **Kjeldahl J, (1883).** A new method for the determination of nitrogen in organic matter. Z. Anal. Chem, 22(1), 366-382.

- [53]. **HAMDAOUI M., ISKOUNEN R., (2018).** Préparation et analyse d'un fromage à pâte demi-ferme. Mémoire de Fin de Cycle, Université Bejaia, Algérie.
- [54]. **BUCIC-KOJIC A, PLANINIE M, TOMAS S, BILLIE C ET VELLIE D, (2007).** Study of solid-liquid extraction kinetics of total polyphenols from grape seeds. *Journal of Food Engineering*, 81,236-242.
- [55]. **RIBERAU-GAYON P, (1968).** Notion générales sur les composés phénoliques. In « les composés phénoliques des végétaux ». *Ed Dunod* :1-27.
- [56]. **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.
- [57]. **Achat S., Tomao V., Madani K., Chibane M., Elmaataoui M., Dangles Olivier., Chemat F. (2012).** Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. *Ultrasonics Sonochemistry*, 19: 777–786.
- [58]. **Carole L. Vignola, (2002).** science et technologie du lait : transformation du lait. Presses internationales polytechnique. Canada. 349p.
- [59]. **BERT . (2008)** .La journée annuelle technico-économique des plantes à parfum, aromatiques et médicinales dans le Puy de Dôme.
- [60]. **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.
- [61]. **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.
- [62]. **Talbi H, Boumaza A, El-mostafa K , Talbi J , Hilali1 A. (2015).** Evaluation del'activitéantioxydante et la compositions physico-chimique des extraits méthanoliques et aqueux de la *Nigella sativa* L. *Mater. Environ. Sci.* 6 (4): 1111-1117.
- [63]. **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.
- [64]. **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.

[65]. **Perez M.B., Calderon N.L., Croci C.A. (2007).** Radiation-induced enhancement of antioxidant activity in extracts of rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.). *Food Chem.* **104**: 585-592.

[66]. **Zeghad-N, (2018).** Evaluation de l'activité antibactérienne de deux plantes médicinales, *Thymus vulgaris* et *Rosmarinus officinalis*. ISBN 10: 6131592977 / ISBN 13: 9786131592973. Published by Omniscryptum, France, 2018

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

[68]. **Jolliffe I.T, (2002).** Principal Component Analysis, 2 Ed. Springer, New York, p. 13-18.

[69]. **Apostolidis, E., Kwon, YI., Shetty, K.(2006).** Inhibitory potentiel of herb, fruit and fungalenrichedcheeseagainst key enzymes linked to type 02 diabetes and hypertontion.N°1, Pp 46-54.Disponible sur [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)

[70]. **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*

[71]. **Rawel H. M., Meidtner K., Kroll J. (2005).** Binding of selected phenolic compounds to proteins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53 (10) : 4228-4235.

[72]. **Périnel, E., &Pagès, J. (2004, 15(5)).** Optimal nested cross-over designs in sensoryanalysis.

[73]. **Mehyar GF, Al Nabulsi AA, Saleh M, Olaimat AN, Holley RA. (2018) :** 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. *J Food Process Preserv.*;42:e13324. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13324>

# **Annexes**

## ANNEXE I : Sondage d'analyse sensorielle du fromage Halloumi

Nom et prénom : .....

Date : .....

Sexe : .....

Age : .....

Poste : .....

Trois échantillons de fromage Halloumi non cuits vous sont présentés, il vous est demandé d'évaluer différentes caractéristiques et d'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 401	Echantillon 402	Echantillon 403	Echantillon 404

### 2. Odeur : (sans goûter le fromage)

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

Echantillon 401	Echantillon 402	Echantillon 403	Echantillon 404

### 3. Salinité :

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

Echantillon 401	Echantillon 402	Echantillon 403	Echantillon 404

### 4. Intensité de l'arôme :(après avoir goûté le fromage)

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

Echantillon 401	Echantillon 402	Echantillon 403	Echantillon 404

### 5. Dureté :

1. Très tendre 2. Tendre 3. Moyenne (ni tendre ni dure) 4. Faiblement dure 5. Très dure

Echantillon 401	Echantillon 402	Echantillon 403	Echantillon 404

## 6. Elasticité :

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

Echantillon 401	Echantillon 402	Echantillon 403	Echantillon 404

## 7. Texture en bouche :

1. Très granuleuse 2.Granuleuse 3.moyenne 4. Lisse 5.Trés lisse

Echantillon 401	Echantillon 402	Echantillon 403	Echantillon 404

## 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 401	Echantillon 402	Echantillon 403	Echantillon 404

## ANNEXE II : Sondage d'analyse hédonique du fromage Halloumi

Nom et prénom :.....

Date :.....

Sexe :..... Age :.....

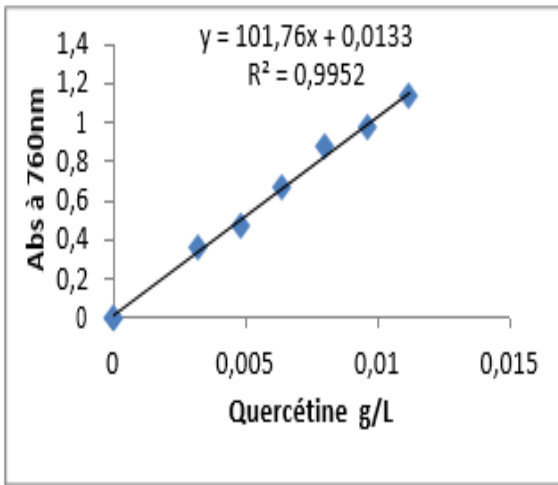
Poste :.....

Quatre échantillons du fromage Halloumi cuits vous sont présentés, il vous est demandé de les déguster et d'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 :

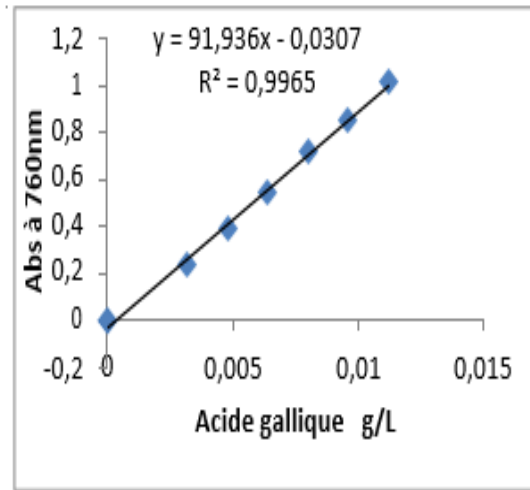
- 1 : Extrêmement désagréable
- 2 : Très désagréable
- 3 : Assez désagréable
- 4 : Désagréable
- 5 : Ni agréable ni désagréable
- 6 : Assez agréable
- 7 : Agréable
- 8 : Très agréable
- 9 : Extrêmement agréable

Echantillon 401	Echantillon 402	Echantillon 403	Echantillon 404

### ANNEXE III : Courbes d'étalonnages

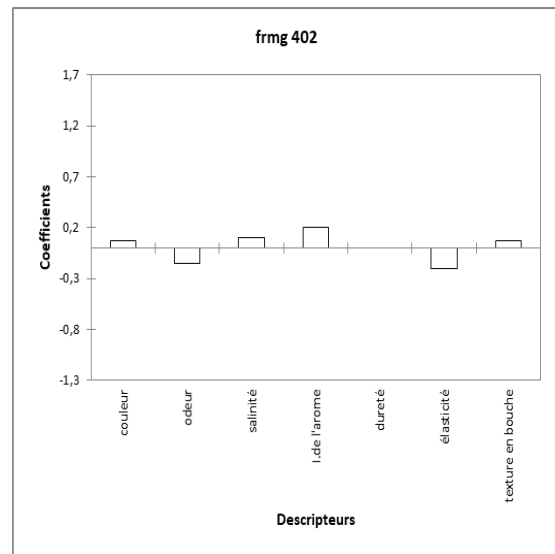
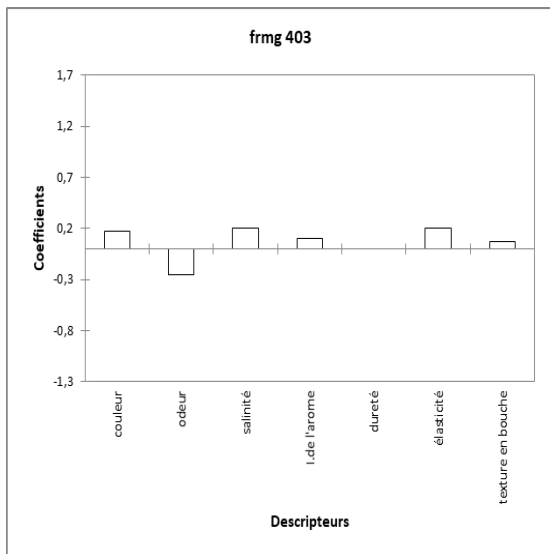


Courbe d'étalonnage Quercétine.



Courbe d'étalonnage Acide gallique.

### ANNEXE IV : Coefficients des modèles





### ANNEXE V : 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(Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ) 29 % -trichlorure d'Aluminium(AlCl <sub>3</sub> ) -Acide gallique -Quercétine -DPPH -ABTS -Ferrocyanure de k <sup>+</sup> 15% -Acétate de zinc 30% -HCl 83g /L -Na <sub>2</sub> Co 3 -Liqueur de Fehling A -Liqueur de Fehling B -HCl6N -Chromate de k <sup>+</sup> 5% -AgNo <sub>3</sub> 0,1 N -Gélose Baird Parker -VRBL -OGA -PCA

### ANNEXE VI : Effet des facteurs

Variance de la salinité et le manque d'ajustement.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	9	5.431667	0.603519	1.1458	/
Résidus	140	73.741667	0.526726	/	/
Total	149	79.173333		0.3349	/

Variance de la dureté et le manque d'ajustement.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	9	1.818333	0.202037	0.381	/
Résidus	140	74.241667	0.530298	/	/
Total	149	76.06		0.9426	/

Variance de l'élasticité le manque d'ajustement.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	9	2.718333	0.302037	0.4691	/
Résidus	140	90.141667	0.643869	/	/
Total	149	92.86		0.8933	/

Variance de la texture en bouche et le manque d'ajustement.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	9	6.15167	0.683519	0.9642	/
Résidus	140	99.24167	0.708869	/	/
Total	149	105.39333		0.4723	/

Variance de l'intensité de l'arôme et le manque d'ajustement.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	9	11.85167	1.31685	1.6693	/
Résidus	140	110.44167	0.78887	/	/
Total	149	122.29333		0.1018	/

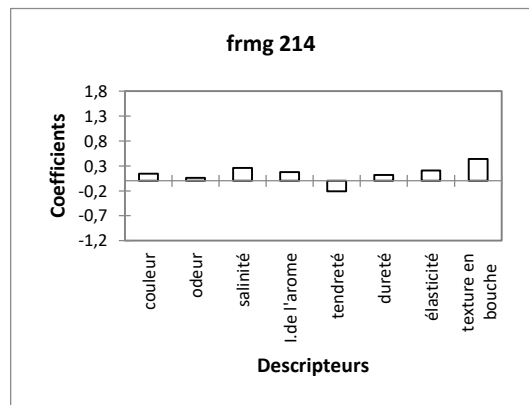
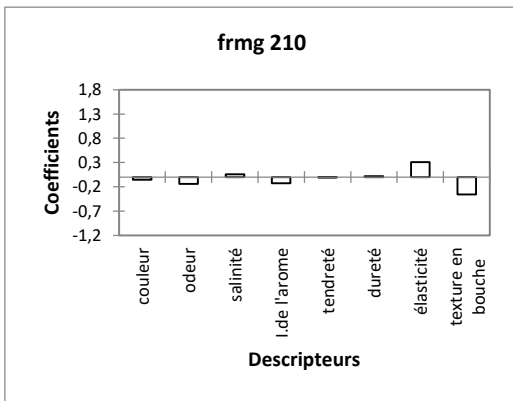
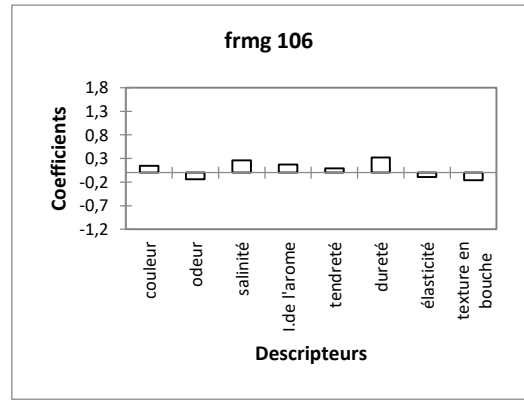
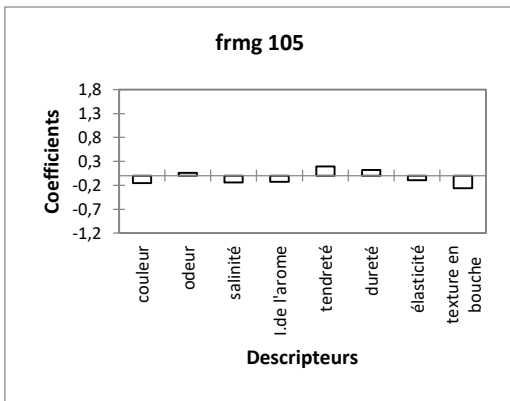
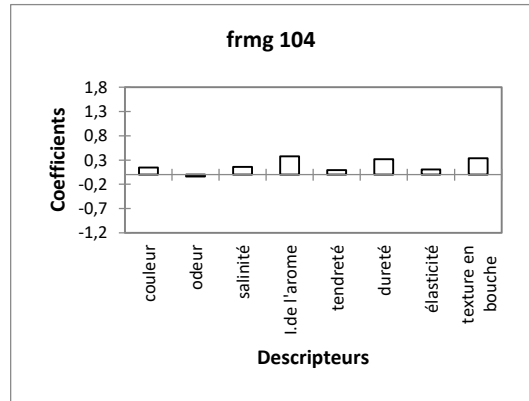
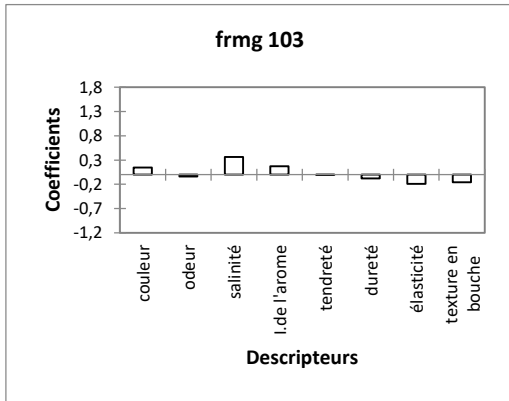
Variance de la préférence et le manque d'ajustement.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	9	11.19	1.24333	1.8256	/
Résidus	140	95.35	0.68107	/	/
Total	149	106.54		0.0686	/

Variance du rendement et le manque d'ajustement.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré des moyennes	Rapport F	Prob. > F
Modèle	9	8.01833	0.890926	1.1239	/
Résidus	140	110.975	0.792679	/	/
Total	149	118.99333		0.3498	/

## ANNEXE VII : Caractérisation des produits du plan



## Résumé

Le présent travail a été entrepris dans le but d'élaborer le fromage Halloumi qui est un fromage semi 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 404 à base de 80% lait de vache 20% de lait de chèvre et 60g poudre de lait, Fromage (401, 402, 403) fabrique avec un mélange de 40% de lait de vache, 60% lait de chèvre et 80g poudre de lait, enrichie avec graines de nigelle de déférente concentration.

Des analyses phytochimiques ont été effectuées sur les extraits des graines de nigelle et des fromages, les résultats obtenus confirment que ces graines sont assez riches en composés phénoliques et ont une activité antioxydant assez importante par rapport à la valeur ajouté aux fromages enrichis.

Les résultats des analyses physico-chimiques des fromages élaborés montrent qu'ils sont une bonne source de protéines (39 à 47%), assez riches en matière grasse (13 à 20%), 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 404 est plus apprécié, suite à son odeur.

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

## Abstract

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

Four types of Halloumi cheese were prepared: Cheese 404 based on 80% cow's milk 20% goat's milk and 60g milk powder, Cheese (401, 402, 403) made with a mixture of 40% cow's milk, 60% goat's milk and 80g milk powder, enriched with nigella seeds of high concentration.

Phytochemical analyses were carried out on the extracts of nigella seeds and cheeses, the results obtained confirm that these seeds are quite rich in phenolic compounds and have a significant antioxidant activity compared to the value added to enriched cheeses.

The results of the physico-chemical analysis of the elaborated cheeses show that they are a good source of proteins (39 to 47%), quite rich in fat (13 to 20%), are not rich in sugar (0,8%). On the other hand, the salt content is quite high (4.4 to 5.2%).

The results of the microbiological analyses show that these cheeses have a good microbiological quality. The results of the sensory evaluation show that the cheese 404 is more appreciated, due to its smell.

**Key words:** Halloumi cheese, *Nigella Sativa L.*, *Nigella damascena*, antioxidant activity, microbiological quality, physicochemical quality, sensory evaluation.