



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

Université de Larbi Tébessi –Tébessa

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

Département : Biologie Appliquée



MEMOIRE DE MASTER

Domaine: Science de la nature et de la vie

Filière: sciences biologiques

Option: Qualité des produits et sécurité alimentaire

Thème:

Utilisation de l'huile essentielle de *thymus* comme agent conservateur et aromatique dans la fabrication de *Djben*

Présenté par:

Belhani Naouel
Douh Sara Mouna

Devant le jury:

| | | | |
|--------------|---------------------|-----|-----------------------|
| Président : | Khalida Benhamlaoui | MAA | Université de Tébessa |
| Rapporteur : | Fatima Boukezoula | MAA | Université de Tébessa |
| Examineur : | Sawsan Smaali | MAA | Université de Tébessa |

Date de soutenance: le 29/05/2016

Note : Mention :

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو الكشف عن دور الزيت الاساسي للزعر كعامل حافظ و منكه في الجبن الزيت الاساسي ل (*thymus numidicus*) اضيف بتركيز 1مل/كغ و 1.5مل/كغ للجبن المصنوع من حليب الماعز و تم تقييم تأثيره من خلال مراقبة المؤشرات الفيزيوكيميائية و الميكروبيولوجية لمدة 16 يوم.

النتائج الميكروبيولوجية اثبتت ان اضافة الزيت الاساسي (*thymus numidicus*) للجبن له تأثير طفيف على (FTAM)، وتأثير متوسط على (coliformes totaux) لكن خفضت بشكل كبير من عدد (coliformes fécaux) كما لها تأثير ملحوظ على الخمائر و الفطريات و منه فالزيت الاساسي للزعر من نوع (*thymus numidicus*) له دور قيم تمديد مدة استهلاك الجبن حتى عشرة ايام و تشير نتائج تقييم الاستقرار التاكسدي بواسطة اختبار Schaal ان الجرعات المستخدمة نشطة ضد اكسدة الدهون ومع ذلك فان تأثير التركيز غير حاسم (ع >0.05). اما نتائج التدوق اسفرت عن اختلافات كبيرة في وجهات النظر من حيث النكهة.

الكلمات المفتاحية : *thymus numidicus* ، زيت اساسي ، جبن ، فعالية مضادة للاكسدة ، فعالية مضادة للبكتيريا.

Abstract

The aim of our study is to highlighting the conservative and aromatization role of the essential oil of *thymus numidicus* on the Djben.

Two concentrations of the EO of *thymus numidicus* equal to 1ml/kg and 1.5 ml /kg have been incorporated to the Djben who has made from goat milk. The effect of the EO has been evaluated by following the evolution of the physicochemical and microbiological parameters during 16 days of storage.

The results of the hygiene quality of the cheese showed that the addition of essential oils of *thymus numidicus* to the Djben has a slight effect on bacterial flora (TAMF), a medium effect on total Coliforms but reduced significantly the number of fecal Coliforms and also of yeasts and molds. The Eos of *thymus numidicus* been able to play the role of curator of Djben for the concentrations of 1 ml/Kg and 1.5 ml/Kg, and they were able to extend the cheese shelf life respectively to seven and ten days, comparing to the unincorporated Djben where was only for four days.

The results of the evaluation of oxidative stability by Schaal test indicate that the two used doses were found to be active against lipid oxidation. However, the effect of the concentration is determinant ($p < 0.05$).

Sensorically, incorporation of essential oil of thyme in Djben with concentrations of 1 ml / kg and 1.5ml /kg, has resulted in significant differences in flavoring perspective and gave products classified differently with the witness.

Keywords: Thymus numidicus, essential oil, Jben, antimicrobial, antioxidant, flavoring.

Résumé

L'objectif de notre étude est de mettre en évidence le rôle conservateur et aromatisant de l'huile essentielle de *thymus numidicus* sur le *Djben*.

L'HE de *thymus numidicus* a été incorporé aux concentrations de 1ml/kg et 1,5ml/kg aux *Djben* fabriqué à base de lait de chèvre. Son effet a été évalué par le suivi de l'évolution des paramètres physicochimiques et microbiologiques pendant 16 jours de stockage.

Les résultats de la qualité hygiénique des fromages élaborés ont montré que l'ajout des huiles essentielles de *thymus numidicus* au *Djben* présente un effet léger sur la flore bactérienne (FTAM), un effet moyen sur les coliformes totaux mais réduit notablement le nombre de coliformes fécaux et celui des levures et moisissures. Les HES de *thymus numidicus* ont pu jouer le rôle d'un conservateur dans le *Djben* à des concentrations de 1ml/kg et 1.5ml/kg, et elles ont pu prolonger la date de consommation du fromage à sept et dix jours respectivement. La date limite du *Djben* non incorporé étant de quatre jours seulement.

Les résultats de l'évaluation de la stabilité oxydative par le test de Schaal indiquent que les deux doses utilisées se sont révélées actives contre l'oxydation des lipides. Cependant, l'effet de la concentration reste déterminant ($p < 0.05$).

Sur le plan sensoriel, l'incorporation de l'huile essentielle de thym dans le *Djben*, pour des concentrations de 1ml/kg et 1.5ml/kg, a entraîné des différences significatives de point de vue aromatisation, et a donné des produits classés différemment avec le témoin.

Mots clés : *Thymus numidicus*, huile essentielle, *Djben*, effet antimicrobien, antioxydant, aromatisation.

Remerciement

Avant tout nous remercions "Allah" tout puissant qui nous a donné le courage, la volonté et la force pour accomplir ce modeste travail. Merci de nous avoir éclairé le chemin de la réussite.

*Nous remercions notre promotrice **Mme. Boukezoula Fatima**, pour l'honneur qu'elle nous a fait en dirigeant ce travail, nous la remercions pour son aide et ses conseils judicieux, et sa patience durant la réalisation du présent travail*

✚ Nous tenons à remercier les membres du jury :

*A **Mme Benhamlaoui khalida**, D'avoir accepté de présider ce jury.*

*A **Mme Smaali Sawsan** , qui nous a honoré de bien vouloir examiner ce travail*

✚ A l'ensemble du personnel des laboratoires pédagogiques.

✚ Nos remerciements vont également aux enseignants qui nous ont accompagné pendant nos cursus universitaire.

✚ Nos très spéciaux remerciements reviennent à la famille et les amis pour leurs encouragements et leur compréhension.

✚ Enfin Nous adressons nos sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail

A vous tous, un grand Merci.

Table des matières

ملخص

Abstract

Résumé

Dédicaces

Remerciements

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction

Partie bibliographique

Chapitre I : Le fromage..... 03

I.1. Historique et origine des fromages..... 03

I.2. Définition du fromage 03

I.3. Méthode générale de fabrication du fromage..... 03

I.3.1. La coagulation..... 04

I.3.1.1. La coagulation par voie enzymatique 04

I.3.1.1.1. Les enzymes d'origine animale 05

I.3.1.1.2. Les enzymes d'origine végétale..... 06

I.3.1.1.3. Les enzymes d'origine microbienne..... 06

I.3.1.2. La coagulation par voie acide 07

I.3.1.3. La coagulation mixte 08

I.3.1.4. Caractéristiques des différents gels obtenus 08

| | |
|---|-----------|
| I.3.2. Egouttage..... | 10 |
| I.3.2.1. Egouttage de coagulum acide | 10 |
| I.3.2.2. Egouttage de coagulum enzymatique | 10 |
| I.3.3. Salage..... | 10 |
| I.3.4. Affinage..... | 11 |
| I.4. Classification des fromages | 12 |
| I.5. Le <i>Djben</i> | 14 |
| I.5.1. Le lait de chèvre..... | 14 |
| I.5.1.1. Les matières protéique | 14 |
| I.5.1.2. Les matières grasses..... | 16 |
| I.5.1.3. Le lactose..... | 18 |
| I.5.1.4. Les matières minérales..... | 19 |
| I.5.1.5. Caractéristiques nutritionnelles..... | 19 |
| I.5.2. La fabrication du <i>Djben</i> | 21 |
| 5.2.1. Définition du <i>Djben</i> | 21 |
| I.5.2.2. Les étapes de fabrication du <i>Djben</i> | 21 |
| Chapitre II : Les additifs alimentaires..... | 24 |
| II.1. Définition..... | 24 |
| II.1.1. Classification des additifs alimentaires..... | 24 |
| II.1.2. Les catégories d'additifs alimentaires | 25 |
| II.2. Les arômes..... | 25 |
| II.2.1. Définition..... | 25 |
| II.2.2. Les agents d'aromatisation..... | 26 |
| II.2.2.1. Préparation aromatisantes..... | 26 |
| II.2.2.2. Substances aromatisantes naturelles..... | 26 |
| II.2.2.3. Substances aromatisantes identiques aux naturelles..... | 26 |
| II.2.2.4. Substances aromatisantes artificielles..... | 26 |

| | |
|--|----|
| II.2.2.5. Aromes de transformation..... | 27 |
| II.2.2.6. Aromes de fumée..... | 27 |
| II.3. Les conservateurs..... | 27 |
| II.3.1. Définition..... | 27 |
| II.3.2. Les types des conservateurs..... | 28 |
| II.3.2.1. Les conservateurs organiques..... | 28 |
| II.3.2.2. Les conservateurs minéraux..... | 28 |
| II.4. Les antioxydants | 28 |
| II.4.1 Définition..... | 28 |
| II.4.2. Principaux antioxydants primaires | 29 |
| II.4.2.1. Antioxydant d'origine naturelle..... | 29 |
| II.4.2.2. Antioxydant d'origine synthétique..... | 29 |

Chapitre III : l'huile essentielle du *thymus*

| | |
|---|----|
| III.1. Généralité sur le <i>Thym</i> | 30 |
| III.1.1. Description de l'arbre..... | 30 |
| III.1.2. Description de l'espèce <i>Thymus Numidicus Poiret</i> | 30 |
| III.1.3. Classification botanique..... | 30 |
| III.1.4. Composition de la plante..... | 31 |
| III.2. Huile essentielle de <i>Thymus</i> | 32 |
| III.2.1. Définition..... | 32 |
| III.2.2. Rôle physiologique | 32 |
| III.2.3. Localisation et lieu de biosynthèse..... | 33 |
| III.2.4. Composition chimique de l'huile essentielle..... | 35 |
| III.2.5. Facteurs de variabilité des huiles essentielles..... | 36 |
| III.2.5.1. Paramètres intrinsèques | 36 |
| III.2.5.1.1. Existence des chimotypes..... | 36 |
| III.2.5.1.2. Influence de l'âge et du cycle végétatif..... | 36 |

| | |
|--|----|
| III.2.5.1.3. Influence des paramètres écologiques..... | 36 |
| III.2.5.2. Paramètres extrinsèques..... | 36 |
| III.2.6. La production mondiale de <i>thymus</i> et sa distribution géographique en Algérie.. | 37 |
| III.3. Extraction des huiles essentielle..... | 38 |
| III.3.1 Extraction par pression à froid..... | 38 |
| III.3.2. Extraction par hydrodistillation..... | 38 |
| III.3.3. Extraction par Entrainement à la vapeur d'eau | 38 |
| III.3.4. Extraction par les solvants organiques..... | 39 |
| III.3.5. Extraction par le CO ₂ | 39 |
| III.4. Toxicité de l'huile essentielle de <i>thym</i> | 40 |
| III.5. Domaine d'application de l'huile essentielle de <i>thym</i> | 40 |
| III.6. Activités biologiques des huiles essentielles..... | 41 |
| III.6.1. Activité antioxydant de l'huile essentielle..... | 41 |
| III.6.1.1. Définition de l'activité antioxydante | 41 |
| III.6.1.2. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle Sur les aliment..... | 41 |
| III.6.1.2.1. Méthode du piégeage du radical libre DPPH | 41 |
| III.6.1.2.2. Test de blanchissement du β -carotène | 42 |
| III.7. Activité antimicrobienne..... | 43 |
| III.7.1. Mécanisme d'action antimicrobienne des huiles essentielles..... | 43 |
| III.7.2. Méthodes de détermination de l'activité antibactérienne | 44 |
| III.7.2.1. Aromatogramme..... | 44 |
| III.7.2.2. Méthode de diffusion en puits | 45 |
| III.7.2.3. Méthode de microatmosphère | 45 |
| III.7.2.4. Détermination de l'effet bactériostatique ou bactéricide..... | 46 |
| III.8. Facteurs influençant l'activité antimicrobienne des huiles essentielles..... | 47 |

Partie expérimentale

Matériel et méthodes

| | |
|--|----|
| 1. Extraction des huiles essentielles..... | 49 |
| 1.1. Matériel végétal..... | 49 |
| 1.2. L'extraction de l'huile essentielle..... | 50 |
| 1.3. Calcul du rendement d'extraction..... | 50 |
| 2. Fabrication du <i>Djben</i> incorporé de l'huile essentielle..... | 51 |
| 2.1. Fabrication du <i>Djben</i> | 51 |
| 2.2. Incorporation de l'huile essentielle au <i>Djben</i> | 51 |
| 3. Détermination de l'effet de l'incorporation de l'HE..... | 53 |
| 3.1. Analyses physicochimiques..... | 53 |
| 3.1.1. Mesure de PH..... | 53 |
| 3.1.2. Détermination du taux de cendres..... | 53 |
| 3.1.3. Détermination de l'extrait sec..... | 54 |
| 3.1.4. Détermination de la teneur en matière grasse | 54 |
| 3.2. Analyses microbiologiques..... | 56 |
| 3.2.1. Les FTAM..... | 56 |
| 3.2.2. Les coliformes..... | 56 |
| 3.2.3. Les Staphylocoques | 56 |
| 3.2.4. Les Salmonelles..... | 57 |
| 3.2.5. Levures et Moisissures..... | 57 |
| 3.2.6. Clostridium sulfiteoréducteurs..... | 58 |
| 3.3. Evaluation de la stabilité oxydatives du <i>Djben</i> | 58 |
| 3.3.1. Test de Schaal..... | 58 |
| 3.3.2. Test des substances réactives à l'acide thiobarbiturique (TBARS)..... | 58 |
| 3.4. Estimation du shelf life de fromage frais | 61 |
| 3.5. Analyse sensorielle..... | 61 |
| 3.5.1. Panel..... | 61 |

| | |
|---|----|
| 3.5.2. Test hédonique..... | 61 |
| 3.5.3. Test de classement par rang..... | 62 |
| 3.6. Analyses statistiques..... | 63 |

Résultats et discussion

| | |
|---|----|
| 1. Extraction de l'huile essentielle de <i>Thym</i> | 64 |
| 1.1. Le rendement en huile essentielle de <i>thym</i> | 64 |
| 2. Caractérisation du lait de chèvre | 65 |
| 2.1. Caractéristiques physicochimiques | 65 |
| 2.1.1. Le pH | 65 |
| 2.1.2. Matière grasse et l'extrait sec | 66 |
| 2.1.3. Les cendre | 66 |
| 2.2. Caractéristiques microbiologique..... | 67 |
| 2.2.1. Les FTAM..... | 68 |
| 2.2.2. Les coliformes totaux..... | 68 |
| 2.2.3. Les coliformes fécaux..... | 68 |
| 2.2.4. Les <i>Staphylococcus aureus</i> | 68 |
| 2.2.5. Les <i>Salmonella</i> | 69 |
| 2.2.6. Les <i>Clostridium sulfito-réducteurs</i> | 69 |
| 2.2.7. Levures / Moisissures..... | 69 |
| 3. Caractérisation du <i>Djben</i> | 70 |
| 3.1. Caractérisations physicochimiques | 70 |
| 3.1.1. Le pH | 70 |
| 3.1.2. Matière grasse | 70 |
| 3.1.3. L'extrait sec total..... | 71 |
| 3.1.4. Le taux de cendre | 71 |
| 3.2. Caractérisations microbiologiques | 71 |

| | |
|---|----|
| 3.2.1. Les FTAM..... | 72 |
| 3.2.2. Les coliformes totaux..... | 72 |
| 3.2.3. Les coliformes fécaux..... | 72 |
| 3.2.4. Les <i>Staphylococcus aureus</i> | 72 |
| 3.2.5. Les <i>Salmonelles</i> | 73 |
| 3.2.6. Levures / Moisissures..... | 73 |
| 5. Effet de l’incorporation de l’HE de thym au <i>Djben</i> | 74 |
| 5.1. Effet antimicrobien..... | 74 |
| 5.1.1. Les FTAM..... | 74 |
| 5.1.2. Les coliformes totaux..... | 75 |
| 5.1.3. Les coliformes fécaux..... | 75 |
| 5.1.4. Les levures et moisissures..... | 76 |
| 5.1.5. Les staphylocoques et salmonelles | 77 |
| 5.2. Stabilité oxydative des <i>Djben</i> élaborés | 78 |
| 5.4. Analyse sensorielle..... | 80 |
| 5.4.1. Test hédonique | 80 |
| 5.4.2. Test de classement par rang..... | 81 |

Liste des tableaux

| Tableau N° | Titre | Page |
|------------|--|------|
| 1 | Comparaison entre un caillé lactique et un caillé présure | 09 |
| 2 | Classification du fromage selon le codex alimentaire | 12 |
| 3 | Classification des différents types de fromage et micro-organismes utilisées dans leurs fabrications | 13 |
| 4 | Composition comparée des laits de vache et de chèvre | 15 |
| 5 | Classification des additifs alimentaires selon l'Union e | 25 |
| 6 | La classification de thymus | 31 |
| 7 | Les composants majoritaires de l'huile essentielle de <i>T. numidicus</i> | 35 |
| 8 | Localisation des principales espèces du thym en Algérie | 37 |
| 9 | Les principales caractéristiques physicochimiques du lait de chèvre étudié. | 62 |
| 10 | Résultats d'analyses microbiologiques du lait de chèvre | 64 |
| 11 | La composition moyenne du <i>Djben</i> fabriqué | 67 |
| 12 | Caractéristiques microbiologiques du <i>Djben</i> | 68 |
| 13 | Analyse de variance de test hédonique (Analyse sensorielle du <i>Djben</i>) | 76 |
| 14 | Epreuve de classement des trois fromages (témoin et les deux doses incorporées). | 77 |

Liste des figures

| Figure N° | Titre | Page |
|------------------|---|-------------|
| 01 | Caillette chez un ruminant jeune | 05 |
| 02 | Aperçu générale des réactions biochimiques pendant l'affinage des fromages | 11 |
| 03 | Répartition des fractions azotées du lait de chèvre | 16 |
| 04 | Liste des acides gras composant les triglycérides du lait de chèvre | 17 |
| 05 | Structure du lactose et résultat de son hydrolyse | 18 |
| 06 | Schéma des méthodes de fabrication des principaux produits laitiers algérien | 23 |
| 07 | Schéma des poils sécréteurs des <i>Labiées</i> | 34 |
| 08 | Réaction du DPPH avec un antioxydant | 42 |
| 09 | Structure de β -carotène | 42 |
| 10 | Sites d'action des huiles essentielles sur la cellule bactérienne | 44 |
| 11 | Illustration de la méthode d'aromatogramme | 45 |
| 12 | Illustration de la méthode de microatmosphère | 46 |
| 13 | Illustration de la plante de thym | 49 |
| 14 | Montage de l'hydrodistillateur de type Clevenger | 50 |
| 15 | Schéma de fabrication du Djben | 52 |
| 16 | Détermination de la matière grasse du lait (La méthode de Rose de Gothlieb) | 55 |
| 17 | Détermination de la matière grasse du Djben (La méthode de Soxhlet). | 55 |
| 18 | Schéma de test à l'acide thiobarbiturique | 60 |
| 19 | Evolution du nombre de FTAM pendant la durée de stockage | 71 |
| 20 | Evolution du nombre de coliformes totaux pendant la durée de stockage | 72 |
| 21 | Evolution du nombre de coliformes fécaux pendant la durée de stockage | 73 |
| 22 | Evolution du nombre de levures et moisissures pendant la durée de stockage | 73 |
| 23 | Variation de la teneur en MDA de trois échantillons du Djben en fonction du temps de stockage à une température de 63°C | 75 |

Liste des abréviations

| | |
|-----------------------|--|
| AFNOR | Association française de normalisation |
| AG | Acide Gras |
| ANOVA | Analyse de la variance |
| Aw | Activité d'eau |
| BP | Baird Parker |
| C° | Degré Celsius |
| Ca | Calcium |
| CM | Carré Moyenne |
| CMI | Concentration minimale inhibitrice |
| CMB | Concentration minimale bactéricide |
| CO₂ | Dioxyde de carbone |
| DPPH° | 2,2-Diphenyl-1-Picryl Hydrazyl |
| EST | Extrait sec total |
| FAO | Food and agriculture organization |
| FTAM | Flore totale aérobie mésophile |
| G | Gramme |
| G/S | Taux gras sur Extrait sec |
| H | Heure |
| HE | Huile essentielle |
| ISO | International Organization for Standardization |
| L | Litre |
| MAT | Matière Azoté Total |
| MDA | Malondialdéhyde |
| Met | Methionine |
| MGES | Matière grasse dans l'extrait sec |
| MG | Matière grasse |
| ml | Mililitre |
| mn | Minute |
| P | Phosphore |
| PCA | Plate Count Agar |
| PH | potential d'hydrogène |

| | |
|--------------|---|
| Phe | Phénylalanine |
| SC | Somme Carré |
| SS | <i>Salmonelle- Schigella</i> |
| T | <i>Thymus</i> |
| TB | Taux Butyreux |
| TBA | Acide Thiobarbiturique |
| TBARS | Thiobarbituric acid reactive substances |
| TCA | Acide Trichloracétique |
| TEFD | Teneur en eau dans le fromage dégraissé |
| TP | Taux protéique |
| TSC | Tryptone Sulfite à cyclosérine |
| UFC | Unité Format Colonie |
| VRBL | biliée lactosée au rouge neutre et violet cristal |

Liste des Annexes

Introduction

Introduction

De nombreuses variétés de fromage sont bien connues dans le monde entier.

En fait, la préparation d'un fromage artisanal connue sous le nom de «*Djben* » reconstitue une technologie originale spécifique de certaines régions Algériennes. Or cette pratique traditionnelle faisant partie du patrimoine culinaire du pays est en train de se perdre et mériterait d'être étudiée en vue d'une meilleure adaptation au marché et au consommateur d'aujourd'hui.

Ce type de fromage est estimé par les consommateurs et pourrait être promu à l'échelle nationale et internationale, si il sera fabriquée à grande échelle en respectant ses caractéristiques, car il a un goût légèrement acide et des propriétés organoleptiques agréables (MENNANE *et al*, 2007). Par sa composition et ses propriétés physico-chimiques, il est considéré comme un aliment très vulnérable à l'action d'oxydation lipidique et à l'altération autolytique (enzymatique et microbienne). Ceci rend sa vie utile très courte (HAMAMA, 1997).

Pour lutter contre la dégradation des aliments, les industriels recourent le plus souvent aux antioxydants synthétiques. Les plus utilisés parmi ces derniers sont le butylhydroxyanisol (BHA) et le butylhydroxytoluène (BHT) (HINNEBURG *et al*, 2006).

Malheureusement, la nocivité de ces conservateurs sur la santé humaine est toujours redoutée dans le cas d'une utilisation chroniques (MARTINEZ-TOME *et al*, 2001).

C'est pourquoi, les scientifiques investiguent actuellement la possibilité le créneau des conservateurs naturels des aliments, en exploitant l'activité antioxydante et antibactérienne des plantes.

L'utilisation des substances d'origine naturelle comme bioconservateur est de plus en plus apprécié par les consommateurs comme alternative aux produits chimiques hautement dangereux pour la santé humaine (VIVEK *et al*, 2012). L'utilisation des HES dans ce sens a fait l'objet d'une centaine de travaux de recherche qui démontre leur efficacité au niveau des aliments aussi bien pour la prolongation du "shelf life" que pour l'aromatisation (BOUHDID *et al*, 2006 ; IMELLOUANE *et al*, 2009).

L'Algérie est riche en différentes plantes médicinales qui sont sources des HEs utilisables à des fins thérapeutiques et peuvent être valorisées dans le domaine de la conservation des aliments.

C'est dans cette optique que s'articule la présente étude, dont les principaux objectifs visent :

- La valorisation d'une plante médicinale largement répandue dans tout le territoire Algérien, le thym, par extraction de ses HEs à partir de l'espèce *thymus numidicus*,
- L'évaluation de l'activité antibactérienne, antioxydante et le rôle aromatisant des HEs extraites sur une matrice alimentaire d'origine animale (*le Djben*).

Notre travail de recherche est divisé en deux parties, la première est consacrée à une synthèse bibliographique, la deuxième partie, nous avons adopté une démarche expérimentale qui porte sur la description des matériels et méthodes utilisés, ainsi qu'une analyse détaillée des résultats et leur discussion.

Etude bibliographique



Chapitre 1



Le fromage

I.1. Historique et origine des fromages

D'après **Fox et Mc Sweeney (2004)** la découverte du fromage fut probablement le fait du hasard, on n'en connaît pas l'origine précise, mais on sait grâce à des découvertes archéologiques qu'il se fabrique du fromage depuis les origines de l'élevage, il y a environ huit mille ans, dans le Croissant Fertile. L'homme s'aperçut que le lait qu'il entreposait coagulait et, qu'une fois séparé de son sérum, le coagulum devenait une masse compacte qui pouvait sécher, et donc se conserver et être transportée. L'acidification spontanée à l'origine de la coagulation entraînant du fait de sa lenteur une remontée de la crème à la surface, les laits fermentés, le petit lait aigre, et le beurre furent sans doute les premiers produits laitiers. Les laits de brebis et de chèvre furent apparemment les premiers laits transformés, les ovins et les caprins ayant été les premiers animaux domestiqués.

I.2. Définition du fromage

Le fromage est le produit affiné ou non affiné, de consistance molle ou semi-dure, dure ou extra-dure qui peut être enrobé et dans lequel le rapport protéines de lactosérum/caséine ne dépasse pas celui du lait (**REFERENCES CODE ALIMENTARIUS / CODEX STAN 283-1978**).

Le fromage est le produit obtenu par coagulation du lait suivie d'un égouttage du coagulum dont les qualités nutritionnelles et organoleptiques sont appréciées par l'homme dans tout le globe. La définition « fromage » est réservée au produit fermenté ou non, affiné ou non, obtenu à partir des matières d'origines exclusivement laitières (lait, lait partiellement ou totalement écrémé, babeurre) utilisées seules ou en mélange et coagulées en tout ou en partie avant égouttage. (**Jeantet et al. 2006 ; St-Gelait et al. 2002**).

I.3. Méthode générale de fabrication du fromage

Selon **BRULE et al. (1997)**, la transformation du lait en fromage comporte quatre étapes principales, ces dernières peuvent être précédés par une opération de standardisation du lait, qui comprend l'ajustement du pH d'emprésurage pour faciliter la coagulation du lait, l'ajout de minéraux, la réduction de la teneur en lactose, l'ajustement de la teneur en matière grasse et ou en protéines (**VIGNOLA, 2002**), parce que les laits n'ont pas la même aptitude à la transformation fromagères, ils présentent un certain nombre de caractéristiques différentes qui conditionnent leur aptitude à la déstabilisation, nécessaire

pour passer de l'état liquide à l'état solide ainsi que les propriétés des coagulums (JEANTET *et al.*, 2006).

La transformation du lait en fromage comporte en générale quatre étapes (Brule *et al.*, 1997) :

- La coagulation: modification physico- chimique entraînant la formation d'un gel sous l'action d'acide lactique et/ou enzymes ;
- L'égouttage: séparation d'une partie de lactosérum conduit à l'obtention du caillé ;
- Le salage: incorporation du sel ;
- L'affinage: transformation biochimique du caillé sous l'action des enzymes.

I.3.1. La coagulation

La coagulation du lait correspond à une déstabilisation de l'état micellaire originel de la caséine du lait. Dans la pratique, cette déstabilisation est réalisée de deux manières :

- Par voie enzymatique à l'aide d'enzymes coagulantes, en particulier la présure ;
- Par voie fermentaire à l'aide de bactéries productrices d'acide lactique (bactéries lactiques contaminant à l'état naturel le lait ou apportées sous forme de levains). Les mécanismes d'action de ces deux agents coagulants au niveau de la micelle sont très différents. Bien qu'ils conduisent tous deux à la formation d'un coagulum (gel ou caillé), les propriétés rhéologiques de ce dernier restent caractéristiques du mode de coagulation. L'aptitude à l'égouttage, dont dépendent les caractéristiques physico-chimiques du fromage non affiné, est déterminée également de façon spécifique. (Ramet, 1985).

I.3.1.1. La coagulation par voie enzymatique

Il existe un grand nombre d'enzymes protéolytiques d'origine animale, végétale ou microbienne qui ont la propriété de coaguler le lait. Dans ce contexte, la présure (mélange de chymosine et de pepsine secrété dans la caillette des jeunes ruminants nourris au lait) est l'enzyme coagulante la mieux connue (ECK *et* GILLIS, 1997), son mécanisme d'action est assez bien établi et comporte deux phases :

- **Phase primaire**, concerne l'hydrolyse de la caséine κ , au niveau de la liaison peptidique Phe105-Met106, qui conduit à la formation de paracaséine κ (1-105) et de caséinomacropéptide (CMP 106-169). La libération du CMP se traduit par une réduction du potentiel de surface des micelles (**BRULE et al, 1997**).
- **Phase secondaire**, elle est la phase de floculation, non enzymatique et dépend strictement de Ca^{2+} et de phosphate de calcium colloïdal (FOX, 1982). Durant la phase secondaire, les micelles de caséine se regroupent en présence de Ca^{2+} , cette agrégation se produit avant l'apparition visible de la floculation (**Lucey, 2002; Dalgleish, 1997**).

I.3.1.1.1. Les enzymes d'origine animales

La présure est l'extrait provenant de caillette de jeunes ruminants abattu avant sevrage (**Veisseyre, 1979**), constituée de deux fractions actives, l'une majeure, la chymosine, l'autre, mineure, la pepsine dans un rapport de masse de chymosine active / masse de pepsine active est $\geq 1,38$. Ses propriétés enzymatiques la font classées parmi les endopeptidases, qui sont à l'origine de la coagulation présure du lait (**Veisseyre, 1979**).

La chymosine hydrolyse la liaison Phe105-Met106 de la caséine κ et possède une activité protéolytique générale faible pendant l'affinage du fromage.

L'activité optimale de la présure se situe dans un intervalle de pH de 5 à 5,5 et à la température de 42°C.

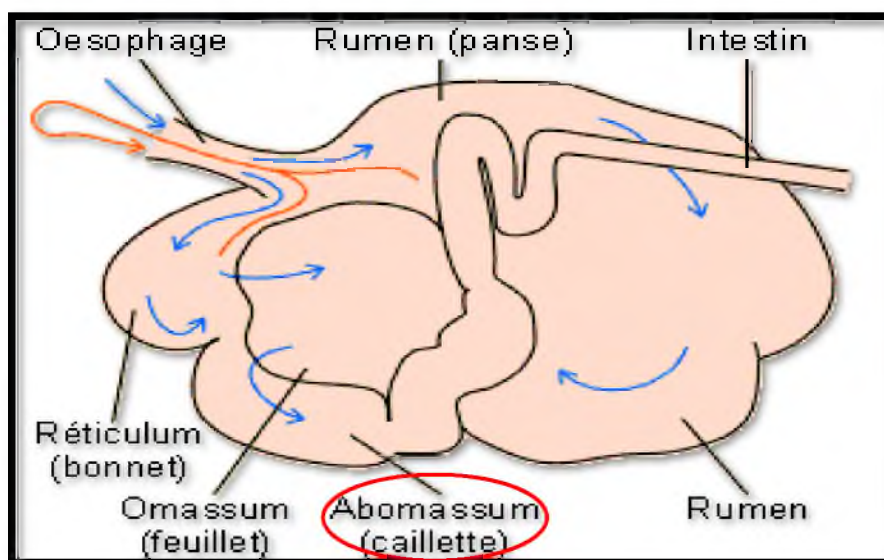


Figure 1 : Caillette chez un ruminant jeune

(<http://petsdesvaches.free.fr/Ruminants.html>)

I.3.1.1.2. Les enzymes d'origine végétales

Les préparations coagulantes provenant du règne végétale sont extraites par macération de divers organes de plantes supérieures, tel que le gaillet, l'artichaut, le chardon qui ont été et ou sont encore utilisés dans des fabrications de fromages fermiers.

D'autres extraits coagulants ont été obtenus à partir de plantes tropicales: les ficines, extraites du latex du figuier, la papaïne, extraite des feuilles du papayer et la bromélaïne, extraite de l'ananas.

D'une façon générale, ces diverses préparations végétales ont donné des résultats assez décevants en fromagerie car elles possèdent le plus souvent une activité protéolytique très élevée, qui se traduit par l'apparition des inconvénients technologiques majeurs. En plus cette activité est très variable, car elle est fortement influencée par l'état de maturité de la plante et par les conditions de collecte et de stockage (**Ramet, 1985**).

I.3.1.1.3. Les enzymes d'origine microbiennes

➤ Protéases d'origine bactérienne

De multiples espèces de bactéries ont été étudiées notamment dans les genres *Bacillus* et *Pseudomonas* tels que *Bacillus cereus*, *Bacillus polymyxa*, *Bacillus subtilis* et *Bacillus coagulans*. Les résultats ont été en général décevants en raison de l'activité protéolytique généralement très élevée de ces protéases par rapport à celle de la présure. La protéase de *Bacillus cereus* dégradait rapidement la caséine entière. Du cheddar préparé par la protéase de *Bacillus subtilis* présentait une saveur acceptable ; cependant, le rendement était très faible suite à une protéolyse excessive (**ERNSTROM et WONGT, 1983 ; RAMET, 1997**).

➤ Protéases d'origine fongique

Les enzymes d'origine fongique, contrairement à celles d'origine bactérienne, ont donné des résultats meilleurs, souvent comparables à ceux obtenus avec la présure; les préparations commerciales employées actuellement proviennent de trois genres de moisissures; *Cryphonectria parasitica*, *Rhizomucor pusillus* et *Rhizomucor Miehei*. (**RAO et al, 1998**). La protéase de *Cryphonectria parasitica* a été étudiée et testée dans plusieurs types de fromage. Elle a donné des résultats variables. Elle paraît être plus protéolytique que la présure durant la phase de coagulation du cheddar (**EMMONS et al. 1990**). En outre, de l'amertume a caractérisé du cheddar préparé par cette protéase (**KIM et al. 2004**).

Toutefois, l'emploi de ces protéases dans certains types de fromage tels que l'emmental a donné un fromage d'excellente qualité. En effet, ce type de fromage subit une cuisson à des températures élevées (51,7-54,4 °C) (**RICHARDSON, 1975**). Ce traitement thermique provoque probablement la destruction de l'activité protéolytique de ces enzymes, ce qui supprime, ainsi, leur effet au cours de l'affinage.

La protéase de *Rhizomucor pusillus* possède une activité protéolytique sur les caséines la plus faible comparée aux autres protéases d'origine fongiques (**BARBANO et RASMUSSEN, 1992 ; EMMONS et al. 1990**). Son emploi comme substitut de la présure, dans la fabrication de certaines variétés de fromage, a donné des résultats satisfaisants. Une légère amertume est relevée dans le cheddar fabriqué par cette protéase et seulement après 14 mois de stockage. Cependant, elle est plus protéolytique que la chymosine (**RICHARDSON, 1975**).

Comparée à la présure, la protéase de *Rhizomucor miehei* a donné un rendement et une qualité de fromage similaires, lors de la fabrication l'emmental. Aucun développement de l'amertume n'a été observé (**RICHARDSON, 1975**). Toutefois, comparé à la présure des pertes de matière grasse et de protéine, dans le lactosérum, plus importantes, sont relevées lors de la préparation du cheddar avec les protéases de *Cryphonecteria parasitica* et de *Rhizomucro miehei* (**EMMONS et al. 1990 ; BARBANO et RASMUSSEN, 1992**).

I.3.1.2. La coagulation par voie acide

Elle consiste à précipiter les caséines à leur point isoélectrique (pHi = 4,6) par acidification du lait :

- biologique par des bactéries lactiques naturellement présentes dans le lait de fabrication ou apportées par des levains, ou
- par acidification chimique (addition de CO₂ ou GDL), ou
- par ajout de protéines sériques à pH acide. Le pH de 4.6 provoque la floculation des micelles et la précipitation de la caséine entière déminéralisée (**Alais et Linden, 1997**).

La coagulation biologique est due à l'aptitude des bactéries lactiques à produire de l'acide lactique en quantité importante à partir des hydrates de carbone en particulier le lactose (**Eck et Gillis, 1997**).

I.3.1.3. La coagulation mixte

Résulte de l'action conjuguée de la présure et de l'acidification, la multitude de combinaisons conduisant à différents états d'équilibre spécifique est à l'origine de la grande diversité des fromages à pâtes pressée non cuite (**JEANTET *et al.* 2006**).

Dans la pratique industrielle, un gel mixte peut être obtenu selon deux techniques:

- Soit emprésurant un lait au cours de l'acidification, la coagulation est alors généralement, plus rapide et le gel ainsi obtenu offre des caractères intermédiaires entre un gel présure et un gel lactique.
- Soit en laissant s'acidifier naturellement un caillé emprésuré, ce qui permet à ce dernier d'acquérir progressivement les caractères lactiques (**Veisseyre, 1979**).

I.3.1.4. Caractéristiques des différents gels obtenus

Le gel présure est rigide, de grande cohésion, contracté et imperméable, par contre le coagulum formé par voie acide possède des propriétés rhéologiques caractéristiques : il est friable, peu élastique, son raffermissement est très limité et très long, sa porosité est bonne, sa perméabilité élevée, mais son aptitude à l'égouttage est limitée (**Ramet, 1985**).

Tableau 1 : Comparaison entre un caillé lactique et un caillé présure. (Miétton et al, 1994 ; Miétton, 1995, cité par VIGNOLA)

| Paramètres | Type du caillé | |
|------------------------------|----------------------------|-----------------------|
| | Lactique | Présure |
| Egouttage | Faible | Elevé |
| Teneur en eau | Elevé | Faible |
| Teneur minéral | Faible | Elevé |
| Pouvoir tampon | Faible | Elevé |
| Teneur résiduelle en lactose | Elevé | Faible |
| Structure des caséines | Etat dissocié | Etat micellaire |
| pH> | Faible < 4,6 | Elevé > 5,00 |
| Type de texture | Plastique, fragile | Elastique, solide |
| Durée de conservation | Faible (quelques semaines) | Elevé (quelques mois) |

I.3.2. Egouttage

L'égouttage correspond à un simple écoulement statistique du lactosérum. C'est l'élimination progressive du lactosérum (par synérèse) qui s'accompagne de la rétraction et d'un durcissement du gel. Il conduit à un caillé dont l'extrait sec est plus ou moins élevé, et qui correspond au fromage formé (**Brulé et al, 1997**).

I.3.2.1. Egouttage du coagulum acide

Le caillé obtenu par voie acide possède des propriétés rhéologiques et une aptitude à l'égouttage opposée à celles du gel issu d'une action enzymatique dominante (**LEJAOUEN, 1977 ; VEISSEYRE, 1979**).

I.3.2.2. Egouttage du coagulum enzymatique

L'égouttage du caillé présure nécessite un travail mécanique car il est très souple et imperméable (**M.BELBELDI, 2013**).

I.3.3. Salage

Le salage constitue une phase importante de la fabrication de beaucoup de fromage à l'exception de la plupart des fromages frais qui ne sont pas salés; il consiste à enrichir la pâte en chlorure de sodium, au taux moyen de 2% (**Ramet, 1985**); elle peut s'élever à 3-4% (**Alais et Linden. 1997**).

On reconnaît habituellement au chlorure de sodium incorporé dans le fromage un triple rôle:

- Il complète l'égouttage des fromages en favorisant le drainage de la phase aqueuse libre de la pâte. Il modifie également l'hydratation des protéines et par là intervient dans la formation de la croûte.
- Il agit soit directement, soit par activité d'eau (AW) interposée sur le développement des microorganismes, et l'activité des enzymes et de se fait agir sur la phase d'affinage dans son ensemble.
- Il apporte son goût caractéristique et la propriété d'exalter ou de masquer la sapidité de certaines substances apparaissant au cours de maturation du fromage (**Eck et al. 1975**).

Il existe en pratique quatre méthodes de salages (Mansour et Alais, 1971; Lamber, 19)

- Le salage à sec.
- Le salage par incorporation du sel au caillé broyé avant le moulage.
- La dissolution du sel dans le lait avant l'emprésurage ou mélange d'eau salée au lait avant coagulation
- Le salage en saumure du fromage moulu.

I.3.4. Affinage

L'affinage est la transformation biochimique (figure 02) des constituants du caillé sous l'action d'enzymes, pour la plupart d'origine microbienne (ECK, 1987).

A l'exception des fromages frais, tous les autres types de fromages subissent une maturation biologique plus ou moins prononcée, destinée à développer leur saveur, tout en modifiant leur aspect, texture et leur consistance. Le processus d'affinage correspond à une phase de digestion enzymatique des composants du caillé. La coagulation et l'égouttage ont assuré la préparation d'un substrat essentiellement constitué de caséine, de matière grasse et de lactose, partiellement convertie en lactate. Ce substrat est peuplé de micro-organismes et, au cours de l'affinage, ces constituants seront transformés sous l'action d'enzymes présentes à l'origine dans le caillé ou élaborées au cours même de l'affinage par synthèse microbienne (CHOISY *et al.* 1997).

Au cours de l'affinage, il y a dégradation plus ou moins poussée de la caséine mais aussi des matières grasses. L'oxygène, l'humidité et la température d'entreposage jouent un rôle très important (GUIRAUD, 2003).

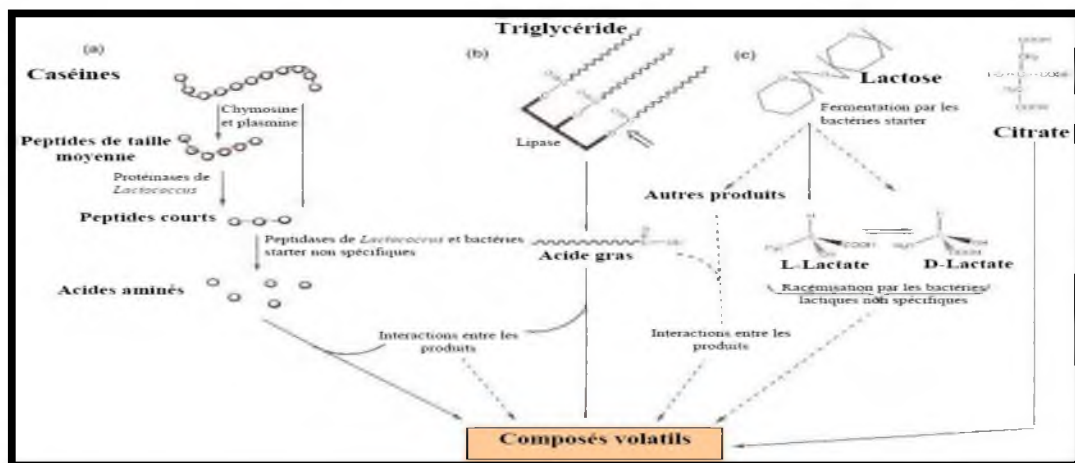


Figure 2 : Aperçu général des réactions biochimiques pendant l'affinage des fromages (FOX *et al.* 2004)

I.4. Classification des fromages

La classification d'un fromage, tel que défini par les normes du codex alimentaire **CODEX STAN A-6-197** peut être accompagnée par des formules descriptives appropriées:

- Selon la fermeté (Formule I) qui appartient à l'intervalle de 69 à 51 % d'où la pâte molle évolue jusqu'à la pâte extra dure, cette classification est portée selon la teneur en eau dans le fromage dégraissé (TEFD).
- La deuxième classification (Formule II) est classée selon la teneur de la matière grasse par rapport à l'extrait sec total.
- La troisième classification (Formule III) les fromages sont classés en trois catégories différentes selon le type d'affinage du fromage, ces classifications sont mentionnées dans le Tableau 2 :

Tableau 2 : Classification du fromage selon le codex alimentaire

| Formule I | | Formule II | | Formule III |
|----------------|--|----------------|---|--|
| TEFD% | Le présent élément de la dénomination sera | MGES% | Le second élément de la dénomination sera | Dénomination d'après les principales caractéristiques d'affinage |
| < 51 | Pate extra dure | > 60 | Extra gras | 1. Affinage *principalement en surface ; |
| 49-56 | Pate dure | 45-60 | Tous gras | *principalement dans la masse. |
| 54-63 | Pate demi dure | 25-45 | Migras | 2. affiné aux moisissures |
| 61-69 | Pate demi molle | 10-25 | Quart gras | a- Principalement en surface ; |
| > 67 | Pate molle | < 10 | Maigre | b- Principalement dans la masse. 3. Frais |

TEFD: pourcentage de la teneur en eau dans le fromage dégraissé c'est-à-dire :

TEFD : poids de l'eau du fromage $\times 100 /$ (poids total du fromage – matière grasse du fromage).

MGES : pourcentage de la matière grasse dans l'extrait sec c'est-à-dire :

MGES : la teneur en matière grasse du fromage $\times 100 /$ (poids total du fromage- eau dans le fromage).

- Le fromage est donc classé selon trois critères successifs: sa teneur en eau dans la fraction dégraissée, sa teneur en matières grasses dans l'extrait sec et son type d'affinage.

Tableau 3 : Classification des différents types de fromages et micro-organisme utilisées dans leurs fabrications

| Type de fromage | Description | Micro-organismes utilisés | Références |
|----------------------------------|--|--|--|
| <i>Fromages à pâte fraîche</i> | Fromages peu égouttés qui n'ont pas été affinés, il y'a juste coagulation des protéines du lait sous l'effet des ferments lactiques (acidification). | <i>Lactococcus lactis</i> , <i>Lactococcus lactis cremoris</i> , <i>Lactococcus lactis diacetylactis</i> . | Chamba et Irlinger, 2004 |
| <i>Fromages à pâte ferme</i> | Constitués d'une pâte compacte, renfermant un peu moins d'eau que les fromages frais, mais contenant plus de sels minéraux dont les sels de calcium notamment. Dans cette catégorie, on distingue : - les fromages à pâte ferme non cuite (Edam, Saint-Paulin, etc.) - les fromages à pâte ferme cuite (Gruyère, Comté, etc.) | <i>Lactococcus lactis cremoris</i> , <i>Streptococcus thermophilus</i> , <i>Lactobacillus casei</i> , levures, moisissures diverses. | Parente et Cogan, 2004 Yildiz, 2010 |
| <i>Fromages à pâte molle</i> | Fromages ayant subi un affinage relativement prolongé (protéolyse et lipolyse intenses par la flore de surface) après une fermentation lactique (ex. Camembert). | <i>Lactococcus lactis</i> , <i>Lactococcus lactis cremoris</i> , <i>Streptococcus thermophilus</i> , <i>Brevibacterium linens</i> , <i>Geotrichum candidum</i> , <i>Penicillium camemberti</i> , levures. | Brauger, 2012 Yildiz, 2010 |
| <i>Fromages à pâte persillée</i> | Fromages affinés, à moisissures interne (ex. Roquefort). Il y'a développement interne de <i>Penicillium roqueforti</i> grâce à l'action de <i>Leuconostoc</i> et des levures qui produisent une ouverture et une petite quantité d'éthanol. | <i>Lactococcus lactis</i> , <i>Lactococcus lactis cremoris</i> , <i>Streptococcus thermophilus</i> , <i>Leuconostoc</i> , <i>Penicillium roqueforti</i> , levures. | Settaoui et Moschetti, 2010 |
| <i>Fromages fondus</i> | Constitués d'un mélange de fromage(s), de beurre, de crème et de lait, pasteurisé (95°C) ou stérilisé (125°C). Appelés aussi <i>fromages remaniés</i> , ils sont de nombreux types dont certains sont obtenus après récupération des fragments de fromages à pâte ferme tel que le Gruyère et qui présentent certains défauts. En réalité, il s'agit plus d'une dissolution suivie d'une dispersion de protéines dans l'eau que d'une fonte qui, correspond au sens physico-chimique du terme, à la désintégration d'une structure solide cristalline par l'apport d'énergie thermique ou l'exercice d'une pression. | Pas d'ajout de ferments lactiques | Bontoumier, 2012 |

I.5. Le Djben

I.5.1. Le lait de chèvre

Le lait d'une manière générale se divise en trois phases :

- Une phase aqueuse contenant le lactose, les composants minéraux solubles, les protéines sériques, l'azote non protéique et la fraction soluble de la caséine ;
- Une phase micellaire ou colloïdale contenant la plus grande part de la caséine (protéine coagulable) et la fraction insoluble des composants minéraux ;
- Enfin la troisième phase comprend des éléments en suspension tels que les globules gras, les leucocytes et les cellules microbiennes.

On peut ajouter à cela les vitamines (A, B, C, D, E, K) et les enzymes (la lactoperoxydase, la phosphatase, les protéases, le lysozyme, la lactase). Le lait de chèvre est particulièrement pauvre en vitamine A, ce qui lui donne une coloration plus blanche que les autres laits. Par ailleurs, l'eau représente 90% du lait mais il existe quelques variations quant à la teneur en matière sèche : le lait de chèvre en contient environ 136 grammes par kilogramme (g/kg) de lait alors que celui de la vache n'en contient que 125 (Brugère, 2003).

I.5.1.1. Les matières protéiques

Le lait de chèvre contient en moyenne 30,8 g/kg de protéines totales alors que le lait de vache en contient 32 g/kg : ce paramètre est appelé taux protéique ou TP (tableau 4). Sa mesure s'effectue sur du lait individuel ou de mélange par les laboratoires d'analyses laitières. Il est intéressant de le quantifier car il est le reflet de la concentration en caséine qui intervient dans la coagulation du lait. (Institut de l'élevage, 2003)

En effet, la caséine forme de petits conglomérats avec le calcium et le phosphore, appelés micelles, qui vont ensuite se lier les uns aux autres et ainsi former le caillé du lait lors de la fabrication du fromage. On comprend aisément que le but est d'obtenir un TP maximum, pour un rendement fromager maximum, étant donné que le fromage est l'unique débouché du lait de chèvre. Le lait de chèvre de consommation existe mais les quantités produites sont anecdotiques. On trouve 68 à 70% de caséine au sein des protéines totales dans le lait de chèvre et près de 80% pour celui de vache (St Gelais, 2000).

Mais toute la caséine ne forme pas de micelles, une partie est éliminée dans la phase aqueuse du lait, c'est pourquoi le pourcentage de caséine dans le lait est légèrement supérieur au pourcentage de protéines coagulables à proprement dit. Ainsi, par rapport aux

matières azotées totales (MAT) dans le lait de chèvre, on a 75,6% de caséines dont 70,9% de protéines coagulables, (figure 3). (Anonyme, 1998 ; Grappin, 1981).

Tableau 4 : Composition comparée des laits de vache et de chèvre (Miétton et al. 1994 ; Miétton. 1995 ; cité par VIGNOLA).

| Composants chimiques | Lait de vache (g /l) | Lait de chèvre (g/l) |
|--------------------------|----------------------|----------------------|
| Eau | 900 | 900 |
| Matière protéique | 32 | 30,8 |
| Matière grasse | 40,4 | 34,4 |
| Lactose | 48 | 48 |
| Calcium | 1,25 | 1,25 |
| Phosphore | 0,95 | 0,95 |

On parle de la caséine mais en fait il existe différents types de caséines (α_1 , α_2 , β et κ), et ici aussi on peut noter des différences. En effet, comparativement au lait de vache, le lait de chèvre est plus riche en caséines α_2 (chèvre 21% versus vache 10% de la MAT) et β (chèvre 48% versus vache 35%) mais il est plus pauvre en caséine α_1 . En ce qui concerne la caséine κ , les teneurs sont équivalentes (environ 15%) (St Gelais, 2000).

Cette caséine κ jouant un rôle prépondérant dans la formation du caillé, la vitesse de coagulation sera la même pour le lait de chèvre que pour le lait de vache, pour des techniques similaires. Contrairement au lait de vache, le seul débouché du lait de chèvre est le fromage. Donc, l'éleveur de chèvre doit s'intéresser de très près au TP car il détermine directement le rendement fromager, qui doit être maximum pour que l'atelier fromage soit le plus rentable possible.

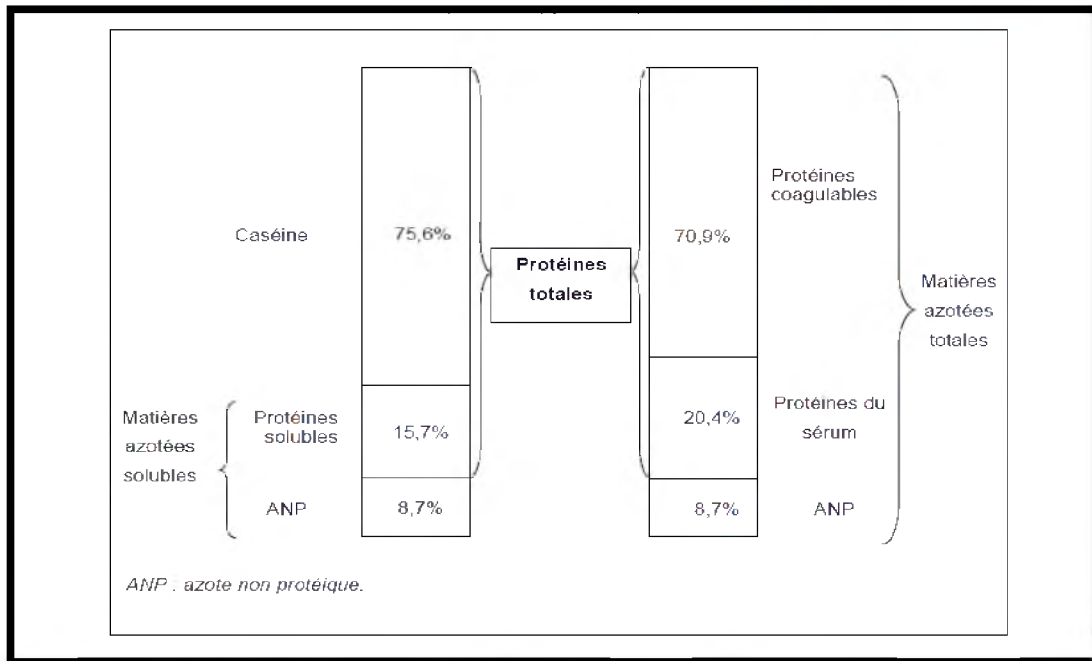


Figure 3 : Répartition des fractions azotées du lait de chèvre.
(D'après Grappin et al, 1981).

I.5.1.2. Les matières grasses

Ici le paramètre mesuré est nommé taux butyreux (TB). La mesure du TB est généralement couplée à celle du TP dans les laboratoires d'analyses laitières. Le lait de vache a une concentration de 40,4 g/kg en moyenne de matière grasse (MG), le lait de chèvre est plus pauvre avec 34,4 g/kg (tableau 4) (**Institut de l'élevage, 2003b ; Le Jaouen, 1986**). Le but n'est pas d'obtenir le plus de matières grasses possibles comme pour les protéines. Certes, une trop faible quantité peut rendre le fromage non conforme aux dispositions réglementaires le concernant. En effet, il est requis pour certains fromages un taux minimum de « gras » sur extrait sec (G/S), qui est fixé pour nombre d'entre eux à 45%. Cependant, une trop grande quantité de matières grasses dans le lait peut limiter l'égouttage et diminuer la qualité du fromage.

La matière grasse existe dans le lait sous forme de globules gras. Ils sont constitués de phospholipides (1%) et de substances associées (1%), comme le cholestérol, qui forment une membrane. Concentrés au cœur de ces globules on trouve des triglycérides (98%). Ils sont composés d'acides gras saturés à longue et à courte chaîne et d'acides gras insaturés à longue chaîne (figure 4) (**Banks, 1991**). Tels quels, les globules gras participent à la consistance et à la flaveur des pâtes finales. Le « goût de chèvre » caractéristique provient

du fait que le lait de chèvre contient plus d'acides caproïque, caprylique et caprique (St Gelais, 2000) que le lait de vache.

Cependant, lorsque les globules sont dégradés, soit par hydrolyse enzymatique (on parle alors de lipolyse), soit par oxydation, ils libèrent des acides gras et/ou d'autres composés (cétones et aldéhydes) qui donnent un mauvais goût au fromage (rance, savon) (Meffe, 1994). La lipolyse apparaît lorsque le lait subit de trop fortes agitations mécaniques et lors de chocs thermiques. Elle peut être mesurée en dosant les acides gras libres. Sa composition particulière en acides gras rend le lait de chèvre plus sujet à la lipolyse que le lait de vache (Anonyme, 1998).

Il faut surveiller le rapport TP/TB pour avoir une idée de la quantité relative de MG dans le lait. Ce paramètre nous donne une idée sur l'équilibre du lait en matières grasses et protéiques afin qu'il n'y ait ni trop, ni trop peu d'un de ces constituants.

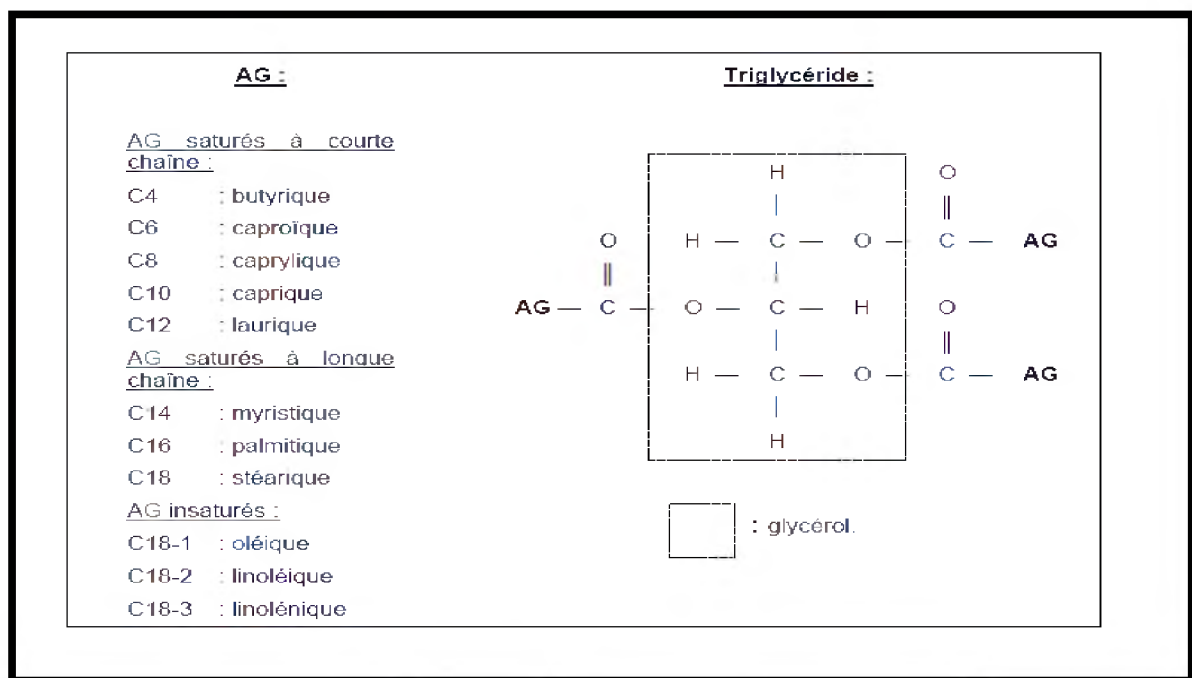


Figure 4 : Liste des acides gras (AG) composant les triglycérides du lait de chèvre (D'après St Gelais, 2000).

I.5.1.3. Le lactose

C'est le sucre spécifique du lait, il est synthétisé dans la mamelle. Il est présent en quantités équivalentes dans les laits de vache et de chèvre soit environ 48 grammes par litre (g/L) de lait (Morrissey, 1995). Son principal rôle est de servir de substrat aux bactéries lactiques dans la fabrication des fromages utilisant un caillage lactique. Ces bactéries possèdent en effet une enzyme, la β -galactosidase, capable de cliver la molécule de lactose en deux donnant une molécule de glucose et une de galactose (figure 5). Ces deux nouveaux sucres vont ensuite être utilisés par ces mêmes bactéries pour former de l'acide lactique dont la conséquence est d'entraîner une diminution du pH du lait. L'acidité ainsi obtenue est responsable de la déminéralisation des micelles et va conduire à la formation du caillé. La quantité d'acide lactique produite dépend d'une part du type de bactérie utilisé et d'autre part de la quantité de lactose disponible. Le pouvoir tampon du lait joue aussi un rôle important comme nous allons le voir avec les minéraux (St Gelais, 2000).

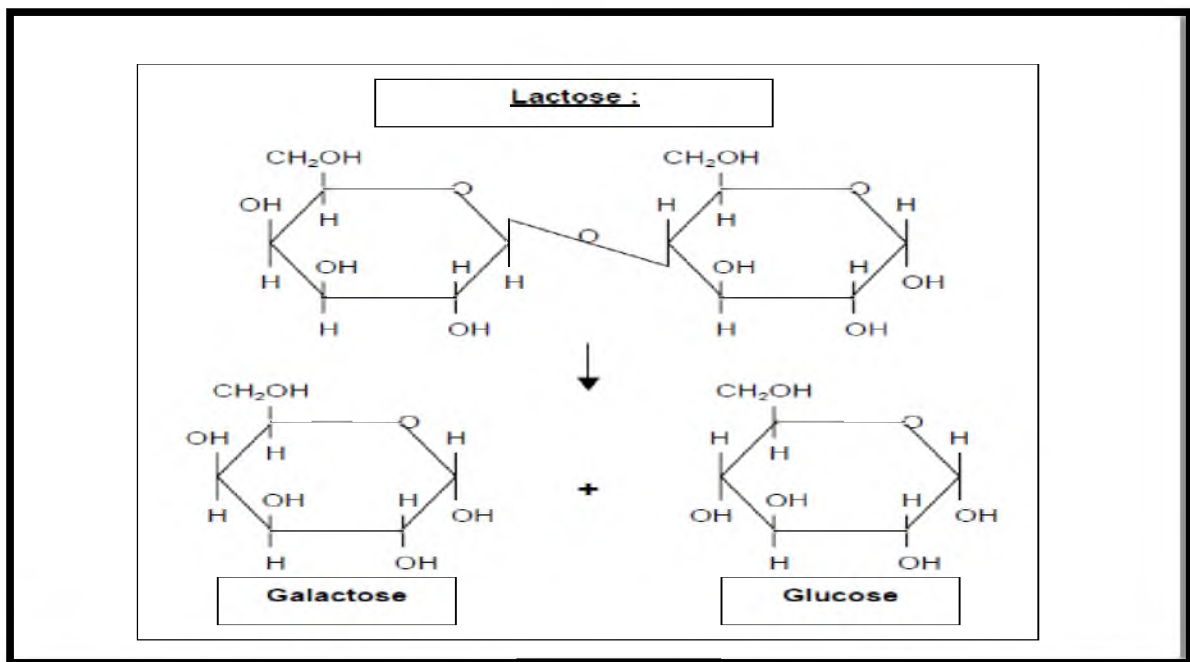


Figure 5 : Structure du lactose et résultat de son hydrolyse.

(D'après St Gelais, 2000)

I.5.1.4. Les matières minérales

On retrouve dans le lait de nombreux minéraux comme le sodium, le potassium le magnésium et le calcium. Ce premier groupe constitue les ions chargés positivement ou cations. On trouve aussi des chlorures, des sulfates et des phosphates, ce sont les ions négatifs ou anions. Le phosphore (**P**), sous forme de phosphates, et le calcium (**Ca**) influencent directement la fabrication du fromage. En effet, ils sont présents dans le lait sous deux formes principales : libres, dans la phase aqueuse, et liés aux caséines dans la phase micellaire. Il existe un état d'équilibre entre ces deux formes qui peut être modifié par des changements physico-chimiques du milieu (variations de température du lait, de son pH ou encore ajout de Ca et/ou de P). Leurs concentrations dans le lait de chèvre et dans celui de vache sont à peu près équivalentes : 1,25 g/L pour le Ca et 0,95 g/L pour le P (**Brule, 1987 ; Le Jaouen, 1981**).

Les teneurs en Ca, en P et en caséines d'un lait ont une influence sur son pouvoir tampon. On définit le pouvoir tampon comme étant la capacité à résister à une diminution de pH même en ajoutant de l'acide. Un lait de chèvre faiblement tamponné verra donc son pH passer de 6,6 à 6 avec une faible formation d'acide lactique tandis qu'il en faudra une grande quantité pour obtenir la même variation de pH sur un lait fortement tamponné, soit un lait riche en Ca, en P et en caséines.

Ainsi, suivant la composition de départ de deux laits différents, on peut obtenir deux fromages ayant le même pH et des concentrations différentes en acide lactique (**St Gelais, 2000**).

I.5.1.5. Caractéristiques nutritionnelles

D'après **Park, (2006)**, le lait de chèvre joue un rôle éminent dans l'alimentation infantile dans de nombreux pays, en particulier les pays méditerranéens et du Moyen-Orient. En particulier, le lait de chèvre est consommé dans les régions où il n'est pas concurrencé par le lait de vache, que les populations jugent supérieur.

Le lait de chèvre présente des teneurs intéressantes pour de nombreux nutriments, excepté pour la vitamine B12 et l'acide folique, pour lesquels il est recommandé une supplémentation du lait pour les nourrissons. Il présente des avantages par rapport au lait de vache du fait de sa plus grande digestibilité (en particulier de la matière grasse et des protéines), de sa meilleure capacité tampon (utile en cas d'ulcère de l'estomac), et de la plus grande disponibilité de ses nutriments (exemple : le fer). Il est ainsi recommandé en médecine et nutrition humaine (**Park, 2006**).

Des études ont montré que d'une manière générale le lait de chèvre est moins allergisant que le lait de vache. La consommation de lait de chèvre au lieu de lait de vache a réduit de 30 à 40 % le nombre d'enfants allergiques d'après la plupart des études (**Haenlein, 2004**). Il y a un besoin de recherches médicales robustes pour valider les nombreux effets bénéfiques décrits pour le lait de chèvre. En particulier, les teneurs particulières du lait de chèvre en acides gras à courte et moyenne chaînes n'ont pas encore fait l'objet d'études, malgré leurs vertus reconnues pour le traitement de nombreuses maladies (**Haenlein, 2004**).

Sur la base des caractéristiques biologiques, nutritionnelles et métaboliques, une revue récente (**Lopez-Aliaga et al, 2010**) suggère que le lait de chèvre peut être un excellent aliment naturel dans les cas du syndrome de malabsorption causé par la résection de l'intestin.

I.5.2. La fabrication du *Djben*

I.5.2.1. Définition du *Djben*

Le fromage frais « *Djben* » ne présente pas de caractéristiques définies à cause des méthodes artisanales utilisées pour sa préparation reposant, essentiellement, sur les connaissances acquises à partir d'une longue expérience (**Salmeron et al. 2002**). Les arômes, les propriétés organoleptiques et les caractéristiques physico-chimiques du fromage dépendent de celles du lait cru qui à son tour dépend de la race des animaux et leur type d'alimentation (**Poznanski et al. 2004**).

Généralement, Le pH (<4,2) et l'acidité titrable (> 0,9%) sont les paramètres les moins variables du « *Djben* ». Cependant, les matières solides totales du « *Djben* » sont le facteur le plus variable car ce dernier dépend de la durée d'égouttage. Étant donné que les lipides, le lactose et les protéines constituent les principaux composants de l'ensemble des matières solides en « *Djben* », ils sont directement influencés par les variations des dites matières solides. (**Bouadjaib, 2013**).

I.5.2.2. Les étapes de fabrication du *Djben*

Traditionnellement, le fromage *Djben* est fabriqué avec du lait cru de brebis ou de chèvre, acidifié spontanément et coagulé par des enzymes coagulantes d'origine végétale issues des fleurs de cardon (*Cynara cardunculus L*), d'une plante épineuse sauvage (*Cynara humilis*) ou d'artichaut (*Cynara scolymus*), ou du latex de figuier (*Ficus carica*) ou des graines de citrouille (**Nouani, 2009**). On obtient le *Djben* noté «2 » (figure 6). Les fleurs entières sont mises à macérer dans le lait. Le végétal est utilisé pour accélérer la coagulation et pour donner un certain goût au fromage. La variété végétale utilisée varie d'une région à l'autre; elle donne un goût et une texture appréciés par les gens de la région concernée le caillé est ensuite égoutté et salé ou non (figure 06).

Comme décrit au Maroc par **Benkerroum et Tamine (2004)**, le *Djben* peut aussi être artisanalement fabriqué sans coagulation du lait cru par voie enzymatique; dans ce cas, le lait cru est seulement coagulé par l'acidification spontanée, puis le caillé est égoutté pendant 2 à 3 jours pour obtenir la consistance désirée (figure 06, *Djben* noté «3»). Des additifs peuvent être ajoutés après égouttage et salage (ail, persil, poivre,.....). Le fromage obtenu correspond dans d'autres pays arabes au fromage nommé *Jibneh Beida*.

Enfin un troisième procédé technologique, utilisant de la présure animale, du lait de vache et des levains acidifiants est utilisé industriellement (*Djben* noté «1», figure 6). En Algérie, la poudre de lait remplace le lait cru de vache. Les levains thermophiles pour yaourt ne sont pas utilisés pour produire du *Djben*.

Aucune composition physico-chimique de *Djben* algérien n'a été trouvée. Au Maroc, le *Djben* a en moyenne une acidité titrable de 1.04 %, un taux de MG de 16,5 %, un taux de protéines de 15,8 % et un pH de 4,2. Selon les régions, il est salé puis égoutté 10 jours, ou non salé et égoutté moins de 4 jours, présentant respectivement un EST moyen de 45,6 % ou 29,4 % (**Thomas et Dubeuf, 1995**).

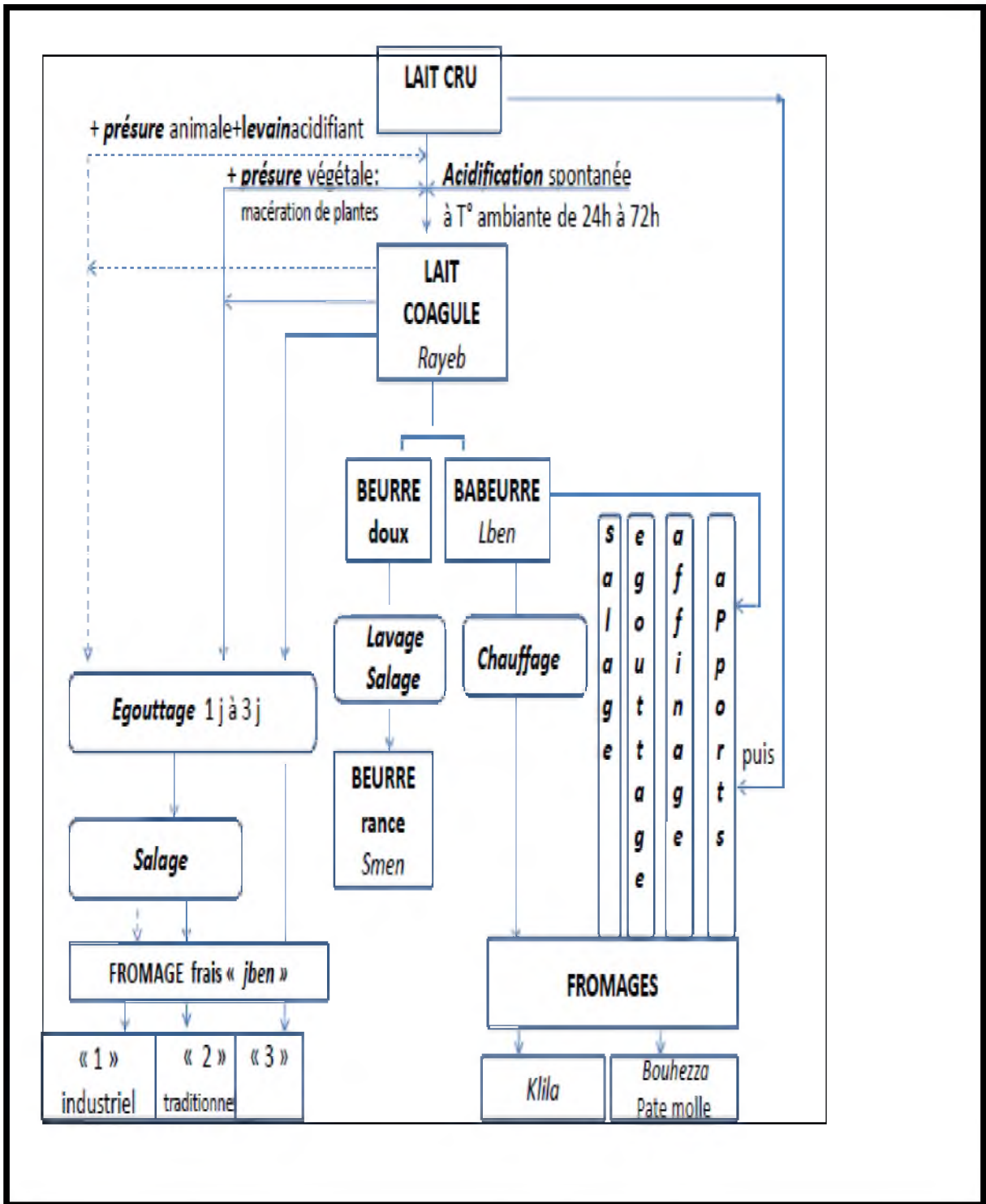


Figure 6: Schéma des méthodes de fabrication des principaux produits laitiers algériens (Modifier d'après Lahsaoui, 2009)

III. Type des fromages traditionnels

En Algérie, les fromages sont fabriqués traditionnellement le plus souvent par les femmes à la maison et servent à l'autoconsommation; le surplus pouvant être vendu.

Plusieurs produits traditionnels sont en voie de disparition pour différentes raisons dont le non disponibilité fourragère, l'exode rural et le changement des habitudes alimentaires. Ceux dont l'usage est le plus répandu, comme le *Rayeb* et le *Jben*, tout en gardant le même nom, changent de procédé technologique du fait de leur industrialisation. La figure n°01 schématise les méthodes de fabrication (**Bendimerad, 2013**).

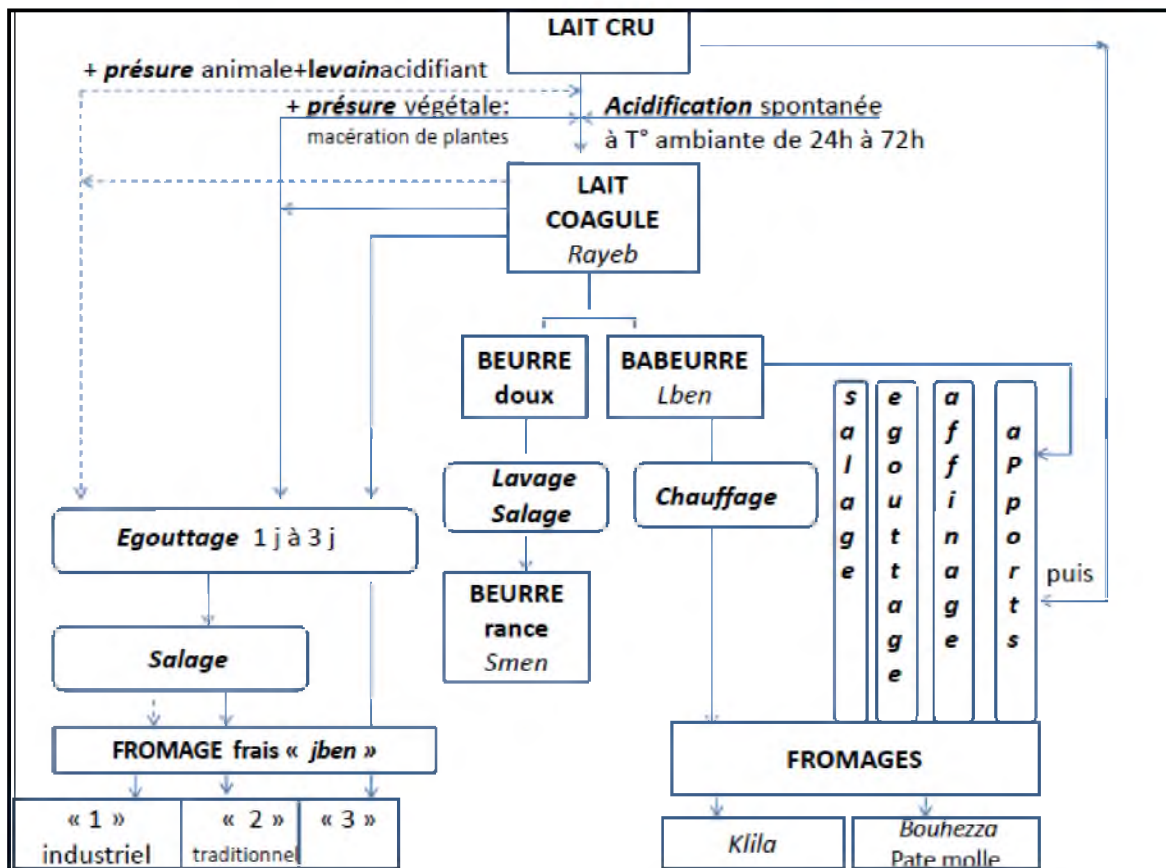


Figure (01) : Schéma des méthodes de fabrication des principaux produits laitiers Algériens (Bendimerad, 2013).

III.1. Raib (Yaourt traditionnel)

C'est un produit laitier complet (matière grasse + protéines) qui profite des fermentations lactiques. C'est le résultat de la coagulation du lait qui correspond à des modifications physico-chimiques de la caséine sous l'action d'enzyme protéolytique (présure) et/ou d'acide lactique qui entraîne la formation d'un réseau protéique appelé coagulum. Les mini-laiteries utilisent de la présure en vente en pharmacie (en comprimé ou liquide) qui permet une fermentation plus rapide (Mechai, 2009).

III.2. L'ben

Le *L'ben* est l'un des produits de la transformation artisanale du lait en Algérie. Il fait l'objet, associé à d'autres mets comme le fameux couscous, d'une large consommation. Le *Lben* est le petit lait issu du barattage puis de l'écémage du *Rayeb* (Bendimerad, 2013). C'est un moyen commode de préserver le lait de l'acidification puisqu'il est

débarrassé des acides gras les plus susceptibles d'être attaqués par les bactéries. Au froid, il peut se conserver plusieurs jours (**Mechai, 2009**).

III.3. *Klila*

La Klila est un fromage frais préparé de manière empirique dans certaines régions marocaines par chauffage (70 ° C) jusqu'à le caillage de *Lben*, puis le caillé est égoutté (**Mennane et al, 2007**). La *klila* peut être consommée à l'état frais ou additionnée à certains plats traditionnels après avoir été coupée en petits cubes et séchée au soleil (**Benderouich, 2009**), elle peut être conservée plusieurs années à température ambiante, dans des jarres en poterie ou en verre ou des sacs en peau de chèvre/mouton (**Bendimerad, 2013**).

III.4. *Zebda et Smen*

Le beurre frais *Zebda* est obtenu après barattage du *Rayeb*. Ce dernier est occasionnellement augmenté d'une quantité d'eau tiède (40-50 °C) à la fin du barattage pour favoriser l'agglomération des globules lipidiques et accroître le rendement en beurre. Les globules gras apparaissant en surface, à la suite du barattage, sont séparés par une cuillère perforée. Le beurre frais obtenu présente une consistance molle du fait de la forte concentration en eau. Le surplus de beurre produit est transformé en beurre rancie *Smen* par lavage du beurre frais à l'eau tiède, saumurage, puis salage à sec (saupoudrage à la surface ; 8-10g/100g) (**Bendimerad, 2013**).

III.5. *Bouhezza*

Ce type de fromage est répandu dans le territoire de l'Aurès (zone Chaouia). Il est fabriqué à partir de lait de chèvre, de vache ou de brebis baratté et écrémé (*Lben*) (**Benderouich, 2009**). L'égouttage, le salage et l'affinage du *Bouhezza* sont réalisés simultanément dans une *Chekoua* pendant une durée de 2 à 3 mois. Au cours de la période d'affinage, du *L'ben* et du lait sont rajoutés au contenu de la *Chekoua* (photo n°02). Au stade de la consommation le fromage est pétri avec incorporation de poudre de piment rouge, ce qui lui donne une caractéristique particulière (**Bendimerad, 2013**).



Figure(02): Fromage Bouhezza (Benderouich, 2009).

III.6. *Lebaa* ou *l'Adhghass*

Produit dans la région des Aurès, l'*Adhghass* est fabriqué à partir d'un mélange de colostrum et d'œufs (Bendimerad, 2013), il est salé puis bouillit pendant 15 mn environ. Le produit obtenu est appelé *Lebaa* (Benderouich, 2009).

III.7. *Méchouna*

Il est fabriqué à partir du lait cru qui est chauffé jusqu'à ébullition. Ensuite, on ajoute de lait fermenté *Lben* ou *Rayeb* et du sel. En utilisant une gaze, le mélange est laissé égoutter, puis on peut le consommé frais ou avec la galette (Benderouich, 2009).

III.8. *Madghissa* ou *Imadhghass*

Connu dans la zone du chaouia coté Est du pays. Il est préparé avec la *klila* fraîche après salage et incorporation du lait frais. L'ensemble est porté à ébullition sur feu doux jusqu'à séparation du caillé et de lactosérum. Après refroidissement du mélange, la marmite est basculée pour éliminer le lactosérum. Le fromage ainsi préparé est une pâte jaune salée et élastique appelée *madghissa*. (Benderouich., 2009), le produit est consommé comme un dessert (Bendimerad, 2013).

III.9. *Kemaria*, *Takemarit*

Fromage traditionnel à base de lait de chèvre, la *Kemaria* ou *Takkmerit* (Berbère) est fabriqué par les femmes selon des procédés traditionnels dans les régions du Sud algérien notamment à Ghardaia et Naama. Le *Kemaria* est un fromage utilisé à des fins festives et souvent servie avec du thé. Il est coagulé par des présures végétales et est aussi fabriqué à partir de lait de vache et de chamelle comme il est schématisé dans la figure n°03. Du fait de la forte demande de ce fromage, il est de plus en plus produit selon des

processus semi industriels pour être commercialisé aussi bien sur les marchés traditionnels qu'au niveau de certaines grandes surfaces du Nord algérien (**Bendimerad, 2013**).

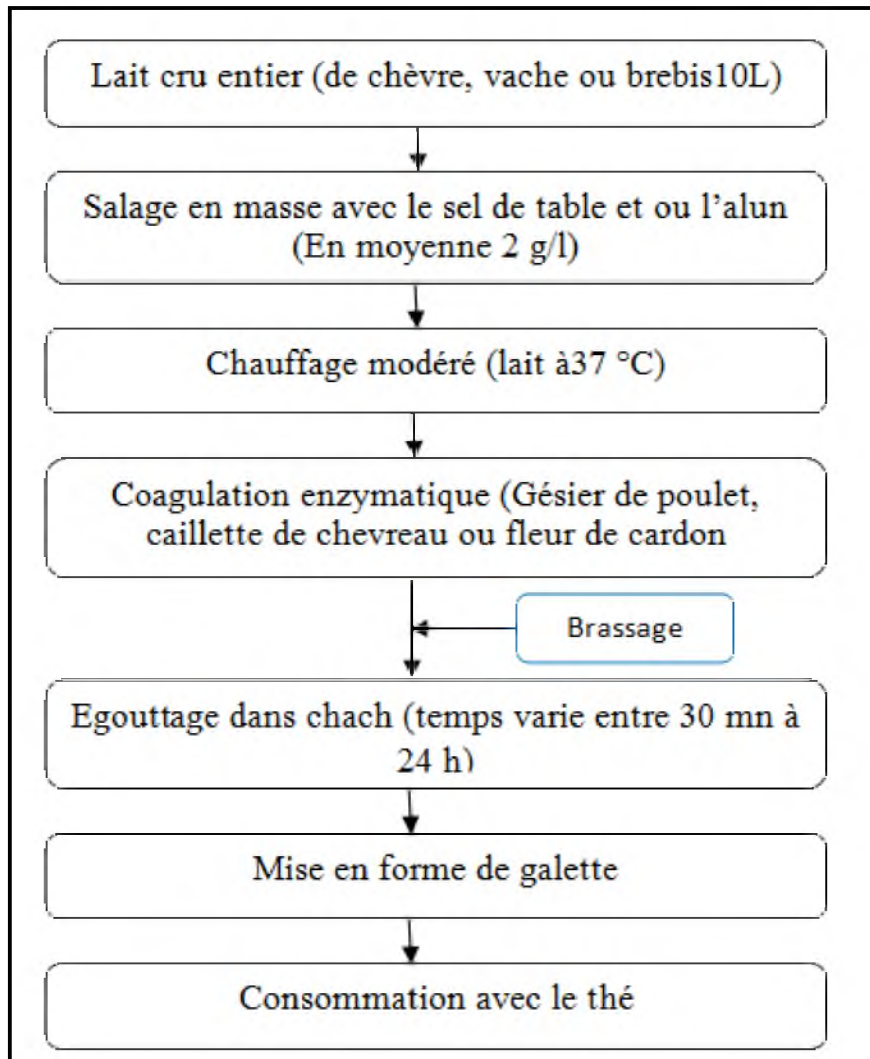


Figure (03) : Diagramme de fabrication de *Kemaria* (**Benderouich, 2009**).

III.10. Takammart

Littéralement «Fromage» en langue *Tamahaq* (Touareg), le *Takammart* est un fromage de la région désertique du Hoggar (Tamanrasset) il est produit par l'introduction d'un morceau de caillette de jeunes chevreaux dans le lait de chèvre. Le caillé obtenu est retiré à l'aide d'une louche et déposé en petits tas sur une natte, il est ensuite pétri pour évacuer le sérum puis déposé sur une natte à base de tiges de fenouil qui lui transmet un arôme particulier. Les nattes sont, par la suite, exposées au soleil durant deux jours puis placées à l'ombre jusqu'au durcissement du fromage (**Bendimerad, 2013**).

III.11. *Ighounane*

Fromage fabriqué en Kabylie à partir du colostrum (premier lait de vache venant de mettre bas), la préparation d'*Ighounane* se fait dans des ustensiles en terre cuite enduits d'huile d'olive dans lesquels est versée une petite quantité d'eau salée, puis le lait est chauffé et coagulé. Le caillé formé est découpé puis consommé tel quel. **(Bendimerad, 2013).**

III.12. *Ibakhbakhane*

Originaire de la région des Aurès, l'*Ibakhbakhane* est produit à partir d'une mixture de *Frik* d'orge (*Marmaz*) et de *L'ben* soumis à une fermentation à des températures inférieures à 20 °C par immersion dans un puits pendant 2 à 5 jours. **(Bendimerad, 2013).**

III.13. *Aghoughlou*

Fromage fabriqué en Kabylie, il est obtenu à partir de lait frais de vache ou de chèvre coagulé par la sève du figuier **(Bendimerad, 2013).**

III.14. *Jben*

Le « *Jben* » est le fromage frais le plus connu et consommé depuis fort longtemps en Algérie. La consommation de ce produit s'est accrue suite à l'installation dans les villes d'un grand nombre de laiteries traditionnelles qui préparent le «*Jben*» selon des procédures souvent artisanales **(Ouadghiri, 2009).**

Traditionnellement, il y a une étape d'acidification spontanée, à température ambiante, pendant 24 h à 72 h selon la température, comme le montre la figure n°01. Le fromage *Jben* est fabriqué avec du lait cru de brebis ou de chèvre, acidifié spontanément et coagulé par des enzymes coagulantes d'origine végétale issues des fleurs de cardon (*Cynara cardunculus L*), d'une plante épineuse sauvage (*Cynara humilis*) ou d'artichaut (*Cynara scolymus*), ou du latex de figuier (*Ficus carica*) **(Bendimerad, 2013)** (photo n°04).

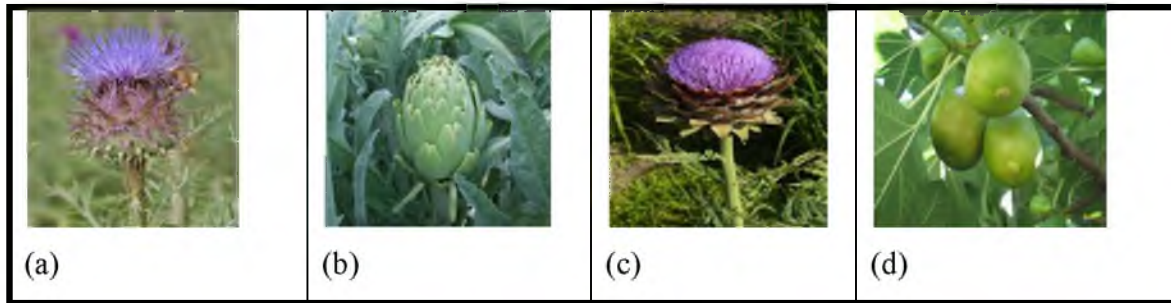


Figure (04) : Les espèces végétales utilisées pour accélérer la coagulation du lait (site web 2, 3, 4, 9).

(a) : *Cynara humilis*, (b) : *Cynara cardunculus L.*, (c) : *Cynara scolymus*,
(d) : *Ficus carica*

Le végétal est utilisé pour accélérer la coagulation et pour donner un certain goût au fromage. Le caillé est ensuite égoutté et salé ou non. Le *Jben* peut aussi être artisanalement fabriqué sans coagulation du lait cru par voie enzymatique; dans ce cas, le lait cru est seulement coagulé par l'acidification spontanée, puis le caillé est égoutté pendant 2 à 3 jours pour obtenir la consistance désirée. Des additifs peuvent être ajoutés après égouttage et salage (ail, persil, poivre,...). Le fromage obtenu correspond dans d'autres pays arabes au fromage nommé *Jibneh Beida* (Bendimerad, 2013).



Figure (05): Jben avant l'égouttage (site web 01).

A côté de ce secteur traditionnel, certaines unités laitières semi-industrielles se sont aussi intéressées à la fabrication du «*Jben*», utilisant du lait soit cru, soit pasteurisé, et des procédures de préparation plus ou moins améliorées. De ce fait, il existe

aujourd'hui de nombreuses méthodes de préparation du «*Jben*», et par conséquent, plusieurs variétés de fromage frais sont commercialisées en Algérie (**Ouadghiri, 2009**).

III.14.1. Matière première

III.14.1.1. Le lait cru

Le lait destiné à la consommation a été défini en 1909 par le congrès international de la répression des fraudes comme suit: " Le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée et être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrums" (**Belarbi, 2011**).



Figure (06) : Technique de traite du lait (**Dossou et al, 2006**).



Figure (07): Bonnes pratiques de la traite (**Dossou et al, 2006**).

Le lait est un aliment nutritif pour les êtres humains. Il constitue un milieu propice pour la croissance de nombreux micro-organismes, en particulier les bactéries pathogènes (**Ouadghiri, 2009**). Sa production doit être sévèrement contrôlée en raison des risques éventuels qu'il peut présenter pour la santé humaine (**Jeantet et al, 2008**). Donc, des souches pathogènes pour l'homme et l'animal, pouvant avoir acquis des résistances multiples aux antibiotiques peuvent y proliférer. Une évaluation de la qualité hygiénique du lait permet de rechercher la microflore naturelle et des microorganismes témoins de contaminations extra mammaires éventuelles (**Labioui et al, 2008**). Le lait de vache constitue la principale matière première utilisée dans la fabrication du fromage (**Dossou et al, 2006**), et il est le plus utilisé dans le monde et dans notre pays. Les espèces voisines (caprin, camelin) représentent un pourcentage de production relativement faible, n'excédant pas 10% (**Boubchir-Ladj, Sd**).

III.14.1.2. Le lait de chèvre

Le lait de chèvre est plus blanc que le lait de vache à cause de l'absence de β -carotène (**Belarbi, 2011**). Il est caractérisé par une saveur particulière et un goût plus relevé que celui du lait de vache, en grande partie due à certains acides gras libres et à la lipolyse du lait (**Bendimerad, 2013**). Le lait de chèvre est plus pauvre en matières utiles que le lait de vache, son rendement fromager est donc plus faible (**Zeller, 2005**).

Il joue un rôle essentiel dans l'alimentation humaine, le plus consommée par la communauté rurale, alors qu'il est très peu disponible sur le marché (**Bouadjaib, 2013**). Le lait de chèvre et les produits caprins sont réputés pour avoir des effets favorables sur la santé. Leur bonne digestibilité pourrait s'expliquer en partie par leur teneur en acides gras courts, par la petite taille des globules gras qui les compose, mais également par leur richesse en triglycérides à chaînes moyennes et courtes (**Anonyme, 2007**).

III.14.2. Caractéristiques physiques et chimiques

Le fromage frais « *Jben* » ne présente pas de caractéristiques définies à cause des méthodes artisanales utilisées pour sa préparation reposant, essentiellement, sur les connaissances acquises à partir d'une longue expérience. Les arômes, les propriétés organoleptiques et les caractéristiques physico-chimiques du fromage dépendent de celles du lait cru qui à son tour dépend de la race des animaux et leur type d'alimentation (**Bouadjaib, 2013**).

Généralement, Le pH ($< 4,2$) et l'acidité titrable ($> 0,9\%$) sont les paramètres les moins variables du *Jben*. Cependant, les matières solides totales du ce dernier sont le facteur le plus variable car ce dernier dépend de la durée d'égouttage. Étant donné que les lipides, le lactose et les protéines constituent les principaux composants de l'ensemble des matières solides de *Jben*. De nos jours, il est également préparé à partir de lait pasteurisé. Les caractéristiques finales d'un *Jben* typique sont variables et affectées par le préparation du fromage (**Bouadjaib, 2013**).

III.14.3. Préparation de *Jben*

III.14.3.1. Technologie traditionnelle

Dans les procédures traditionnelles de préparation du *Jben*, le lait est tout d'abord filtré afin d'éliminer les impuretés grossières qu'il peut contenir (photo n°08), puis il est abandonné à lui-même dans une outre de peau de chèvre ou dans une jarre en terre

cuite, pendant une durée de 24 à 48h, en fonction de la saison, à température ambiante. Après coagulation du lait, on procède à l'égouttage du coagulum qui est versé dans des sacs de toile fine. Ces sacs sont ensuite suspendus pour laisser s'échapper le lactosérum à température ambiante. La durée de l'exposition du caillé à l'air dépend de la consistance de la pâte désirée et généralement, la pâte obtenue est purement lactique, elle est souvent mal soudée et très humide (Mechai, 2009).



Figure (08) : Filtration et stockage du lait (Dossou *et al*, 2006).

III.14.3.2. Technologie semi-industrielle

La consommation accrue du *Jben* dans les centres urbains a conduit certaines unités fromagères à introduire des améliorations dans la préparation du *Jben*. Le but étant d'augmenter les quantités produites et de réduire les durées de fabrication. Les améliorations apportées sont, cependant, variables d'un producteur à un autre. Certains fabricants continuent d'utiliser du lait cru, mais la coagulation du lait n'est plus spontanée, elle est obtenue par l'emploi de la présure. Le lait subit avant l'emprésurage un chauffage modéré (40 à 50°C) pour favoriser l'action de la présure surtout en saison froide. D'autres fromagers, travaillent avec du lait pasteurisé et utilisent par conséquent, pour la coagulation et l'acidification du lait, de la présure et des ferments lactiques mésophiles du commerce, ou parfois utilisent des levains naturels provenant de leur propre lait. Dans la plupart de ces ateliers de fabrication du fromage, il y a emploi de plus en plus de matériel et ustensiles laitiers modernes en matières plastiques ou en aluminium (cuve de coagulation, table spéciale d'égouttage, moules de différentes tailles, système de chauffage du lait, incubateurs, réfrigérateurs,...). Le produit fini est

conditionné le plus souvent dans un emballage en papier avant sa commercialisation (Mechai, 2009).

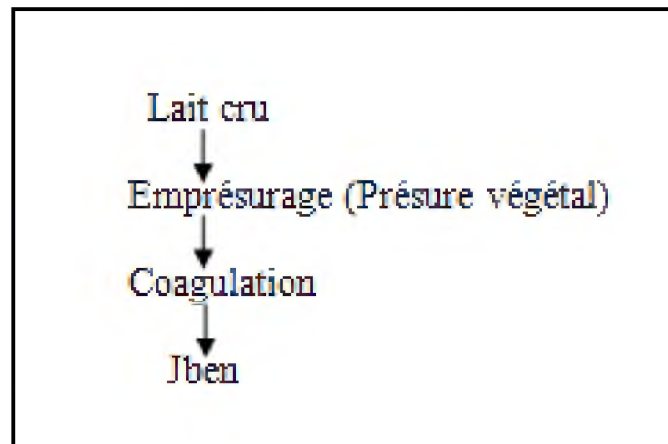


Figure (09) : Procédé semi-traditionnel pour la fabrication de Jben (Mennane *et al*, 2007).

Le processus de fabrication nécessite trois grandes étapes essentielles: la maturation, la coagulation et l'égouttage.

- ✚ La maturation : c'est l'incubation du lait cru à température ambiante pendant un temps variable de façon à favoriser la multiplication d'une flore lactique qui va jouer un rôle important dans l'acidification du lait.
- ✚ La coagulation : c'est une opération qui vise à coaguler le lait au moyen de la présure (emprésurage) ou de toute autre enzyme coagulante. L'activité coagulante est déterminée par la force de présure, la température du lait et son acidité. Après l'emprésurage, le lait est abandonné au repos à température ambiante pendant 6 à 10 heures. Il va prendre en masse (caillage) avec une consistance plus ou moins ferme selon le degré d'acidité développé. En réalité, le coagulum est obtenu par deux modes de coagulation : la coagulation dite lactique et celle engendrée par l'action de la présure (Bouadjaib, 2013).
- ✚ L'égouttage : Cette phase consiste en l'élimination plus ou moins grande du lactosérum emprisonné dans les mailles du gel formé par voie acide et/ ou enzymatique (Jeantet *et al*, 2008). L'égouttage est amorcé dans des moules qui confèrent au fromage sa forme. On obtient des produits de textures très différentes

selon la durée et la température d'égouttage (Philippe, 2002). La nature du gel influe sur la conduite de l'égouttage. Un gel lactique subit un égouttage spontané et le caillé a par conséquent une forte humidité. Cependant, un gel présure est un gel compact, solide ou l'égouttage ne peut avoir lieu qu'après certaines interventions telles des actions mécaniques de pression. Suivant le goût du fromager, le salage peut être fait. C'est une opération importante dans la fabrication des fromages. Elle a des effets multiples : elle améliore l'égouttage en le complétant, elle oriente et sélectionne le développement microbien et relève la saveur de la pâte (Bouadjaib, 2013).

Le tableau n°01 définit les moyens de maîtrise et les risques de contamination possible durant toute la chaîne de fabrication.

Tableau (01) : Risque de contamination durant la chaîne de production du fromage (Dossou *et al*, 2006).

| Opérations | Nature de risque | Moyens de maîtrise |
|---------------------------------|---|--|
| Traite du lait | Dangers microbiologiques -Contamination due au manque ou au non respect des bonnes pratiques d'hygiène pendant la traite. | - Effectuer la traite sur une aire propre (spécifiquement réservée, aménagée pour la traite). - Attacher la queue et les pattes arrière de la vache. |
| Transport du lait | Dangers microbiologiques -Contamination des bactéries provenant de l'environnement ou des contenants. - La température élevée pendant le transport favorise la multiplication des germes | Respecter un temps de quatre heures entre la traite et la pasteurisation si le lait n'est pas réfrigéré. - Autant que possible utiliser des bonbonnes à larges ouvertures. - Nettoyer, désinfecter et sécher les récipients de transport. - Autant que possible désinfecter le contenant à la laiterie. |
| Filtration du lait frais | Dangers microbiologiques -Contamination du lait par le médium de filtration, les récipients ou l'air ambiant | Utiliser de récipients et de médium (toiles filtrantes) propres. - Utiliser de récipients (bidon) à petite ouverture - Fermer le lait dans les bidons après filtration et flambage |

| | | |
|-----------------------------|---|---|
| Préchauffage du lait | Dangers microbiologiques -Persistance de la flore microbienne thermophile ou sporulée à cause de la faible température et la durée du traitement - Recontamination par des récipients malpropres | - Respecter la durée de réchauffage à 20 minutes et la température à 63 – 65° C. - Utilisation de récipients propres |
| Coagulation du lait | Dangers physiques - Surdosage de coagulant - Inhibition de l'activité du coagulant par surchauffage du lait | -Détermination préalable des quantités de matières premières à utiliser. - Utilisation de dose précise de coagulant. - Contrôler la température de coagulation (60-65° C) |
| Egouttage | Dangers microbiologiques - Recontamination - Risque d'infection parasitaire et d'infestation par les insectes (mouches, fourmis) et rats. | -Utilisation de claies ajournée recouvertes de toiles mousseline ou de récipients |

Chapitre IV



Les aditifs alimentaires

II.1. Définition

Une directive communautaire du **21 décembre 1988** publiée au **Journal Officiel le 11.02.1989** donne la définition d'un additif alimentaire comme suit :

"On entend par additif alimentaire toute substance habituellement non consommée comme aliment en soi, habituellement non utilisée comme ingrédient caractéristique dans l'alimentation, possédant ou non une valeur nutritive ; son adjonction intentionnelle aux denrées alimentaires est faite dans un but technologique, au stade de leur fabrication, transformation, préparation, traitement, conditionnement, transport ou entreposage : elle a pour effet de devenir elle-même, ou ses dérivés, un composant des denrées alimentaires".

II.1.1. Classification des additifs alimentaires

La classification de l'Union Européen (UE) a, aujourd'hui, supplanté l'ancienne classification française, ou même celle du "Codex Alimentarius". Elle classe les additifs en 24 catégories, ci-après désignées :

Tableau 5 : Classification des additifs alimentaires selon l'Union Européen

| 01 | Colorants | 13 | Amidons modifiés |
|----|-----------------------|----|-----------------------------------|
| 02 | Conservateurs | 14 | EducOLORANTS |
| 03 | Antioxygènes | 15 | Poudre à lever |
| 04 | Emulsifiants | 16 | Antimoussants |
| 05 | Sel de fonte | 17 | Agents d'enrobage |
| 06 | Epaississant | 18 | Agents du traitement de la farine |
| 07 | Gélifiants | 19 | Affermissants |
| 08 | Stabilisants | 20 | Humectants |
| 09 | Exhausteurs de goût | 21 | Séquestrant |
| 10 | Acidifiants | 22 | Enzymes |
| 11 | Correcteurs d'acidité | 23 | Agents de charge |
| 12 | Antiagglomérants | 24 | Gaz propulseurs et d'emballage |

II.1.2. Les catégories d'additifs alimentaires :

Il existe différentes catégories d'additifs alimentaires :

- Les colorants : ils modifient la couleur des denrées alimentaires pour ajouter ou rétablir la coloration d'un aliment et ainsi augmenter son attrait visuel pour le consommateur.
- Les conservateurs : ils limitent, ralentissent ou stoppent la croissance de micro-organismes présents ou entrants dans l'aliment, et préviennent donc l'altération des produits ainsi que les intoxications alimentaires.
- Les émulsifiants : ils vont permettre de stabiliser une émulsion (on appelle émulsion le mélange plus ou moins stable de deux liquides normalement non miscibles) pendant une certaine période.
- Les antioxydants : ce sont des protecteurs chimiques, c'est-à-dire des molécules qui s'opposent aux phénomènes de stress oxydant, évitant ou bloquant les réactions d'oxydation, le plus souvent en réagissant avec les radicaux libres oxygénés impliqués dans ces processus.
- Les exhausteurs de goût : ce sont des substances qui, sans avoir une saveur propre prononcée, ne modifient pas le goût mais augmentent l'intensité de la perception olfacto-gustative d'une denrée alimentaire
- Les édulcorants : ce sont des composés synthétiques ou semi-synthétiques qui présentent un pouvoir sucrant supérieur à celui du sucre de table (saccharose), mais qui ont une valeur nutritive ou plus faible. (Becker et al, 2009)

II.2. Les arômes

II.2.1. Définition

Une directive communautaire du **16 décembre 2008** publiée au **Journal Officiel** le **31.12.2008** donne la définition des arômes comme suit :

Les arômes sont utilisés pour améliorer ou modifier l'odeur et/ou le goût des aliments pour le bénéfice du consommateur. Les arômes et les ingrédients alimentaires possédant des propriétés aromatisantes ne devraient être utilisés que s'ils satisfont aux critères établis dans le présent règlement.

Ils doivent être d'un usage sûr; en conséquence, certains arômes doivent faire l'objet d'une évaluation des risques avant d'être autorisés pour l'alimentation humaine. Dans la

mesure du possible, il convient d'examiner particulièrement si l'utilisation de certains arômes pourrait avoir des conséquences négatives pour certains groupes vulnérables.

L'utilisation d'arômes ne devrait pas induire le consommateur en erreur; en conséquence, leur présence dans les denrées alimentaires devrait toujours être indiquée par un étiquetage approprié. Les arômes ne devraient notamment pas être utilisés afin d'induire le consommateur en erreur notamment en ce qui concerne la nature, la fraîcheur et la qualité des ingrédients utilisés, le caractère naturel d'un produit ou de son processus de fabrication ou la qualité nutritionnelle du produit. D'autres éléments pertinents, tels que des facteurs sociaux, économiques, traditionnels, éthiques et environnementaux, le principe de précaution ainsi que la faisabilité des contrôles, devraient également être pris en compte dans le cadre de l'autorisation des arômes.

II.2.2. Les agents d'aromatisation

II.2.2.1. Préparations aromatisantes

Il s'agit d'agents d'aromatisation dont la composition est moins « pure » que pour les substances aromatiques. Il s'agit par exemples des huiles essentielles, oléorésines ou jus concentrés (**norme AFNOR NF T 75-006**).

II.2.2.2. Substances aromatisantes naturelles

Les substances aromatisantes naturelles sont obtenues par des procédés physiques appropriés (y compris la distillation et l'extraction au solvant) ou par des procédés enzymatiques ou microbiologiques à partir des mêmes matières premières que les préparations aromatisantes. (**Clarisse et al, 2006**)

II.2.2.3. Substances aromatisantes identique aux naturelles

Ces substances sont obtenues par synthèse chimique et sont identiques chimiquement à une substance présente naturellement dans une matière première d'origine végétale ou animale. (**Clarisse et al, 2006**)

II.2.2.4. Substances aromatisantes artificielle

La synthèse chimique a permis d'élaborer des structures n'existant pas dans la nature, ou non encore identifiées et pourtant dotées de caractéristiques organoleptiques: le cas le plus typique est celui de l'éthylvanilline. Ces substances sont obtenues par synthèse chimique et ne sont pas identiques chimiquement à une substance présente naturellement dans une matière première d'origine végétale ou animale. (**Clarisse et al, 2006**)

II.2.2.5. Aromes de transformation

Ces produits sont obtenus, dans le respect des bonnes pratiques de fabrication, par chauffage à une température inférieure à 180°C, pendant un temps inférieur à 15 minutes d'un mélange d'ingrédients n'ayant pas obligatoirement des propriétés aromatisantes et dont au moins un contient de l'azote et un autre un sucre réducteur.

Il s'agit donc d'une réaction de Maillard :

Glucides réducteurs + azote (amino) → ensemble complexe de molécules insaturées.

(Clarisse et al, 2006)

II.2.2.6. Aromes de fumée

La combustion de bois tel que Chêne, Hêtre, Noyer donne une fumée, qui peut soit être directement mise au contact des aliments, soit être recueillie sous forme de condensats de fumée d'où sont tirés des mélanges aromatisants, les arômes de fumée. Ces agents d'aromatisation peuvent être mélangés entre eux en toutes proportions. Dans la pratique il n'est pas rare qu'un arôme contienne plus d'une centaine d'agents d'aromatisation différents. Cette complexité de formulation est nécessaire pour reproduire fidèlement l'arôme d'origine et ainsi lui conférer toute la « rondeur » désirée. (Clarisse et al, 2006).

II.3. Les conservateurs

II.3.1. Définition

Est appelé conservateur toute substance capable de s'opposer aux altérations d'origines chimiques ou microbiologiques. Les conservateurs sont réglementés sous la forme de listes positives et négatives. L'intégration d'un conservateur dans une liste et la détermination du seuil maximal d'utilisation se font selon deux critères principaux :

- l'intérêt technologique du conservateur
- les interactions et impacts avec l'environnement proche (échanges contenus-contenant, impact sur la santé du consommateur et sur l'environnement en général)

Les altérations peuvent être soit chimiques soit biologiques. Sont utilisés pour « lutter contre les altérations

- chimiques : antioxydants, anti-UV, anti ozonant, retardateur de flamme...
- biologiques : antifongiques, antibactériens ...

Certains additifs de conservation peuvent jouer le double rôle d'antimicrobien et d'antioxygène. (Pierre, 2012).

II.3.2. Les types des conservateurs

Les substances utilisées peuvent être organiques (acides carboxyliques) ou minérales (nitrates, sulfites ou sels).

II.3.2.1. Les conservateurs organiques

- Acide sorbique et sorbates ;
- Acide benzoïque et benzoate ;
- Dérivé de l'acide *p*-hydroxybenzoïque.

II.3.2.2. Les conservateurs minéraux

- Les chlorures et les phosphates ;
- Les nitrites et les nitrates ;
- Anhydride sulfureux et sulfites ;
- L'anhydride carbonique. **(Pierre, 2012)**

II.4. Les antioxydants

Les graisses alimentaires particulièrement sont exposées à des phénomènes d'oxydation au contact de l'oxygène de l'air. Ce sont des réactions en chaîne qui se déclenchent et s'accélèrent sous l'action de la lumière, de la chaleur et de certains métaux (cuivre, fer). Elles conduisent à la formation de composés qui peuvent être nocifs pour l'homme (peroxydes) et à des produits de dégradation d'odeur et de saveur désagréables (rancissement). **(Gounelle et Astier 1980)**

II.4.1. Définition

Les antioxydants sont des substances d'origine soit naturelle, soit synthétique, qui peuvent inactiver des composés initiaux ou intermédiaires de ces réactions d'oxydation, et ainsi éviter la formation des produits finaux nuisibles à la qualité de l'aliment. On distingue ainsi les antioxydants dits primaires, et les antioxydants à activité synergique, n'ayant pas eux-mêmes ce rôle, mais capables de renforcer l'action antioxygène d'autres additifs. On utilise généralement ensemble au moins deux antioxydants (par ex. gallate) ainsi qu'un composé à activité synergique (acide citrique). Les antioxydants présentent un avantage économique face à d'autres méthodes qui inhibent l'oxydation des matières grasses comme l'emballage sous vide et à l'abri de la lumière, ou le stockage à basse température.

(Gounelle et Astier 1980).

II.4.2. Principaux antioxydants primaires

On peut distinguer les antioxydants d'origine naturelle et ceux d'origine synthétique.

II.4.2.1. Antioxydant d'origine naturelle

Antioxydants d'origine naturelle ce sont principalement l'acide ascorbique ou vitamine C (E 300) que l'on trouve abondamment dans les fruits et légumes, et les tocophérols présents naturellement dans les plantes oléagineuses et les céréales. Ces antioxydants ne sont pas adaptés à certains usages ; ainsi dans l'huile à frire les tocophérols sont inactivés à haute température, et donc inutilisables.

II.4.2.2. Antioxydant d'origine synthétique

Certains Antioxygènes de synthèse ont des propriétés leur permettant de répondre à ces exigences, ainsi les composés phénoliques suivants :

- les gallates : gallates de propyle, d'octyle et de dodécyle, ont été les premiers antioxydants synthétisés (brevet du propyle gallate comme antioxydant en 1942). Ces antioxydants ont l'inconvénient d'être peu stables à l'humidité, et de colorer en violet les produits contenant des traces de fer, phénomène que l'on atténue par addition d'un agent chélateur comme l'acide citrique ;

- le butylhydroxyanisol (BHA) et le butylhydroxytoluène (BHT) n'ont pas ces inconvénients, mais sont éliminés à haute température.

D'autres substances ont une action antioxygène, mais également d'autres fonctions pour lesquelles elles sont principalement employées : anhydride sulfureux (E 220), sulfites (E 221 à 226), et lécithines (E 322). Des additifs sont ajoutés aux aliments afin de renforcer l'action antioxygène d'autres additifs : les principaux sont les acides lactiques (E 270), citrique (E 330) et orthophosphorique (E 338) et leurs sels de calcium, sodium et potassium. (Gounelle et Astier 1980).

Chapitre III



L'huile essentielle du thym

III.1. Généralité sur le *Thym*

III.1.1. Description de l'arbre

Le mot «*Thym* » provient du terme grec «*Thymos* » qui signifie «*odeur* ». Son parfum est agréable, fort, frais et balsamique (**Padrini et Lucheroni, 1996**). *Thymus* est un vaste genre divisé en huit sections, comprenant environ 215 espèces particulièrement répandus dans la région méditerranéenne. Dans la flore algérienne ce genre est représenté par 11 espèces qui ne se prêtent pas aisément à la détermination, en raison de leur variabilité et de leur tendance à s'hybrider facilement, parmi lesquelles : *T. numidicus* *Poiret*. (**Hazzit et al. 2009**) localement connu «*Zaïtra*».

III.1.2. Description de l'espèce *Thymus Numidicus Poiret*

Est un membre de la famille des Labiées, est une plante aromatique/médicinale d'une importance économique croissante en Amérique du Nord, en Europe, en Afrique du Nord et en Asie. Comme beaucoup de labiées elles sont connues par leurs huiles essentielles (H.E.) aromatiques (**Golmakani et Rezaei, 2008**).

Thymus numidicus Poiret est de tiges érigées, plante buissonnante, feuilles en général lancéolées, 2 à 5 fois plus longues que larges, feuille florales nettement plus larges, fleurs roses sessiles ou presque (**Quezel & Santa, 1963**).

III.1.3. Classification botanique

➤ **Famille des Lamiacées(Labiées)**

La famille des lamiacées connue également sous le nom des labiées, comporte environ 258 genres pour 6900 espèces plus ou moins cosmopolites; mais dont la plupart se concentrent dans le bassin méditerranéen tel que le thym, la lavande et le romarin. Elle est divisée en deux principales sous-familles: les Stachyoideae et les Ocimoideae. Les lamiacées sont des herbacées ayant la consistance et la couleur de l'herbe, parfois sous-arbrisseaux ou ligneuses. Une grande partie de ces plantes sont aromatiques riches en l'huile essentielle d'où leur intérêt économique et médicinal. Entre autres, un grand nombre de genres de la famille des Lamiaceae sont des sources de terpénoïdes, flavonoïdes et iridiodes glycosylés. (**Botineau, 2010**).

Tableau 6: La classification de *Thymus* D'après Quezel et Santa (1963), Morales (1997), Pedersen (2000) et Guignard et Dupont (2004).

| | |
|---------------------------|-------------------------------------|
| Embranchement | Phanérogames ou Spermaphytes |
| Sous-embranchement | Angiospermes |
| Classe | Eudicots |
| Sous-classe | Astéridées |
| Ordre | Lamiales |
| Famille | Lamiacées |
| Genre | <i>Thymus</i> |
| Espèce | <i>Thymus numidicus</i> Poiret |

III.1.4. Composition de la plante

Le *Thym* déshydraté possède un potentiel énergétique élevé, c'est une très grande source de vitamine K et de fer (plus de 500 fois les apports journaliers recommandés), du calcium, du manganèse et du zinc (quantité moyenne). Concernant les vitamines présentes dans le *Thym*, on trouve des petites quantités de vitamines B1, B2, B3, B6, B9, vitamine C et vitamine E. le *Thym* contient aussi du magnésium, cuivre, phosphore, du sélénium et des fibres. Chacune des différentes variétés de *Thym* possèdent leurs propres huiles essentielles (présentent dans les feuilles), et qui jouent un rôle essentiel dans les propriétés médicinales de la plante. La composition et la quantité (de 0,5 à 3%) des huiles essentielles varient considérablement d'une plante à une autre, selon la variété de *Thym*, les zones de culture et les conditions climatiques. Parmi les autres composants, le *Thym* contient des flavonoïdes, dont les propriétés sont anti-inflammatoires, antispasmodiques, mais aussi antioxydante, ainsi que des acides phénols qui sont également de grands antioxydants, des antiviraux et des anti-inflammatoires efficaces (Ginseng, 2013).

III.2. Huile essentielle de *Thymus*

III.2.1. Définition

L'HE de *Thym* est assez exceptionnel. Le mot « *Thym* » vient du latin « *Thymos* » et signifie « pour parfumer ». L'HE de *thym* est extrait par distillation par la vapeur à partir des feuilles fraîches ou sèches et des sommités fleuries, de couleur jaune clair à jaune orange, ses qualités sont nombreuses. Elle a un goût fort, puissant, épicé, herbeux, plutôt plaisant. L'essence du *thym* est souvent rapportée comme étant parmi les huiles essentielles les plus actives (Rasooli et al. 2006) ; (Naghdi et al.2004).

Les huiles essentielles du *thym* sont composées par des molécules aromatiques d'origine végétale présentant une très grande diversité de structure. La variabilité chimique des HEs du *thym* dépend de plusieurs facteurs, qui généralement sont d'ordres climatiques et environnementaux. Mais peuvent être aussi d'ordre génétique et saisonnier (stade végétale) (Loziene et al. 2007).

Les huiles essentielles sont des substances complexes, huileuses, volatiles et odorantes qui sont sécrétées par les plantes aromatiques (Nicole, 2008). Elles sont considérées comme des produits de première transformation (Mélanie et al. 2001). Certaines familles se caractérisent par le grand nombre d'espèces à essences qu'elles groupent et en particulier *les labiés, les Umbellifères, les Myrtacées, les lauracées* (Sharing, 2005).

III.2.2. Rôle physiologique

Parmi les composants majoritaires des huiles essentielles, nous trouvons les terpénoïdes qui possèdent un rôle écologique lors des interactions végétales, comme agents allélopathiques, c'est-à-dire inhibiteur de la germination, mais aussi lors des interactions végétal-animal, comme agent de protection contre les prédateurs tels que les insectes. Ils interviennent également, par leurs odeurs caractéristiques, dans l'attraction de pollinisateurs (Thompson et al. 2003 ; Ormeno et al. 2007).

III.2.3. Localisation et lieu de biosynthèse

L'huile est souvent localisée sur ou à proximité de la surface de la plante : cellules à huiles essentielles des *Lauracées* ou de *Zingiberacées*, poils sécréteurs des *Labiées* (figure 7), poche sécrétrice des *Myrtacées* ou de *Rutacées*, canaux sécréteurs des *Apiacées* ou des *Astracées*. La composition de l'huile essentielle peut varier selon sa localisation dans les organes d'une même espèce (**Bruneton, 1993**).

Chez *les labiées*, les cellules sécrétrices s'obtiennent par cloisonnement répété de la cellule-mère à l'aide de cloisons verticales se coupant à angle droit. L'huile sécrétée par les cellules de tête, traverse la paroi cellulosique et se collecte dans une cavité que crée la cuticule en se soulevant ; elle se distend et persiste. Les poils ont une origine épidermique. Cependant, on classe dans les poils sécréteurs ces émergences de cellules parenchymateuses qui prennent une forme capitée et se séparent finalement de la cellule-mère par une paroi transversale, en bordure de lacunes aérifères (sites endogènes) (**Crète, 1962**). De tels poils sécréteurs, dits «internes», sont caractéristiques de certaines fougères (**Spiro et Chen, 1994**).

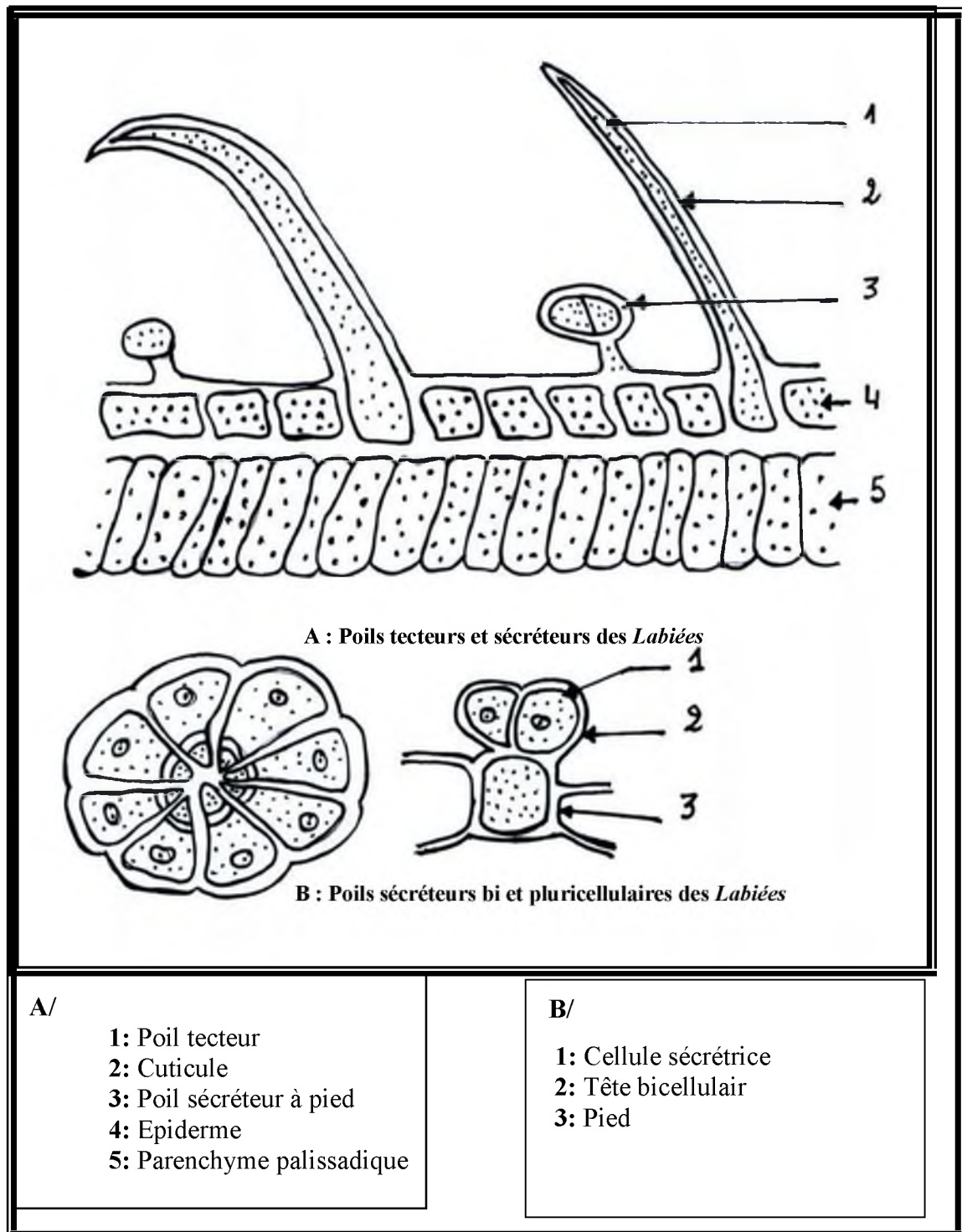


Figure 7 : Schéma des poils sécréteurs des *Labiées* (Deysson.G, 1994)

III.2.4. Composition chimique de l'huile essentielle

De nombreuses études ont révélé que les parties aériennes de *Thymus numidicus* sont très riches en plusieurs constituants dont la teneur varie selon la variabilité des conditions géographiques, climatiques, de séchage, de stockage et des méthodes d'études (extraction et détection). (Balladin et Headley, 1999 ; Amiot, 2005).

L'huile essentielle de *T. numidicus*, présente les plus hauts pourcentages en thymol et carvacrol jamais observés, dans une huile essentielle d'espèce *Thymus*. 40 composants, représentant 99.7% de l'huile essentielle du *T. numidicus*. Cette huile est majoritairement composée de thymol (68.2 %), carvacrol (16.9%) et de linalol (11.5%) (tableau7). (Kabouche, 2005)

D'après Haddaf et al. 2004, l'huile essentielle du *T. numidicus* est majoritairement composée de thymol (68.2 %), carvacrol (16.9%) et de linalol (11.5%)

Tableau 7: Les composants majoritaires de l'huile essentielle de *T. numidicus*
(Kabouche, 2005)

| Composants | En (%) |
|---------------------|--------|
| <i>p</i> -Cymène | 1.0 |
| γ -Terpinene | 0.3 |
| Linalol | 11.5 |
| Thymol | 68.2 |
| Carvarol | 16.92 |

III.2.5. Facteurs de variabilité des huiles essentielles

Une huile essentielle est très variable dans sa composition, sur laquelle intervient un nombre de paramètres d'origine extrinsèque et intrinsèque.

III.2.5.1. Paramètres intrinsèques

III.2.5.1.1. Existence des chimotypes

Les chimotypes sont très fréquents chez les plantes à huiles essentielles. L'un des exemples le plus démonstratif est celui du thym (*thymus vulgaris*) qui présente sept chimotypes : six dans les garrigues du sud de la France et un en Espagne. Le même phénomène s'observe pour d'autres espèces du genre *Thymus* mais aussi pour d'autres *Labiées* (Bruneton, 1993).

III.2.5.1.2. Influence de l'âge et du cycle végétatif

L'âge et le cycle végétatif d'une espèce donnée influent sur le rendement et sur la composition des différents constituants de l'huile essentielle. (Hudaïb et al. 2002)

III.2.5.1.3. Influence des paramètres écologiques

Les caractéristiques écologiques et les facteurs environnementaux ont des effets déterminants sur la composition des huiles essentielles : facteurs géographiques (l'altitude, nature du sol, conditions climatiques). (Hudaïb et al. 2002)

III.2.5.2. Paramètres extrinsèques

Les perturbations les plus importantes se manifestent lors de l'hydrodistillation. Les compositions du produit obtenu par ce mode d'extraction sont souvent différentes de celles du mélange de constituants initialement présents dans les organes sécréteurs du végétal. En particulier, l'effet de l'eau, l'acidité et la chaleur induit l'hydrolyse des esters mais aussi des réarrangements, des isomérisations, des racémisations, des oxydations etc. (Bruneton, 1993)

III.2.6. La production mondiale de *thymus* et sa distribution géographique en Algérie

Le thym est produit dans la plupart des pays européens, dont la France, l'Espagne, l'Italie, le Portugal, la Grèce, la Bulgarie, la Pologne et l'Allemagne. Il est également produit en Afrique du Sud et en Afrique du Nord, aux États-Unis, au Canada et en Australie. L'Inde, la Thaïlande et Singapour sont également des pays producteurs de thym. Les principaux pays importateurs se trouvent en Europe et en Amérique du Nord.

Le commerce international de thym est réalisé principalement sous forme de feuilles entières. Par ses caractéristiques, le thym séché / déshydraté, avec petites feuilles légères, emballé de manière compacte ne conclut pas à l'enregistrement de volumes commerciaux significatifs. (Codex Alimentaire, 2014)

Tableau 8: Localisation des principales espèces du thym en Algérie (Quezel et Santa, 1962) parmi ces espèces le *thymus numidicus* Poiret

| Espèce | Découverte | Localisation | Nom |
|-------------------------------|-----------------|---|-------------------|
| <i>Thymus Capitatus</i> | Hoffman et Link | Rare dans la région de Tlemcen | Zaâteure |
| <i>Thymus Fontanasii</i> | Boiss et Reuter | Commun dans le Tell Endémique Est Algérie-Tunisie | Zaâteure |
| <i>Thymus Commutatus</i> | Battandier | Endémique Oran | - |
| <i>Thymus numidicus</i> | Poiret | Assez rare dans: Le sous secteur de l'atlas tellien La grande et la petite Kabylie De Skikda à la frontière tunisienne, Tell constantinois | Tizaâtarte |
| <i>Thymus Guyonii</i> | Noé | Rare dans le sous secteur des Hauts Plateaux algérois- oranais et constantinois | - |
| <i>Thymus Lancéolatus</i> | Desfontaine | Rare dans: Le sous secteur de l'atlas tellien (Terni de Médéa Benchicao) et dans le sous secteur des Hauts Plateaux algérois, oranais (Tiaret) et constantinois | Zaâteur |
| <i>Thymus Pallidus</i> | Coss | Très rare dans le sous secteur de l'Atlas Saharien, et constantinois | Tizerdite |
| <i>Thymus Hirtus</i> | Willd | Commun sauf sur le littoral | Djertil Hamrya |

III.3. Extraction des huiles essentielles

Il existe plusieurs méthodes d'extraction comme l'hydrodistillation, l'expression à froid, l'enfleurage, l'extraction par solvants organiques, l'extraction par ultra-sons... (Pierron, 2014).

III.3.1 Extraction par pression à froid

Cette technique sans chauffage est réservée à l'extraction des zestes des agrumes. Le principe est mécanique. Il est fondé sur la rupture des péricarpes, réservoirs d'essences olfactives, en passant les agrumes sur des récipients dont les parois sont recouvertes de pics en métal. L'essence est libérée par un courant d'eau, puis décantée. La présence de l'eau peut entraîner des phénomènes d'hydrolyse, de contamination par des pesticides résiduels ou des micro-organismes. Une nouvelle technique physique basée sur l'ouverture des sacs oléifères par éclatement sous l'effet soit d'une dépression, soit par abrasion de l'écorce fraîche, éliminerait l'eau et diminuerait les effets d'oxydation des composés de ces essences (Pierron, 2014).

III.3.2. Extraction par hydrodistillation

Ce mode d'extraction a été proposé par Garnier en 1891, c'est la méthode la plus utilisée pour extraire les HE et pouvoir les séparer à l'état pur mais aussi de fournir de meilleurs rendements. Le principe consiste à immerger directement la matière végétale à traiter dans un ballon rempli d'eau qui est ensuite porté à ébullition, les vapeurs hétérogènes vont se condenser sur une surface froide et l'HE sera alors séparée par différence de densité (Bruneton, 1993).

III.3.3. Extraction par Entraînement à la vapeur d'eau

C'est probablement sur le plan tonnage, que la codistillation avec vapeur d'eau est la principale technique de production des huiles essentielles. Trois groupes de techniques sont utilisés :

- La distillation à la vapeur, ou hydrodistillation : dans laquelle le végétal est en contact direct avec l'eau bouillante, ce qui évite d'agglutiner les charges végétales comme le fait l'injection de vapeur. Quelques utilisations actuelles : rose, fleurs d'oranger, amande pulvérisée.
- La distillation à la vapeur saturée : le végétal est supporté dans l'alambic par une plaque perforée située à une certaine distance au-dessus du fond rempli

d'eau. Le végétal est en contact avec la vapeur d'eau saturée, mais pas avec l'eau bouillante.

- La distillation à la vapeur directe, saturée ou surchauffée : souvent à des pressions supérieures à l'atmosphérique, est identique à la précédente, sans eau dans le fond de l'alambic, la vapeur étant introduite au-dessous de la charge végétale (ou en dessus dans le système d'hydro-diffusion). Technique la plus utilisée actuellement, elle évite le contact prolongé du végétal avec l'eau en ébullition et la formation de certains artefacts (**Peyron, 1992 ; Garnero, 1996**).

III.3.4. Extraction par les solvants organiques

Cette méthode est utilisée pour les organes végétaux présentant une concentration en essence relativement faible ou pour les essences que l'on ne peut extraire par distillation. Etant de nature huileuse, les essences sont solubles dans les solvants organiques. Un épuisement des plantes est effectué à l'aide d'un solvant volatil dont l'évaporation laisse un résidu cireux, très coloré et très aromatique appelé «concrète». Le traitement de cette concrète par l'alcool absolu conduit à «l'absolue»

(**Belaiche, 1979 ; Duraffourd et al.1990**).

III.3.5. Extraction par le CO₂

L'originalité de cette technique repose sur le solvant utilisé: il s'agit du CO₂ en phase supercritique. L'extraction consiste à comprimer le dioxyde de carbone à des pressions et à des températures au delà de son point critique (P=72.8 bars et T= 31.1°C) (**Lorrain, 2013**). A l'état supercritique, le CO₂ n'est ni liquide, ni gazeux, et cela lui confère un excellent pouvoir d'extraction, modulable à volonté en jouant sur la température de mise en œuvre. Les fluides supercritiques comme le CO₂ sont de bons solvants à l'état supercritique, et de mauvais solvants à l'état gazeux (**Perron et Richard, 1992**).

III.4. Toxicité de l'huile essentielle de *thym*

Les huiles essentielles sont des substances très actives. A ce titre, elles doivent être utilisées avec vigilance, et toujours sur la base de connaissances fiables et suffisantes. L'huile essentielle de *Thym* est dermocaustique (irritante pour la peau) par la présence de phénols. Elle ne s'emploie jamais pure en application sur la peau ou dans un bain. Diluer au maximum 20% dans une huile végétale pour une utilisation percutanée. (GAYDA, 2013). L'essence de thym, par la présence de thymol et de carvacrol, peut provoquer des troubles gastro-intestinaux et une dépression du système nerveux central. Chez la souris, une diminution de l'activité locomotrice et une légère dépression respiratoire ont été observées pour des doses de 0,5 à 3 g d'extrait de thym par kg de poids corporel. Chez le rat, la dose létale de l'huile essentielle par voie orale est de 2,84 g/kg.

Chez l'homme, Van Hellemont signale qu'une dose de 6 g de thymol peut entraîner des lésions hépatiques, de l'albuminurie et de l'hémoglobinurie (Van Hellemont, 1986).

III.5. Domaine d'application de l'huile essentielle de *thym*

Il est bien connu que le thym est une plante condimentaire très appréciée, que l'on fait sécher pour des utilisations ultérieures. L'huile essentielle de thym riche en thymol est couramment utilisée pour la confection de savons et d'autres produits. Il entre aussi dans l'élaboration de certaines liqueurs C'est l'un des remèdes populaires les plus utiles. Les égyptiens et sumériens de l'antiquité l'utilisaient pour embaumer leurs morts. Les romains le brûlaient pour purifier l'air et éloigner les animaux nuisibles. Ils s'en servaient aussi pour aromatiser fromages et boissons alcoolisées et les militaires en mettaient dans leur bain pour se donner de la vigueur. Au Moyen Age, les nobles portaient de petits bouquets pour se prémunir des odeurs, il était réputé pour donner du courage aux chevaliers. Il entre aussi dans la composition de produits cosmétiques (Saidj, 2006).

III.6. Activités biologiques des huiles essentielles

III.6.1. Activité antioxydant de l'huile essentielle

III.6.1.1. Définition de l'activité antioxydante

L'activité antioxydante est un ensemble des actions qui peut retarder ou empêcher l'oxydation des substrats biologiques et capable de réagir avec les radicaux libres et les rendent inoffensif (neutraliser et les dégrader). Il est un système de protection qui lui permet de lutter contre les radicaux libres (Amazal, 2010).

III.6.1.2. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle sur les aliments

III.6.1.2.1. Méthode du piégeage du radical libre DPPH

Le composé chimique 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle, est un radical libre de couleur violacée qui absorbe dans l'UV-visible, à la longueur d'onde de 517 nm (Wootton-Beard *et al.* 2011). Il fût l'un des premiers radicaux libres, utilisé pour étudier la relation structure-activité antioxydante des composés phénoliques (Osman, 2011 ; Floegel *et al.* 2011). Il possède un électron non apparié sur un atome du pont d'azote. Du fait de cette délocalisation, les molécules du radical ne forment pas des dimères. Le radical DPPH reste dans sa forme monomère relativement stable à température ordinaire (Popovici *et al.* 2009).

La méthode du DPPH est indépendante de la polarité de substrat. Cette méthode est basée sur la réduction d'une solution alcoolique de DPPH, en présence d'un antioxydant qui donne un hydrogène ou un électron. La forme non radicalaire DPPH-H est formée. Le pouvoir d'inhibition est exprimé en % et déterminé en appliquant la formule suivante :

$$\% \text{ d'activité antioxydant} = [\text{Abs contrôle} - \text{Abs échantillon} / \text{Abs contrôle}] \times 100$$

Les résultats peuvent être exprimés en pourcentage de réduction de DPPH•, pour une concentration en extrait donné et un temps donné. Le test de réduction du DPPH• permet aussi de calculer la CE₅₀ (Dongmo *et al.* 2010). La valeur CE₅₀ est définie comme étant la concentration du substrat qui cause la réduction de 50% du DPPH• (Simionatto *et al.* 2007).

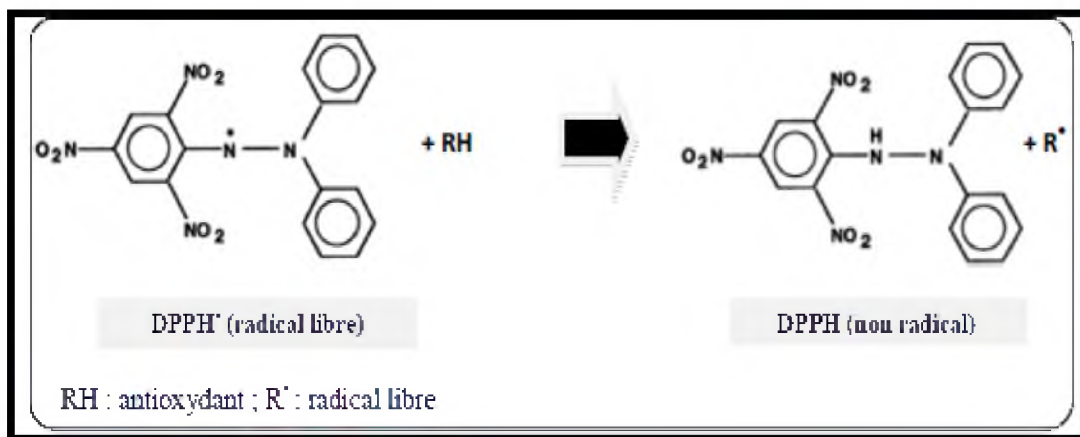


Figure 8: Réaction du DPPH avec un antioxydant (Prakash, 2001; Molyneux, 2004).

III.6.1.2.2. Test de blanchissement du β -carotène

Dans le test du β -carotène, l'oxydation de l'acide linoléique génère des radicaux peroxydes et des hydroperoxydes conjugués (Kaur et Kapoor, 2002). Ces radicaux vont par la suite oxyder le β -carotène hautement insaturé, ce qui entraîne la perte de ses doubles liaisons et, par conséquent, la disparition de sa couleur rouge. Cependant, la présence d'un antioxydant (extraits, témoins positifs) permet de neutraliser les radicaux libres dérivés de l'acide linoléique et, donc, la prévention de l'oxydation et le blanchissement du β -carotène (Yanishlieva *et al*, 1995 ; Belhattab, 2007 ; Yang *et al*, 2008).

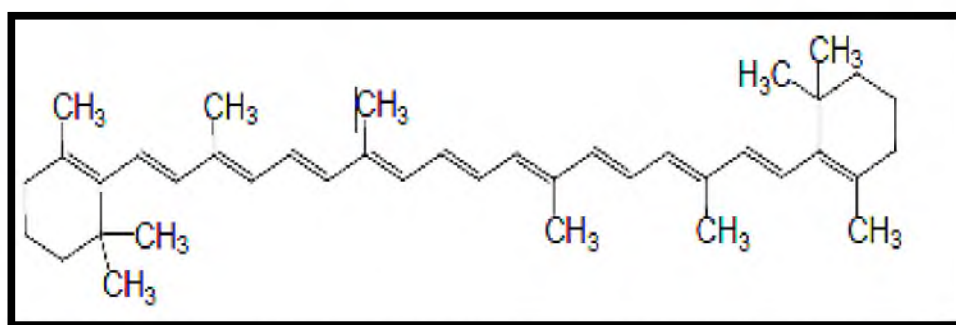


Figure 9 : Structure de β -carotène (Bougatf *et al*, 2009).

III.7. Activité antimicrobienne

III.7.1. Mécanisme d'action antimicrobienne des huiles essentielles

L'une des premières mises en évidence in vitro de l'activité antibactérienne des HEs date de la fin du XIX^{ème} siècle, lorsque *Buchholtz* a étudié la croissance des propriétés inhibitrices de l'huile des graines de carvi et de l'huile de thym en 1875. Toutefois, il aura fallu attendre le début du XX^{ème} siècle pour que les scientifiques commencent à s'y intéresser (**Cox et al, 2000**).

Néanmoins, le mécanisme d'action des HEs sur les cellules bactériennes et fongiques reste difficile à cerner, compte tenu de la composition complexe des huiles volatiles (**Burt, 2004**). La variabilité des constituants des huiles suggère qu'elles agissent sur plusieurs sites d'action dans les micro-organismes, étant donné que chaque composé possède son propre mode d'action (**Guinoiseau, 2010**).

Les terpènes ainsi que les flavonoïdes peuvent pénétrer dans la double couche phospholipidique de la membrane de la cellule bactérienne et induire sa rupture. Le contenu cytoplasmique est déchargé à l'extérieur de la cellule impliquant sa destruction (**Wendakoon et Sakaguchi, 1995 ; Tsuchiya et al, 1996**). Egalement, une perturbation chémo-osmotique et une fuite de potassium intra-cytoplasmique peuvent subvenir, suivi de la libération d'acides nucléiques, de L'ATP, et du phosphate inorganique (**Tsuchiya et al., 1996 ; Hammer et al., 1999 ; Daroui-Mokaddem, 2011**).

Certains composés phénoliques des HEs interfèrent avec les protéines de la membrane des micro-organismes comme l'enzyme ATPase, soit par action directe sur la partie hydrophobe de la protéine, soit en interférant dans la translocation des protons dans la membrane prévenant la phosphorylation de l'ADP (**Kurita et Koike, 1982, Knoblocet al, 1989**).

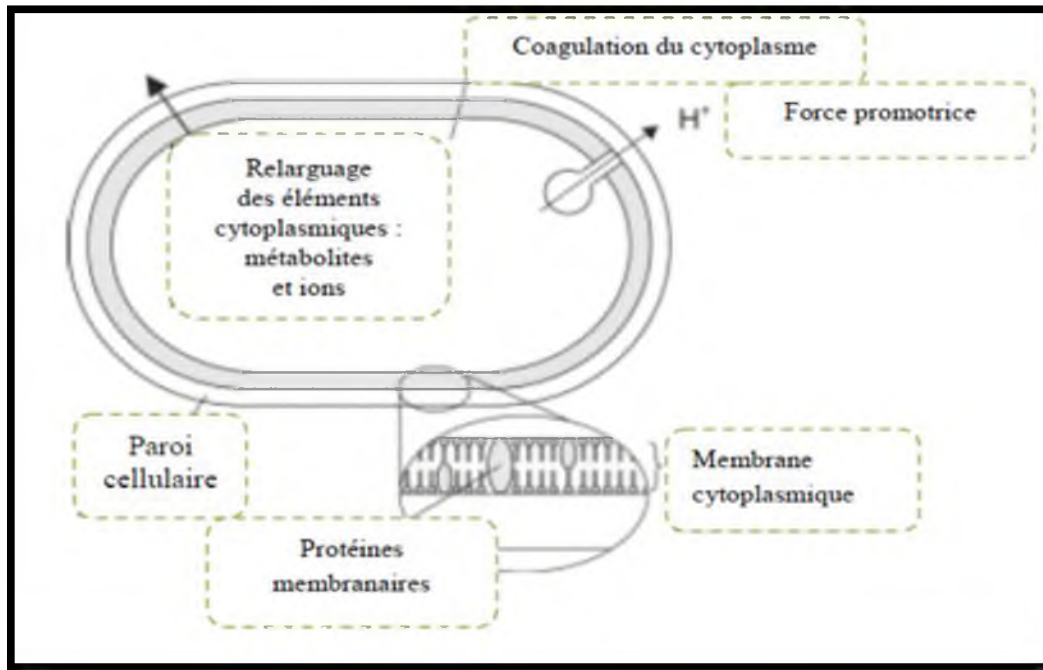


Figure 10: Sites d'action des huiles essentielles sur la cellule bactérienne (Burt, 2004).

III.7.2. Méthodes de détermination de l'activité antibactérienne

L'essence de thym est souvent rapportée comme étant parmi les huiles les plus actives (Agnihotri *et al*, 2003). Son composé majoritaire, le carvacrol (No. CAS 499- 75-2), possède également une forte activité antimicrobienne (Caccionni *et al*, 1998).

III.7.2.1. Aromatogramme

L'aromatogramme est basé sur une technique utilisée en bactériologie médicale appelée antibiogramme ou méthode de disques ou méthode par diffusion en milieu gélosé. La technique consiste à utiliser des disques de papier imprégnés des différentes substances à tester, puis déposés à la surface d'une gélose uniformémentensemencée avec une suspension de la bactérie à étudier. Après incubation, les colonies se développent à la surface de la gélose laissant des zones vierges autour des disques appelée zone d'inhibition. Plus le diamètre de la zone d'inhibition est grand, plus la souche est sensible à la substance testée, plus il est petit plus la bactérie est résistante. Le diamètre de ces zones d'inhibition est proportionnel à l'activité bactériostatique de l'HE sur le germe testé. On peut exprimer cette activité soit en indiquant directement le diamètre de la zone d'inhibition en millimètre, soit en traduisant en croix le degré d'activité (Guerin *et Carret*, 1999).

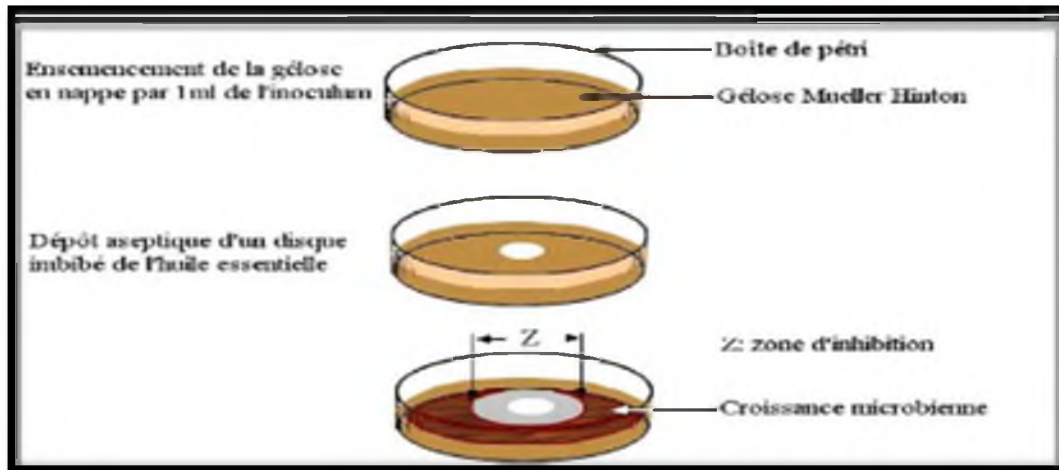


Figure 11 : Illustration de la méthode d'aromatogramme (Bourit ; Boussad, 2007).

III.7.2.2. Méthode de diffusion en puits

Un puits (d'environ 6mm) est creusé au centre de la gélose dans lequel sera coulée une quantité d'huile essentielle pure ou diluée. Après incubation, des zones d'inhibition de croissance bactérienne sont obtenues (pour les huiles actives) et mesurées (Dorman et Deans, 2000).

Pour ces 2 techniques, la sensibilité du germe testé peut être évaluée selon le diamètre d'inhibition obtenu. En effet, la sensibilité d'un germe est nulle pour un diamètre inférieur ou égal à 8 mm. Elle est limitée pour un diamètre compris entre 8 et 14 mm, et moyenne pour un diamètre entre 14 et 20 mm. Pour un diamètre supérieur ou égale à 20 mm le germe est très sensible (Duraffourd et al 1990).

III.7.2.3. Méthode de micro-atmosphère

Cette technique consiste à cultiver les microorganismes à tester dans les boîtes de Pétri sur milieu de culture approprié. La différence réside principalement dans la position du disque imprégné d'HE qui est déposé au centre du couvercle de la boîte de Pétri, renversée après fixation de l'HE sur le disque. Celui-ci n'est donc pas en contact avec le milieu gélosé. L'huile s'évapore dans l'atmosphère de la boîte, elle peut exercer son effet inhibiteur sur les microorganismes testés (Pibiri, 2005).

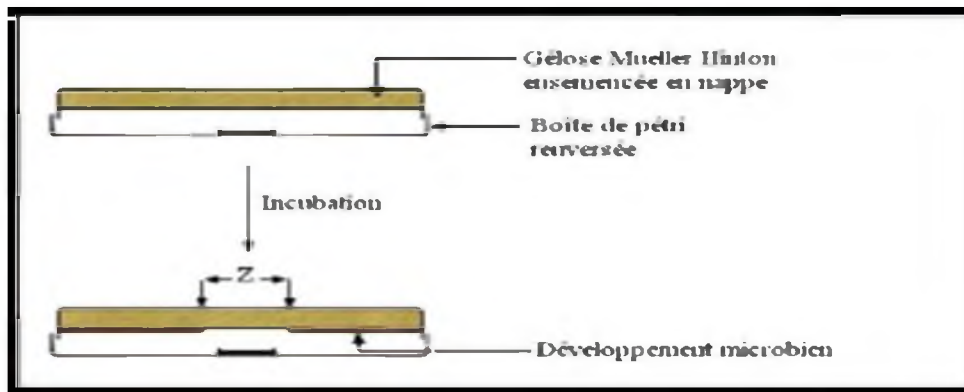


Figure 12 : Illustration de la méthode de microatmosphère (BOUSBIA, 2004).

III.7.2.4. Détermination de l'effet bactériostatique ou bactéricide

La détermination de l'effet bactéricide ou bactériostatique d'une H.E est réalisée en procédant à un repiquage des zones d'inhibition formées et ne présentant aucune croissance bactérienne visible à l'œil nu sur milieu de culture.

- S'il y a croissance bactérienne, l'HE a un effet bactériostatique sur la souche testée.
- S'il au contraire il y a absence de croissance bactérienne, l'HE présente un effet bactéricide vis-à-vis de cette souche. La CMI est définie comme étant la plus basse concentration capable d'empêcher une croissance bactérienne visible. La CMI n'est pas totalement bactéricide et une partie de l'inoculum est capable de se développer après disparition du composé inhibiteur (Mann et Markham, 1998).

La concentration minimale bactéricide (CMB) est la petite concentration de l'agent inhibiteur ne laissant subsister que 0,01% ou moins de survivants de l'inoculum initial après 18 heures de culture à 37°C. Cette valeur caractérise l'effet bactéricide de l'HE (Haddouchi *et al*, 2009).

III.8. Facteurs influençant l'activité antimicrobienne des huiles essentielles:

L'efficacité antimicrobienne des huiles essentielles dépend de deux principaux paramètres : l'huile essentielle et sa composition chimique d'une part, et le microorganisme (type, structure...) d'autre part (**Kalemba *et al*, 2003**).

➤ **Activité liée à la composition chimique :**

L'activité des huiles essentielles est souvent réduite à l'activité de ses composés majoritaires, ou ceux susceptibles d'être actifs. Toutefois, les composés minoritaires pourraient agir de manière synergique (**Lahlou, 2004**).

De nombreuses études ont mis en évidence une activité antimicrobienne qualitativement similaire entre les huiles essentielles et leurs composés chimiques testés isolément. Cependant il existe des différences quantitatives. En effet, il a été prouvé que l'effet antimicrobien des huiles essentielles est supérieur à celui de ses composés majoritaires testés séparément ((**Lahlou, 2004 ; Didry *et al*, 1993**). Et selon l'étude de **Lambert *et al*, 2001**, l'association des principaux composés (**Dorman et Deans, 2000**) actifs agirait de façon synergique en potentialisant l'action antimicrobienne de l'huile essentielle. Les composés chimiques connus pour leur efficacité antimicrobienne et leur large spectre sont les phénols (thymol, carvacrol et eugénol), les alcools, (α -terpineol, terpinen-4-ol, linalol), les aldéhydes, les cétones et plus rarement les carbures (**Cosentino *et al*, 1999 ; Dorman et Deans, 2000**).

Les phénols, dont le thymol et l'eugénol, sont responsables de l'activité bactéricide des huiles essentielles qui en contiennent (**Burt et Reinders, 2003 ; Lambert *et al*, 2001 ; Cox *et al*, 2000**). Ils produisent des dégâts irréversibles au niveau de la membrane (**Pibiri, 2006**). Cependant, il est à signaler que les phénols seuls ne sont pas responsables de l'intégralité de l'activité des huiles essentielles; les autres composés chimiques doivent également être pris en compte (**Cosentino *et al*, 1999**).

Les alcools sont généralement plus connus pour leur activité létale que bactériostatique sur les cellules végétatives, en dénaturant les protéines (**Dorman et Deans, 2000**).

Les aldéhydes, fortement électro-négatif à double liaison, deviennent de puissants agents antimicrobiens en réagissant avec les composés nitrés vitaux (protéines et acides nucléiques) des bactéries (**Desjobert *et al*, 1997 ; Dorman et Deans 2000**).

➤ **Activité liée au microorganisme**

Une huile essentielle peut être biocide vis-à-vis de certaines souches, biostatique vis-à-vis d'autres ou encore n'avoir aucun effet. Ceci peut être lié au type de microorganisme (à Gram positif ou à Gram négatif), à sa forme planctonique ou en biofilm, à son métabolisme et à sa résistance.

En effet, les bactéries à Gram positif seraient plus résistantes aux huiles essentielles que les bactéries à Gram négatif (**Zaika, 1988 ; Santos et Novales, 2012**). Par ailleurs, l'activité antimicrobienne des huiles essentielles diffère selon que la bactérie croît en forme planctonique ou au sein d'un biofilm bactérien.

La résistance bactérienne aux huiles essentielles, comme pour tout agent antimicrobien, semble être liée à la formation du biofilm. En effet, un isolat clinique récent peut montrer une résistance augmentée, pouvant provenir des interactions avec les cellules de l'hôte (**Alviano, 2009**), tandis que les microorganismes évoluant sous forme planctonique sont plus susceptibles (**Fine et al, 2001**).

Etude expérimentale



Matériel et méthodes



1. Extraction des huiles essentielles

L'extraction de l'huile essentielle est effectuée au niveau du laboratoire de contrôle de qualité alimentaire, département de biologie appliquée.

1.1. Matériel végétal

L'huile essentielle testée a été extraite à partir des feuilles de *Thymus numidicus* Poiret (figure13).

Les échantillons de la partie aérienne (tiges, feuilles et fleurs) de *T. numidicus* Poiret ont été récoltés au mois de Mai 2015 dans la région de Mila (Est de l'Algérie). Les feuilles ont été nettoyées, lavées avec de l'eau du robinet et séchées à l'ombre. Elles ont été ensuite stockées dans des sacs propres.



Figure13 : Illustration de la plante de *Thymus numidicus* Poiret.

1.2. L'extraction de l'huile essentielle

L'extraction des huiles essentielles a été effectuée par hydrodistillation dans un appareil de type Clevenger (figure 14) (BENCHEKROUN *et al.* 2012).

Environ 50 g des feuilles de thym secs ont été mélangé avec 500 ml d'eau distillée, l'ensemble est ensuite porté à ébullition dans un ballon à trois cols ou fiole d'un litre d'une colonne de 60 cm de longueur reliée à un réfrigérant. Les vapeurs chargées d'huile et qui traversent le réfrigérant, se condensent et chutent dans une ampoule à décanter. L'eau et l'huile se séparent par différence de densité (BENCHEKROUN *et al.* 2012 ; MOHAMMEDI, 2006). L'extraction a duré 3 heures. L'huile obtenue est ensuite conservée dans un réfrigérateur à une température de 4°C, dans des flacons en verre emballés avec du papier aluminium en vue de son incorporation dans le fromage frais.



Figure 14 : Montage de l'hydrodistillateur de type Clevenger.

1.3. Calcul du rendement d'extraction

Selon la norme AFNOR (1986), le rendement en huile essentielle est défini comme étant le rapport entre la masse de l'huile essentielle obtenue et la masse de la matière végétale utilisée. Le rendement exprimé en pourcentage est calculé par la formule suivante:

$$\text{RHE}(\%) = \frac{M_1}{M_2} \times 100$$

Où :

RHE : rendement en huile essentielle ;

M1 : masse de l'huile essentielle obtenue en g;

M2 : masse du thym en g.

2. Fabrication du *Djben* incorporé de l'huile essentielle

2.1. Fabrication du *Djben*

Le fromage a été fabriqué à partir du lait cru de chèvre entier de petit mélange (environ sept femelles) d'une ferme rurale d'Ain El Fedda (Tébessa). La traite est manuelle et a eu lieu en moi de février 2016.

Cette fabrication a été effectuée par une ménagère rurale qualifiée. Le procédé de fabrication du *Djben* est illustré dans la figure 15. Le lait a été d'abord chauffé, la présure (douth) a été ensuite ajoutée (fabriquée traditionnellement). Après approximativement 12 heures de coagulation, le fromage a subi un égouttage qui a duré environ 24 heures.

2.2. Incorporation de l'huile essentielle au *Djben*

Le *Djben* récupéré dans des sachets de prélèvement stériles est immédiatement transporté dans une glacière au laboratoire.

L'ajout de l'huile essentielle est effectué au niveau du laboratoire de contrôle de qualité alimentaire dans des conditions stériles. Les huiles essentielles ont été incorporées au *Djben* aux concentrations de 1ml/kg et 1,5ml/kg par pulvérisation (ZENTAR et al, 2013). Le conditionnement est réalisé manuellement dans des portes mangées stériles emballés avec du papier aluminium et stockées à 4°C.



1) Chauffage du lait de chèvres



2) Ajout de la présure (douth)



3) Formation d'un caillé



4) Egouttage du caillé



5) *Djben* ou fromage frais

Figure15 : Schéma de fabrication du *Djben*

3. Détermination de l'effet de l'incorporation de l'HE

Un échantillon du lait de chèvre utilisé pour la fabrication du *Djben* a été prélevé dans des flacons stériles en verre et transporté dans des glacières jusqu'au laboratoire. Une caractérisation physicochimique, biochimique et microbiologique a été réalisée sur le lait et le fromage.

Les effets de l'incorporation de l'huile essentielle sur le *Djben* ont été évalués par le suivi de l'évolution des paramètres, physico-chimiques, microbiologiques et sensorielles pendant 16 jours à 4°C. Pour cela, des prélèvements à partir des échantillons du *Djben* témoin (non incorporé), incorporé avec 1 ml/ kg et 1.5 ml/ kg de l'HE ont été effectués tous les deux jours à partir du premier jour de fabrication jusqu'à 16 jours de stockage à 4 °C.

3.1. Analyses physicochimiques

3.1.1. Mesure de PH

La valeur de pH a une importance exceptionnelle sur l'état de fraîcheur du produit ou sur sa stabilité (MATHIEU, 1998). Dès l'arrivée des échantillons de lait cru et du fromage au laboratoire, le pH est mesuré à l'aide d'un pH mètre type Consort selon la méthode électrométrique (AFNOR, 1980).

3.1.2. Détermination du taux de cendres

Les cendres du lait sont le produit résultant de l'incinération d'une prise d'essai (5 ml pour le lait et 4 g pour le fromage) dans un four à moufle réglé à 530 ± 20 °C durant 4 heures (AFNOR, 1980).

Le résultat obtenu correspond à la teneur en cendres exprimée en g/l :

$$(M1 - M0) \times 100 / V$$

La teneur en cendres exprimée en pourcent de masse sont égales à :

$$(M1 - M0) \times 100 / E$$

Dont :

M0 : Masse en grammes de la capsule vide.

M1 : Masse en gramme de la capsule + les cendres.

V : Volume en millilitre de la prise d'essai.

E : Masse en grammes de la prise d'essai de lait.

3.1.3. Détermination de l'extrait sec

Le principe de la méthode utilisée consiste en une dessiccation par évaporation à l'étuve ($103 \pm 2^\circ\text{C}$) pendant 3 heures d'une prise d'essai de lait cru et de Djben (AFNOR, 1980), suivie d'une pesée du résidu sec total après refroidissement dans un dessiccateur.

➤ Expression des résultats

Après pesée, le taux de l'extrait sec exprimé en pourcentage a été calculé selon la formule suivante :

$$\text{Extrait sec \%} = \frac{\text{Poids (capsule+ extrait sec)} - \text{poids capsule vide}}{\text{Prise d'Essai}} \times 100$$

3.1.4. Détermination de la teneur en matière grasse

La méthode de Rose-Gottlieb (Norme AFNOR, NFV04-346) a été utilisée pour déterminer la teneur en matière grasse dans le lait de chèvre. L'hydrolyse des lipides est effectuée en présence d'ammoniaque (25%) pendant 15 min à $60-70^\circ\text{C}$. ils sont ensuite extraites par un mélange d'oxyde di-éthylique et d'éther de pétrole (1:1, vlv) après ajout d'éthanol à l'hydrolysate.

Après séparation des deux phases, la phase supérieure est récupérée et filtrée sur 1 g d'hydrogénosulfate de sodium. Le filtrat est ensuite recueilli dans une capsule préalablement tarée et mise à évaporer sous la hotte.

La phase aqueuse inférieure peut encore contenir des lipides ce qui nécessite une deuxième extraction qui sera réalisée de la même manière que la première.

➤ Expression des résultats

$$\text{MG (g/l)} = m_1 - m_2$$

m_1 = la masse du récipient après évaporation

m_2 = la masse de récipient vide

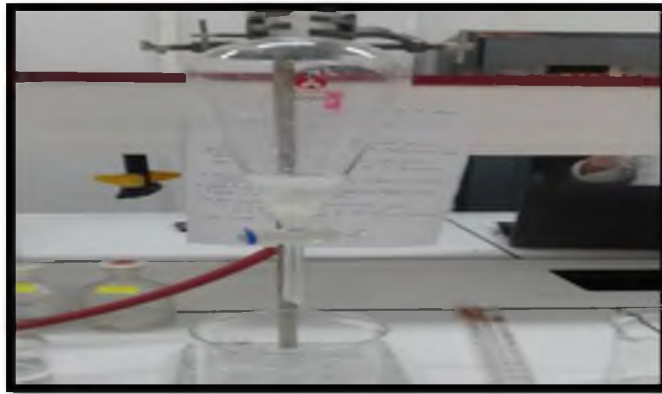


Figure16 : Détermination de la matière grasse du lait (**La méthode de Rose de Gothlieb**)

Pour la détermination de la teneur en matière grasse du *Djben*, la méthode de Soxhlet a été utilisée. L'échantillon est d'abord hydrolysé à l'acide chlorhydrique (hydrolyse acide). Le mode opératoire a consisté à une prise d'essai de 1g de fromage, introduit dans un ballon puis mélangé avec 20 ml d'eau distillée et 20 ml d'acide chlorhydrique. Le ballon est connecté à une réfrigérante et chauffé pendant 15 minute. Le contenu du ballon est ensuite filtré à l'aide d'un papier filtre disposé dans un entonnoir. Après plusieurs lavages à l'eau distillée chaude jusqu'à élimination de chlorures, le papier filtre est séché puis introduit dans une cartouche soumise à l'extracteur. La matière grasse est ainsi extraite par reflux à l'aide d'un solvant : l'hexane. (ABAKAR, 2012).

La teneur en matière grasse du fromage est calculée selon la formule suivante :

$$\text{Matière grasse en \%} = \frac{\text{Poids du matras après extraction} - \text{poids du matras vide}}{\text{Prise d'essai}} \times 100$$



Figure17: Détermination de la matière grasse du *Djben* (**La méthode de Soxhlet**).

3.2. Analyses microbiologiques

Selon l'arrêté interministériel du 27/05/1998, les germes recherchés et dénombrés dans le lait et le fromage frais sont : la flore totale aérobie mésophile (FTAM) à 30°C ; les Coliformes totaux ; les Coliformes fécaux ; les Salmonelles ; *Staphylococcus aureus* ; les levures et les moisissures.

Le prélèvement du *Djben* est effectué à l'aide d'un couteau stérile. Il est réalisé par découpage d'un secteur d'environ 5 à 10g.

La solution mère est obtenue en mélangeant dans un mortier 10 g de l'échantillon avec 90 ml de l'eau physiologique. Après homogénéisation, le mélange est laissé au repos pendant une vingtaine de minutes pour la revivification des micro-organismes. Par la suite, des dilutions successives sont effectuées jusqu'à 10^{-3} .

3.2.1. Les FTAM

La flore mésophile aérobie totale (FMAT), bon indicateur de contamination, est dénombrée sur gélose PCA incubée pendant 48 h à 72 h à 37°C (AFNOR, 2003).

3.2.2. Les coliformes

Les coliformes sont recherchés sur milieu VRBL (gélose biliée lactosée au rouge neutre et violet cristal). Sur ce milieu, les coliformes fermentent le lactose en donnant des colonies d'un diamètre de 0,5 à 1 mm.

La lecture et le dénombrement se font après 24 h à 48 h d'incubation à 37 C° pour les coliformes totaux et à 44 C° pour les coliformes fécaux. Les colonies sont rouges foncées ou violettes (AFNOR, 1996).

3.2.3. Les Staphylocoques

Les staphylocoques sont dénombrés sur la gélose de Baird Parker additionnée de jaune d'œuf et de tellurite de potassium et incubée 48 heures à 37°C.

Les colonies caractéristiques sont noires ou grises brillantes de 1 à 2 mm de diamètre et entourées d'un halo opaque plus ou moins clair (AFNOR, 1994).

3.2.4. Les Salmonelles

La recherche des salmonelles se fait en suivant trois étapes qui sont : le pré-enrichissement, l'enrichissement et l'isolement sur un milieu sélectif.

✓ Pré-enrichissement

Il s'effectue en bouillon nutritif, l'intérêt de cette étape pour la plupart des produits analysés, est la récupération des bactéries stressées. Environ 1ml de la suspension mère à analyser est introduit dans un tube contenant 10 ml de bouillon nutritif préalablement stérilisé. La préparation est homogénéisée puis incubée à 37°C pendant 24 heures.

✓ Enrichissement

Un volume de 1ml de la solution de pré-enrichissement de chaque produit a été introduit dans des tubes à essai contenant 10 ml de bouillon de sélénite cystéine. L'incubation a été effectuée à 37°C pendant 24 heures

✓ Isolement sur gélose *Salmonelle- Schigella* ou milieu (SS)

Un volume de 0,1ml du contenant des tubes positifs a été ensemencé à la surface des boîtes de pétri préalablement coulées par le milieu SS. L'incubation a été effectuée à 37°C pendant 24 heures.

Lecture

Les salmonelles se présentent sous formes des colonies translucides avec un centre noir (NF En ISO 6579).

3.2.5. Levures et Moisissures

La gélose Extrait de Malte préalablement fondue et refroidie a été répartie dans des boîtes de pétri vides. Après solidification, 0,1ml de chaque dilution a été ensemencé en surface. L'incubation a été faite à une température de 25°C pendant 3 à 5 jours.

La lecture et le dénombrement ont été réalisés tous les jours, levures à part et moisissures à part pour suivre le développement et éviter l'envahissement. Une boîte du milieu utilisé a été incubée telle quelle, dans le même endroit et dans les mêmes conditions de température, elle constitue le témoin du milieu. (NF V 08-059)

3.2.6. Clostridium sulfitoreducteurs

Le lait placé dans des tubes a été préalablement chauffé 10 minutes à 80 °C puis refroidi rapidement afin d'activer les spores des clostridies et de détruire les germes sous forme végétative. Ensuite, ils ont été dénombrés sur le milieu de culture tryptose-sulfite à la cyclosérine (TSC) (Institut Pasteur, Algérie). Après l'incubation à 46 °C pendant 20 ± 2 h, seules les colonies caractéristiques entourées d'un halo noir ont été comptées (AFNOR, 2009).

3.3. Evaluation de la stabilité oxydatives du *Djben*

La stabilité à l'oxydation détermine la résistance à l'auto oxydation et permet par conséquent de faire des prévisions sur la durée de conservation (Shelf life) des lipides (Rossell, 1994); on a utilisées les tests suivants :

3.3.1. Test de Schaal

Le test de Schaal implique un chauffage à l'air de 50-100 g des lipides placés dans des capsules ouvertes à une température donnée (50-105°C), jusqu'à l'apparition des saveurs d'oxydation qui sont déterminées à intervalles réguliers par voie analytique (indice de peroxyde (IP) ou test à l'acide thiobarbiturique) (COLLOMB et SPAHNI, 1996).

Une quantité de 50 g du *Djben* ont été introduits dans un bécher de 100 ml, puis placés dans l'étuve à une température de 63°C pendant 8 jours. Des prélèvements ont été effectués chaque deux jour (chaque 48 heures) pour déterminer l'oxydation des lipides par la méthode de l'acide thiobarbiturique (Santner *et al*, 1980).

3.3.2. Test des substances réactives à l'acide thiobarbiturique (TBARS)

Le test est standardisé en utilisant comme référence le malondialdéhyde (MDA), les résultats sont ainsi exprimés en mg de MDA/kg d'échantillon (FRANKEL, 2005). Cette méthode permet de quantifier la peroxydation lipidique, dans le plasma et les aliments, en mesurant la libération du malondialdéhyde (MDA), un des produits majeurs de dégradation des lipides (BOTSOGLOU *et al*, 1994).

Le MDA réagit avec l'acide thiobarbiturique pour donner des pigments de coloration rouge mesuré à une longueur d'onde de 532 -535 nm (HOYLAND et TAYLOR, 1989). Le schéma détaillé du protocole expérimental est représenté dans la figure 18.

➤ Expression des résultats

La quantité de TBARS (Thiobarbituric acid reactive substances) a été calculée sur la base de coefficient d'extinction molaire ($\epsilon = 155 \text{ mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$) en utilisant l'équation suivante (Kehal, 2013) :

$$\text{mg équivalent MDA/Kg} = (A \text{ corrigée} \cdot V_{\text{TCA}} \cdot 2 \cdot M \cdot 10^{-1}) / 1,66 m$$

Soit, **VTC** : volume de solvant d'extraction

m: masse de l'échantillon analysé (g)

M : Masse moléculaire de MDA = 72 g/mol.

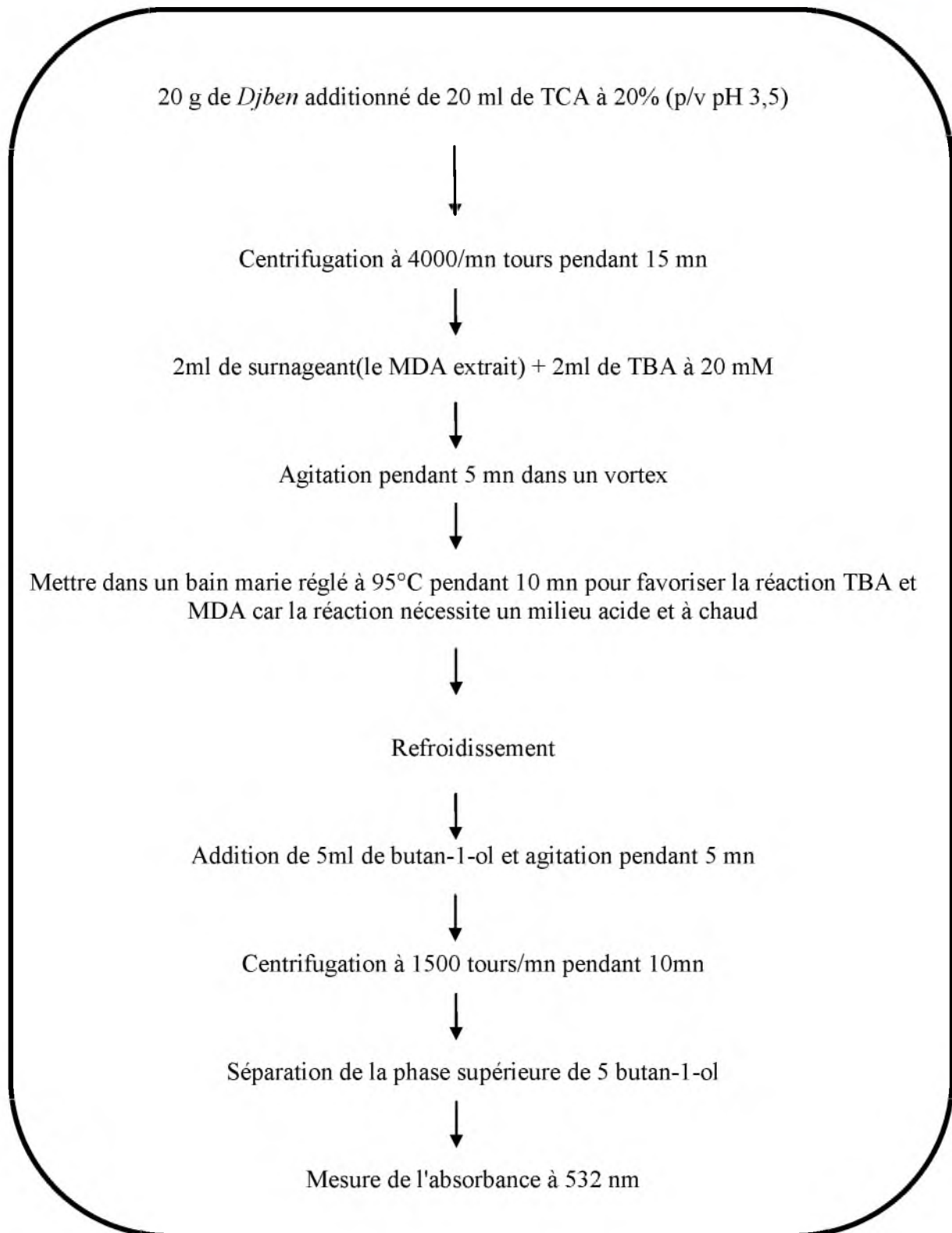


Figure18 : Schéma de test des substances réactives à l'acide thiobarbiturique (**Djenane et al, 2011d**).

3.4. Estimation du shelf life de fromage frais

La limite d'acceptabilité microbienne (MAL) a été estimée par l'ajustement des données expérimentales à l'équation de Gompertz modifiée par Corbo (**CORBO et al, 2006**). Une concentration $\geq 10^5$ UFC / g des levures et moisissures marque la fin de la vie utile du fromage frais. Ce niveau de contamination correspond à l'apparition des défauts, des couleurs et des odeurs anormales. (**ZANTAR et al, 2013**)

3.5. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle a été effectuée sur trois échantillons de fromage frais de chèvre : un fromage témoin (sans l'huile essentielle) et les deux fromages aromatisés par 1 ml/kg et 1.5 ml/kg de l'huile essentielle de thym.

3.5.1. Panel

Le panel est constitué de 12 sujets de sexes masculin et féminin, se sont des étudiants de la faculté des sciences exactes et sciences de la nature et de la vie de l'université de Tébessa.

Il leur est montré la façon dont les bulletins seront remplis. Il a été recommandé aux dégustateurs d'éviter de manger, de boire ou de fumer au moins 30 minutes avant de procéder aux essais.

3.5.2. Test de classement par rang

Les tests de classement par rang de l'intensité supposent que les dégustateurs classent les échantillons d'après l'intensité perçue d'une caractéristique sensorielle. Ce type de test peut servir à obtenir des renseignements préliminaires sur des différences entre les produits ou à dépister les dégustateurs qui font preuve d'aptitudes à distinguer les différences entre des échantillons dont on connaît les différences. Ces tests peuvent indiquer s'il y a des différences perceptibles d'intensité pour un attribut dans plusieurs échantillons (**WATTS et al, 1991**).

Les dégustateurs doivent noter les trois fromages présentés par ordre d'intensité d'une caractéristique donnée. Celui qui avait la note la plus élevée pour une caractéristique était classé '1', celui qui avait la note la plus basse était noté '3', et celui qui avait la note intermédiaire était noté '2'.

➤ **Analyse des données**

Le classement des notes de chaque échantillon a été présenté sous forme de tableaux ou la loi de Khi2 a été appliquée selon la formule suivante :

$$khi02 = \frac{12}{NP(P+1)} \times \varepsilon (RT)2 - 3N(P + 1)$$

N : nombre de dégustateurs

P : nombre des échantillons

RT : somme des rangs

ddl : degrés de liberté = P-1

Les résultats obtenus ont été comparés aux valeurs théoriques lues au même degré de liberté.

3.5.3. Test hédonique

Les tests hédoniques sont conçus pour mesurer le degré d'appréciation d'un produit. On se sert d'échelles de catégories allant de «aime beaucoup» à «n'aime pas du tout» en passant par «neutre» avec un nombre variable de catégories intermédiaires. Les dégustateurs choisissent, pour chaque échantillon, la catégorie qui correspond à leur degré d'appréciation. (WATTS *et al*, 1991).

➤ **Analyse des données**

Pour l'analyse des données, les catégories sont converties en notations numériques allant de 1 à 9, où 1 correspond à «n'aime pas du tout» et 9 «aime beaucoup», (annexe III). Les notations de chaque échantillon sont présentées sous forme de tableaux et analysées au moyen de l'Analyse de variance (ANOVA) pour déterminer s'il y a des différences significatives dans le degré d'appréciation moyen entre les échantillons.

3.6. Analyses statistiques

Le logiciel Microsoft Excel 2007 et Minitab 1999 ont servis à l'analyse statistique des données. D'une manière générale, les résultats sont présentées sous forme de moyennes plus ou moins l'écart type. L'analyse de la variance, le test de Duncan et la loi de Khi2 sont utilisés pour traiter les résultats. Le seuil de significativité est fixé à 5%.

Résultats et discussion



1. Extraction de l'huile essentielle de Thym

1.1. Le rendement en huile essentielle de thym

Nous rappelons que l'huile essentielle a été extraite des feuilles sèches du thym par un hydrodistillateur de type Clevenger. Nous avons obtenu une huile de couleur jaune pâle avec une odeur aromatique. Le rendement en huile essentielle de *Thymus numidicus Poiret* provenant de Mila est de $2.3 \pm 0,20$ %. Selon (BENCHEQROUN et al., 2012), le rendement en huile essentielle de Thym varie de 2 à 2,75 %. Il est relativement élevé par rapport à certaines plantes qui sont exploitées industriellement comme source des huiles essentielles et qui présentent généralement un rendement d'extraction de moins de 1%. Il est plus élevé que celui de la rose (0,1-0,35 %), la menthe poivrée (0,5-1 %), le néroli (0,5-1 %), (BENCHEQROUN et al, 2012).

Cette variabilité en huile essentielle, tant au niveau de leur composition, qu'au plan du rendement entre ces plantes, peut s'expliquer par différents facteurs d'origine intrinsèque, spécifiques du bagage génétique de la plante ou extrinsèque, liés aux conditions de croissance et de développement de la plante (BOUGUERRA, 2012). Nous soulignons aussi l'importance du choix de la période de récolte du thym pour obtenir une huile de qualité et de quantité. Généralement le rendement diffère d'une période à l'autre (HUDAIB et al, 2002).

2. Caractérisation du lait de chèvre

2.1. Caractéristiques physicochimiques

Les résultats des analyses physico-chimiques de l'échantillon du lait sont regroupés dans le tableau 9

Tableau 9: Les principales caractéristiques physicochimiques du lait de chèvre étudié.

| Caractéristiques physicochimiques | g/l | % |
|-----------------------------------|----------|------|
| Matière Grasse (g/l) | 41±0,53 | 4.1 |
| Extrait Sec total (g/l) | 133±0,68 | 13.3 |
| Cendres (g/l) | 1,6±0,09 | 0.16 |

2.1.1. Le pH

Le pH du lait de chèvre que nous avons utilisé est de 7,02. Cette valeur n'est pas en concordance avec celles rapportées par bon nombre d'auteurs tels que **REMEUF et al. (1989)** qui ont enregistré un pH entre 6,45 et 6,90, la **FAO (1990)** entre 6,45 et 6,60 et **ALVES D'OLIVEIRA (2007)** à 6.70.

Le pH inférieur du lait à la traite peut résulter de l'infection de la mamelle de l'animal (**MORGAN, 1999**) mais aussi du facteur génétique qui, à lui seul, a une grande influence sur les variations de pH du lait de chèvre (**REMEUF et al, 2001**).

Le pH dépend de la teneur en caséine, en sels minéraux et en ions (**ALAIS, 1984**), des conditions hygiéniques lors de la traite, de la flore microbienne totale et son activité métabolique (**MATHIEU, 1998**).

Les variabilités du pH sont aussi liées au climat, au stade de lactation, à la disponibilité alimentaire, à l'apport hydrique, à l'état de santé de l'animal et aux conditions de la traite (**SING, 1972**).

2.1.2. Matière grasse et l'extrait sec

Le lait de chèvre utilisé pour la fabrication du fromage contient environ 133 g/l (soit 13.3 %) d'extrait sec. Elle est inférieure à la valeur de 140g/l rapporté par (ALAIS, 1984) et très éloignée de celle trouvée par DARKOVA et al (2008) 156.1 g/l.

Selon CHARRON (1986) et VIGNOLA et al. (2002), le taux de la matière sèche peut varier de 10,5 % à 13,5 %.

Le taux de matière grasse est de 41 g/l (soit 4,1 %) ; il est très proche de celle trouvée par COVENEY et DAMTON- HILL (1985) qui est de 4,5%. D'après ce résultat, le lait utilisé pour l'élaboration du *Djben* est riche en matière grasse. Si ce lait est destiné à la transformation industrielle, il donne des rendements importants en produits finis.

Les taux de la matière sèche et la matière grasse dans le lait de chèvre sont en relation directe avec les conditions d'élevage, l'alimentation, le stade de lactation et la race (MORAND-FEHR et al, 1976 ; ST- GELAIS et al, 1999).

Le taux de la matière grasse et de l'extrait sec est très important dans la fabrication du fromage car Les lipides du lait de chèvre se caractérisent par la présence des acides gras à chaîne relativement courte (dont les acides caproïques et capryliques) qui peuvent être absorbés par un mécanisme plus simple que celui des acides gras à chaîne longue. La matière grasse du lait joue un rôle essentiel dans le développement du goût mais aussi de la texture du fromage. C'est cette forte proportion d'acide gras qui est responsable du goût typique du fromage de chèvre et dont l'acide 4 éthyle-octanoïque (13 mg/g de matière grasse) et l'acide 4 méthyle octanoïque (80 mg/g de matière grasse) (ANONYME, 2013).

2.1.3. Les cendre

La teneur en cendre de notre lait de chèvre frais est de 1.6 g/l (soit 0.16 %). Elle est inférieure à la gamme rapportée par JENNESS (1980), inférieure à la valeur de 9g/l présentée par (ALAIS, 1984) et AMIOT et al (2002); et à la valeur de 4,3g/l de (DAOUDI, 2006).

2.2. Caractéristiques microbiologique

Les résultats des analyses microbiologiques du lait de chèvre exprimés en UFC/ml sont représentés dans le tableau (10).

Le lait de chèvre utilisé est de très bonne qualité microbiologique, tous les résultats obtenus sont conforme aux normes de la directive du control officiel (DQ/SVHA/N83 n° 8088 du 21 Juillet 1983). On note :

- L'absence de germes pathogène
- Présence en faible nombre de coliformes totaux.

Tableau 10 : Résultats d'analyses microbiologiques du lait de chèvre

| Germe | Lait de chèvre UFC/ml | Normes J.O.A UFC/ml |
|---|----------------------------------|------------------------------------|
| FTAM | $1,01 \times 10^3$ | 10^5 |
| Coliformes totaux | $3,04 \times 10^2$ | $2 \cdot 10^6$ |
| Coliformes fécaux | Absent | 103 |
| Staphylococcus aureus | Absent | Absent |
| Salmonelle | Absent | Absent |
| Levures | $1,1 \times 10^3$ | – |
| Moisissures | Absent | – |
| Clostridium sulfito- réducteur | Absent | < 50 |

2.2.1. Les FTAM

L'énumération de cette flore dans notre échantillon du lait cru est de 1.01×10^3 UFC/ml. On constate que ce nombre enregistré est inférieur à celui trouvé par (BELARBI, 2015) et celle publiée par la norme algérienne (NA, 1998) (10^5 UFC/ml).

La flore mésophile aérobie totale, bon indicateur de contamination globale, renseigne sur la qualité hygiénique du lait cru (GUINOT-THOMS et al, 1995). Selon FARRIS (2009), un lait de chèvre est de très bonne qualité microbiologique lorsque il contient moins de 10^5 germes /ml du lait. Cela est dû probablement à l'hygiène respectée à savoir le nettoyage des mains, de la mamelle et des récipients.

2.2.2. Les coliformes totaux

L'analyse a révélé une contamination de l'échantillon en coliformes totaux avec une valeur moyenne de $3,04 \times 10^2$ UFC/ml. Ce nombre est faible par rapport au nombre trouvé par (BELARBI, 2015) et par rapport à la norme de GUIRAUD 1998 (10^6 UFC/ml). Selon LARPENT (1990), la présence des coliformes totaux n'est pas obligatoirement une indication directe de la contamination fécale.

2.2.3. Les coliformes fécaux

Selon les résultats des analyses microbiologiques effectuées, le lait de chèvre utilisé pour la fabrication du *Djben* ne présente aucun coliforme fécal.

La présence des coliformes fécaux est considérée comme un indice de contamination fécale, il s'agit plutôt de marqueurs de mauvaise maîtrise d'hygiène ainsi qu'à la mauvaise manipulation (GUIRAUD et ROSEC, 2004).

2.2.4. Les *Staphylococcus aureus*

Pour les *Staphylococcus aureus* nous constatons l'absence totale de ce germe dans le lait de chèvre analysé. Selon BELARBI (2015), la bonne conduite d'hygiène au moment du prélèvement ainsi que la bonne santé de l'animale rend le lait de chèvre exempt de *Staphylococcus aureus*.

2.2.5. Les *Salmonella*

Les résultats de la recherche de *Salmonella* indiquent leur absence dans le lait de chèvre analysé. Notre résultat concorde avec celui de **BELARBI (2015)**, **SRAIRI et HAMAMA (2006)**, **AFIF et al, (2008)** et **MARCO et NDIAYE (1991)**. L'absence de salmonelle est un bon indice de l'état sanitaire satisfaisant des animaux producteurs du lait.

2.2.6. Les *Clostridium sulfito-réducteurs*

Le lait analysé est dépourvu de *Clostridium sulfito-réducteur*, donc il est conforme à la norme du **journal officiel de la république algérienne (1998)** et **GUIRAUD (1998)**.

2.2.7. Levures / Moisissures

La charge moyenne des levures est de $1,1 \times 10^3$ UFC/ml. Cette valeur selon **Hicham et al (2009)** est normale, et permettra la fermentation nécessaire à la production de dérivés laitiers. Les levures et moisissures sont des contaminants courants des aliments. Ils peuvent être véhiculés par l'environnement et se retrouver dans le lait et les produits laitiers. Bien que les levures ne causent pas d'intoxication alimentaire, elles peuvent provoquer une altération organoleptique de l'aliment (**DEAK, 2008**). Un très grand nombre de moisissures produisent des substances toxiques dites mycotoxines, et dont certains sont reconnues comme étant les plus puissants cancérigènes naturels chez l'homme (**CREPPY, 2002**).

3. Caractérisation du *Djben*

3.1. Caractérisations physicochimiques

La composition moyenne du *Djben* exprimé en pour-cent et en g/kg et présentée dans le tableau 11.

Tableau 11: La composition moyenne du *Djben* fabriqué

| Caractéristiques physicochimiques | en (%) | en (g/kg) | Ecart type |
|-----------------------------------|--------|-----------|------------|
| Matière Grasse | 3,31 | 33,1 | 19,34 |
| Extrait Sec total | 5,34 | 53,4 | 0,52 |
| Cendres | 0,44 | 4,4 | 0,49 |

3.1.1. Le pH

Le pH moyen du *Djben* est de 7.11. Cette valeur est très loin de celles rapportées par **HAMAMA (1988)** (3,70 à 4,80). Ce pH élevé enregistré témoigne la présence d'une fermentation lactique réduite due à une durée d'égouttage faible. En effet, la procédure traditionnelle met en jeu un égouttage très prolongé dépassant 3 jours (**BENKERROUM et TAMIME, 2004**) ce qui provoque une acidification jusqu'au pH 4,4 - 4,5 (**MAHAUT et al, 1986**).

3.1.2. Matière grasse

D'après les résultats, la teneur en matière grasse de notre fromage qui est de 33,1g/kg est supérieure à celle trouvée par **DAOUDI (2006)** (31,7g/kg). Selon **Bellivier et Gaborit, (2000)** la teneur lipidique du lait destiné à la production fromagère conditionne très largement le taux de la matière grasse du produit fini. En effet, le taux de matière grasse des fromages ne dépend que de la nature et de la composition initiale du lait utilisé pour la fabrication (**SOUSA et MALACATA, 2002 ; ROSEIRO et al., 2003 ; AQUILANTI, 2011**). D'après **Morgan (2001)**, les graisses fromagères constituent un bon apport énergétique et leurs digestibilité est généralement bonne (88% à 94%).

3.1.3. L'extrait sec total

Le taux d'extrait sec total du *Djben* fabriqué est de 53,4g/kg. Selon ALAIS (1984), le taux de l'extrait sec varie d'un type de fromage à un autre. Cette différence est la conséquence de l'emploi du sel et la durée d'égouttage. La richesse en matière sèche du *Djben* confère à celui-ci une consistance relativement ferme.

3.1.4. Le taux de cendre

Le taux de cendre est de 4,4 g/kg, cette valeur est presque la même valeur trouvée par DAOUDI (2006) (4,3 g/kg).

3.2. Caractérisations microbiologiques

La microbiologie du *Djben* est principalement dominée par la FMAT (moyenne de $1,10.10^3$ UFC/g), les Coliformes totaux (moyenne de $6,18.10^2$ UFC/g). Les germes de la contamination fécale (coliformes fécaux), les germes pathogènes et la flore fongique est totalement absents dans notre fromage (Tableau 12).

Tableau12 : Caractéristiques microbiologiques du *Djben*

| Germe Echantillon | FTAM | Coliformes totaux | Coliformes Fécaux | Staphylococcus Aureus | Salmonelles | Levures/moisissures |
|----------------------|----------------------|----------------------|-------------------|-----------------------|-------------|---------------------|
| Djben | $1,10.10^3$ UFC/g | $6,18.10^2$ UFC/g | Absent | absent | Absent | absent |

3.2.1. Les FTAM

Nous constatons que le nombre de FTAM dans le fromage de chèvre enregistré est peu nombreux et il est inférieur à celui trouvé par **DAOUDI (2006)**, **HAMAMA (1989)**, **BAYI (1994)** et **MAHIL (1992)**.

3.2.2. Les coliformes totaux

Le nombre de coliformes totaux de notre fromage est supérieur à celui trouvé par **DAOUDI (2006)** ($< 2/g$), et supérieur à la valeur de **GUIRAUD (1998)** ($< 10/g$). La présence de ces germes avec un nombre plus élevé provoque des problèmes sanitaires et d'intoxication graves (**ZERIFI et SELMA, 2015**).

Plusieurs études ont déjà été entreprises pour caractériser l'état hygiénique du *Djben* du lait de chèvre. Elles montrent qu'ils sont le plus souvent de qualité hygiénique non satisfaisante (**TANTAOUI et al, 1983** ; **BENKERROUM et al, 1984** ; **FAID et al, 1992** ; **ZINEDINE et al, 1996** ; **EL MARNISSI et al, 2012**). Ceci témoigne à la fois un manque de moyen matériel et une insuffisance voire une absence de sensibilisation des producteurs face aux problèmes d'hygiène.

Selon **MAHAUT et al, (2000)**, la production du fromage de chèvre de qualité sanitaire satisfaisante est évidemment possible à condition de respecter les règles d'hygiène applicables au niveau de la production et de la transformation du lait.

3.2.3. Les coliformes fécaux

Pour les coliformes fécaux nous avons remarqué l'absence totale de ces germes dans le *Djben*. Par ailleurs, la présence des coliformes permet la mise en évidence d'une contamination fécale. Ces germes constituent un facteur de mauvaise conservation ou d'accident de fabrication, et de juger l'état hygiénique d'un produit, même à des niveaux faibles, et aussi cette contamination était attribuée aux conditions non conformes de traite voire de collecte de lait de départ (**BENHEDANE, 2012**).

3.2.4. Les *Staphylococcus aureus*

Aucun Staphylocoque n'a été dénombré dans l'échantillon analysé. La présence de ces germes dans le produit alimentaire est très dangereuse de point de vue sanitaire car en bactériologie alimentaire, cette espèce est capable de produire des entérotoxines.

L'ingestion d'entérotoxines présentes dans les aliments provoque un syndrome gastro-intestinal ou toxi-infection alimentaire à staphylocoque (**BEZZALLA et GOUTTAYA, 2013**).

3.2.5. Les *Salmonelles*

Une absence totale des salmonelles a été enregistrée, ce résultat est en accord avec celui de **DAOUDI (2006)** et **Guiraud (1998)**.

3.2.6. Levures / Moisissures

La flore fongique est particulièrement absente dans notre fromage. Cette déficience est liée à une exposition faible du *Djben* à l'air durant l'égouttage (durée d'égouttage faible), ce qui réduit les contaminations par les spores de cette flore qui se développe, généralement bien, dans les produits fermentés.

Bien que les levures dans le *Djben* ne soulèvent pas d'inquiétude pour la sécurité alimentaire, leur nombre élevé peut causer une altération organoleptique du produit, tels que l'aspect visqueux et la décoloration avec une forte odeur d'alcool. Néanmoins, à des niveaux modérés, les levures peuvent contribuer à la saveur du produit (**OUADGHIRI, 2009**).

Nous pouvons conclure que l'analyse microbiologique montre que selon les normes posées par la directive **CE (92/46)**, notre fromage de chèvre est de très bonne qualité hygiénique. En effet on note :

- Absence des germes pathogènes (salmonelle, staphylocoque,...).
- Absence de levures et moisissures germes responsables de la dégradation de la qualité organoleptique du fromage et qui limite le shelf life de notre fromage.
- Présence en faible nombre de coliformes totaux.
- Flore totale peu abondante.

5. Effet de l'incorporation de l'HE de thym au *Djben*

5.1. Effet antimicrobien

5.1.1. Les FTAM

La figure montre l'évolution du nombre de FTAM pendant 16 jours dans les *Djben* élaborés (annexe I).

Au cours du quatrième jour nous avons constaté une légère augmentation de la FTAM dans le *Djben* témoin ainsi que le *Djben* à 1ml/kg d'HE, par conséquent une diminution significatif ($p < 0.05$) de celle-ci dans le fromage à 1.5ml/kg d'HE. Ce constat peut être dû à la forte concentration en HE appliquée.

Pendant le 7^{ème} jour de stockage, une augmentation brusque des FTAM dans le fromage à 1.5ml/kg. Ceci s'explique probablement au fait qu'une réaction chimique entre les protéines et les groupes fonctionnels des HE réduit la disponibilité des molécules actives (MALECKY, 2007). Vers le 10^{ème} jour, une diminution du nombre de FTAM dans les trois fromages élaboré a été observée. Ceci est le résultat d'une augmentation de l'acidité des produits due à une fermentation lactique qui inhibent la croissance bactérienne. Cet effet est plus prononcé pour les fromages incorporés avec l'HE de thym. A partir du 13^{ème} jour, une augmentation du nombre de la FTAM a été constatée pour les trois fromages. Cette augmentation est significativement ($p < 0.05$) moindre pour les deux fromages incorporés.

Nous concluons que l'incorporation du *Djben* à 1.5ml/kg d'HE de thym a un effet significatif sur le développement de la FTAM.

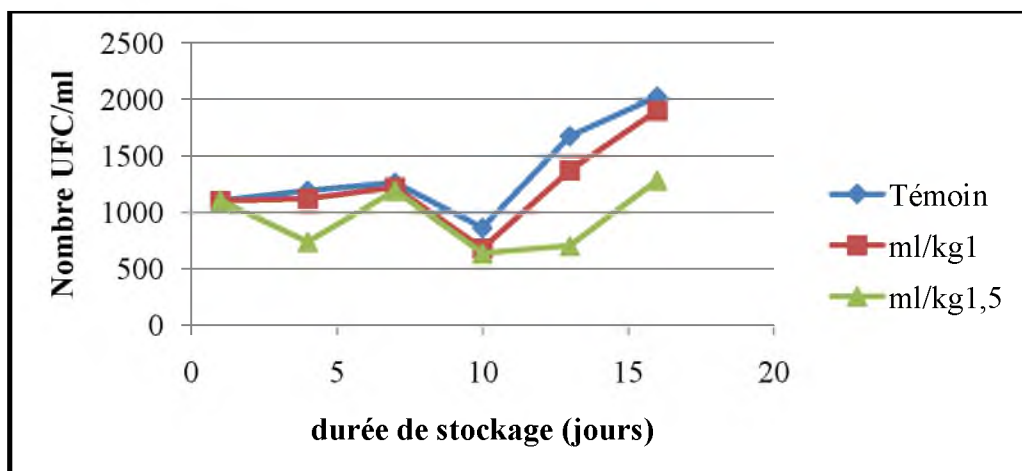


Figure19 : Evolution du nombre de FTAM pendant la durée de stockage

5.1.2. Les coliformes totaux

Le dénombrement des coliformes totaux dans les fromages élaborés montre une augmentation de leur nombre dans les trois fromages (figure20, annexe). Cette augmentation est plus importante dans le *Djben* témoin (0% d'HE) et dans le *Djben* à 1ml/kg d'HE en comparaison avec celui à 1.5ml/kg d'EH.

A partir du 10^{ème} jour une diminution significative ($p < 0.05$) du nombre de coliformes totaux a été notée pour les deux fromages incorporés ceci peut être expliqué par l'effet synergique de l'augmentation de l'acidité du milieu d'une part et l'effet inhibiteur d'HE de thym d'autre part.

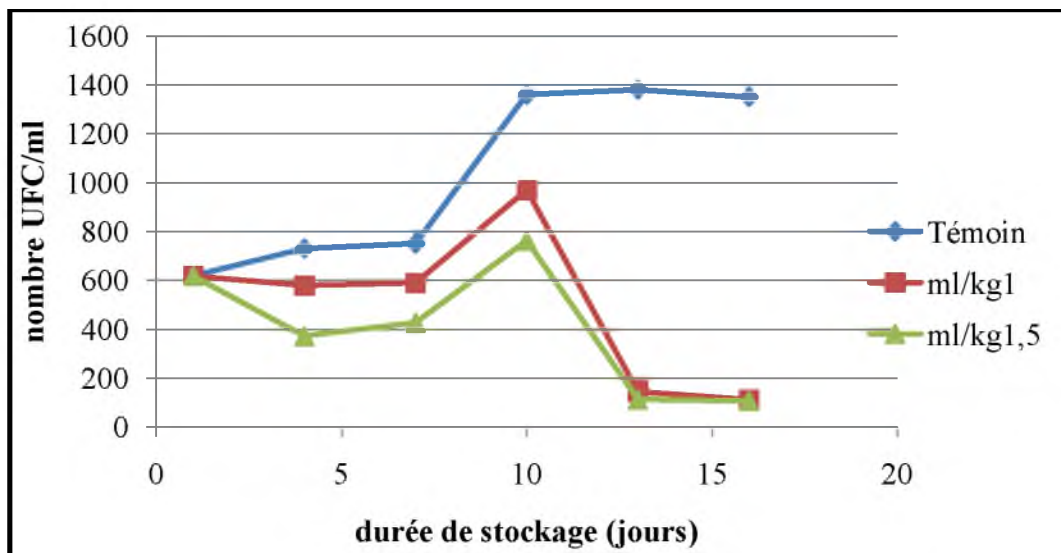


Figure20: Evolution du nombre de coliformes totaux pendant la durée de stockage

5.1.3. Les coliformes fécaux

Le suivi de dénombrement des coliformes fécaux montrent que l'addition d'HE de thym a un effet significatif ($p < 0.05$) sur leur croissance. Nous constatons que quelques soit la dose d'HE utilisé, les coliformes fécaux n'apparaissent dans les fromages incorporés d'HE qu'à partir du dixième (10) jours en comparaison avec le témoin ou ils se développent à partir du quatrième jour (figure21, annexe I).

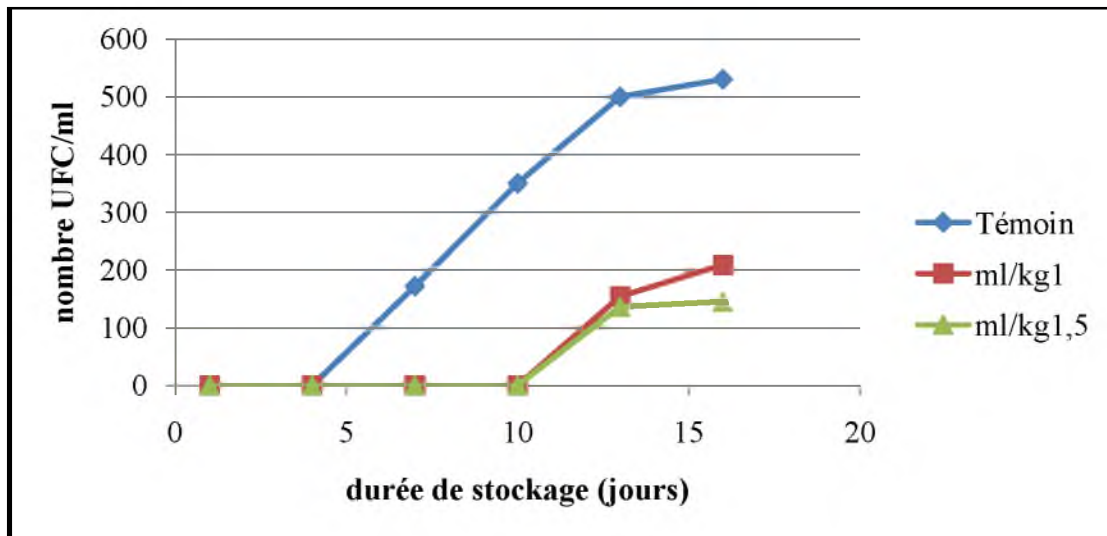


Figure21: Evolution du nombre de coliformes fécaux pendant la durée de stockage

5.1.4. Les levures et moisissures

Nous avons constaté que l'acidité du produit engendrée par la fermentation lactique a favorisé le développement des levures et moisissures (GUIRAUD, 2003) à partir du 4^{ème} jour du stockage pour le témoin (figure22, annexe I). Par contre, l'ajout d'huile essentielle de *Thymus numidicus Poiret* au fromage frais (*Djben*) a un effet significatif sur les levures et les moisissures pour les deux doses incorporées avec un effet plus efficace pour la dose 1.5ml/kg ($p < 0.05$). Il s'avère que plus la concentration en HE augmente plus le nombre de levures et moisissures est réduit. D'autre part, les résultats obtenus nous a permis de noter clairement que l'addition d'HE de thym a prolongé le shelf life à 7 jours pour le *Djben* à 1ml/kg d'HE et à 10 jours pour le *Djben* à 1.5ml/kg en comparaison avec le *Djben* témoin qui a une durée de vie de 4 jours seulement.

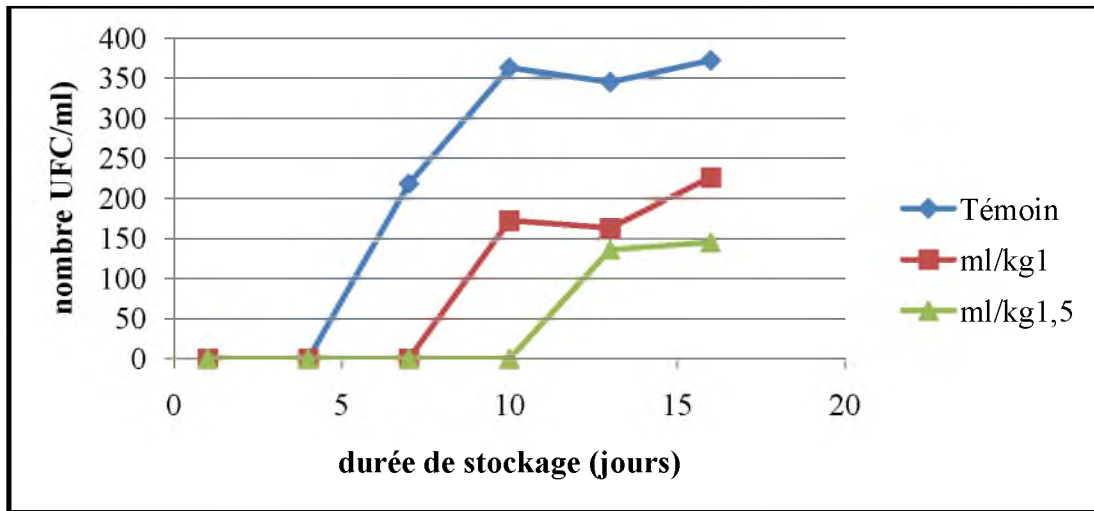


Figure22: Evolution du nombre de levures et moisissures pendant la durée de stockage

5.1.5. Les staphylocoques et salmonelles

Nous avons remarqué également l'absence totale de salmonelles et des staphylocoques pendant les seize (16) jours de stockage dans les trois produits (annexe I).

D'après ces résultats, l'ajout des huiles essentielles de *thymus numidicus* au *Djben* présente un effet léger sur la flore bactérienne (FTAM), un effet moyen sur les coliformes totaux mais réduit notablement le nombre de coliformes fécaux et celui des levures et moisissures. L'huile essentielle de *thymus numidicus* a pu jouer le rôle d'un conservateur dans le *Djben* à des concentrations de 1ml/kg et 1.5ml/kg, et elle a pu prolonger la date de consommation du fromage à sept et dix jours respectivement. La date limite du témoin étant de quatre jours seulement.

En effet **CONNER (1993)**, a montré que les HES de *thym* révèlent une forte capacité inhibitrice contre divers microorganismes pathogènes et d'altération dans différent aliments. L'activité inhibitrice des extraits d'herbes est attribué fondamentalement à sa richesse en composés phénoliques, le genre *thymus* possède une grande importance pharmacologique, son huile essentielle est dotée d'activité antibactérienne et antifongique (**KULVANOVA et al, 1996**).

Les huiles essentielles de thym sont également capables d'inhiber la croissance de bactéries résistantes comme : *Streptococcus pneumoniae*, *Salmonella typhimurium*, *Salmonella entereditis* et *Staphylococcus aureus* (**SHINET et al. 2005**).

5.2. Stabilité oxydative des *Djben* élaborés

Les résultats obtenus montrent que les valeurs de la teneur en MDA (mg/kg) est en augmentation pour tous les produits testés avec des valeurs significativement plus élevées ($p < 0.05$) pour le fromage témoin par rapport aux fromages incorporés avec 1ml/kg et 1.5ml/kg de thym (figure23) (Annexe II). Nous remarquons globalement que l'oxydation lipidique augmente avec la durée de conservation, l'effet étant nettement marqué pour le témoin.

Les deux doses des HEs de *thymus numidicus* se sont révélées actives contre l'oxydation des lipides. Cependant, l'effet de la concentration reste déterminant ($p < 0.05$). Cela indique que les fromages incorporés à l'huile essentielle de thym sont plus résistants que le témoin vis-à-vis l'oxydation forcée et que le fromage à 1,5ml/kg d'HE est plus résistant que le fromage à 1ml/kg.

Le *Djben* témoin présente une forte sensibilité à l'oxydation, cette sensibilité peut s'expliquer par sa teneur en acides gras insaturés. L'incorporation d'HE au *Djben* peut favoriser la prévention de la peroxydation de ces acides gras provoquée par la chaleur.

Nous pouvons conclure que l'HE de *Thymus numidicus* présente des propriétés antioxydants importantes permettant la préservation du *Djben* de la peroxydation lipidique. Cela peut être expliqué par la présence des composés phénoliques dans l'huile essentielle. mais il peut y avoir aussi d'autres composés minoritaires qui peuvent interagir d'une façon synergique ou antagoniste pour créer un système efficace vis-à-vis des radicaux libres (LU *et al*, 2001 ; SING *et al*, 2006).

L'Origan et le Thymus présentent une activité antioxydant efficace sur les aliments, cette constatation à été remarquée par DOBRAVALSKYTE *et al*. (2012). Le pouvoir antioxydant d'un extrait est en relation avec ses teneurs en composés phénoliques et particulièrement en flavonoïdes, et aussi en fonction des structures chimiques des molécules bioactives (KHELFALLAH, 2013).

Les HEs possèdent des propriétés antioxydants qui améliorent la durée de vie des aliments. Ainsi l'incorporation des HEs directement dans les aliments sous forme de vapeur ou emballage actif contribuent à préserver l'aliment des phénomènes d'oxydation (CAILLET & LACROIX, 2007; DJNANE *et al*, 2011c).

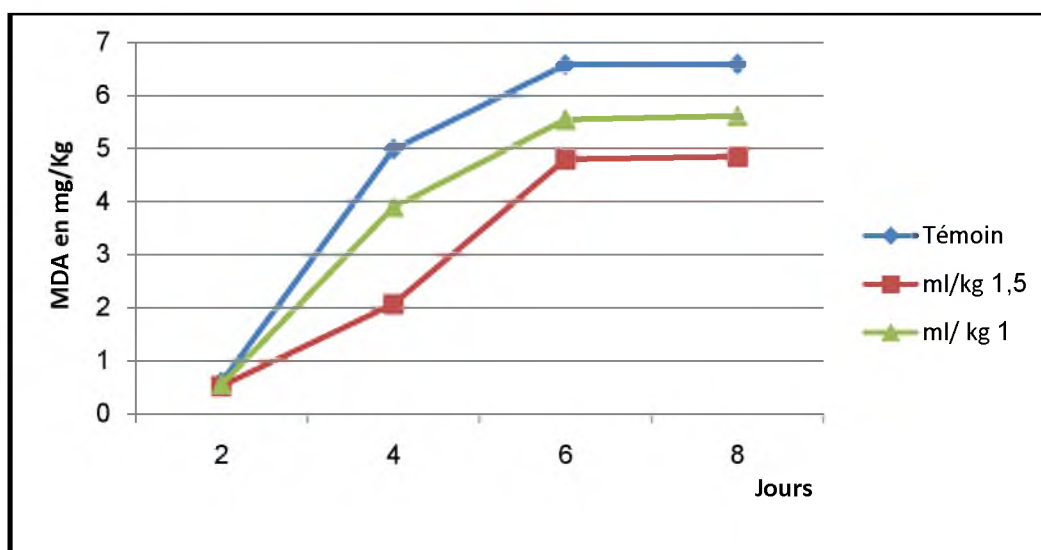


Figure 23: Variation de la teneur en MDA de trois échantillons du Djben en fonction du temps de stockage à une température de 63°C.

5.4. Analyse sensorielle

5.4.1. Test hédonique

Il mesure le degré d'appréciation du *Djben* fabriqué à base de lait de chèvre. On se sert d'échelles de catégories allant de «n'aime pas du tout» à «aime beaucoup».

Après l'évaluation des trois fromages, les résultats sont présentés dans le tableau13, et soumis à l'analyse de la variance (ANOVA) (Annexe III).

Tableau13: Résultats par catégorie du test hédoniques

| les trois échantillons fromages | | | | | |
|---------------------------------|-----|----|-----|-------------------|---------------------|
| Dégustateurs | A | B | C | Dégustateur Total | Dégustateur Moyenne |
| 1 | 9 | 1 | 5 | 15 | 5 |
| 2 | 2 | 5 | 7 | 14 | 4,67 |
| 3 | 9 | 5 | 1 | 15 | 5 |
| 4 | 9 | 9 | 9 | 27 | 9 |
| 5 | 1 | 5 | 9 | 15 | 5 |
| 6 | 6 | 7 | 8 | 21 | 7 |
| 7 | 1 | 9 | 5 | 15 | 5 |
| 8 | 6 | 6 | 8 | 20 | 6,67 |
| 9 | 9 | 5 | 1 | 15 | 5 |
| 10 | 9 | 9 | 9 | 27 | 9 |
| 11 | 8 | 6 | 1 | 15 | 5 |
| 12 | 9 | 5 | 3 | 17 | 5,67 |
| Total traitement | 78 | 72 | 66 | 216 | |
| Grand total | | | | | |
| Moyenne Traitement | 6,5 | 6 | 5,5 | | |

L'Analyse de la variance a indiqué qu'il y avait pas des différences significatives entre les trois échantillons du *Djben* (témoin et aromatisés), Afin de déterminer quels échantillons de *Djben* meilleur les uns des autres, on a procédé à un test de comparaisons multiples de Duncan (Annexe III).

| Les trois échantillons du <i>Djben</i> | L'aromatisé par HE de thym | | |
|--|----------------------------|--------|----------|
| | Témoin | 1ml/kg | 1,5ml/kg |
| Moyennes de traitements | 6,5 | 6 | 5,5 |

Après le calcul des écarts, les résultats montrent que les différences ne sont pas significatives entre les moyennes au niveau de la probabilité de 5 % (Annexe III).

Les dégustateurs ont préféré de façon non significative, à tous les échantillons, le *Djben* témoin ; ils en furent de même pour l'échantillon de *Djben* aromatisé par 1ml/kg d'huile essentielle de thym par rapport au autre *Djben* aromatisé par 1,5ml /kg.

Le degré d'acceptabilité des *Djben* incorporés de l'HE de Thym auprès des dégustateurs est maintenu, et cela du fait qu'il n'y avait pas de différence significative pendant le classement des trois *Djben* étudiées.

5.4.2. Test de classement par rang

Pour classer les échantillons du *Djben* codés en fonction de l'intensité d'une caractéristique donnée (absence odeur de chèvre, Saveur piquant, Arrière gout persistant, Intensité d'arôme de thym). L'échantillon qui a eu la meilleure note était classé '1', la mauvaise note '3' et la moyenne '2'.

Après le classement des trois échantillons, les résultats sont présentés dans des tableaux ou la loi de Khi 2 est appliquée (Annexe III).

Le test de classement par rang montre qu'il ya une différence significative entre les trois échantillons pour tous les critères données.

Nous pouvons dire que l'HE de *thymus numidicus* a joué le rôle d'un aromatisant car il a pu masquer l'odeur de chèvre indésirable dans le *Djben*. Par contre, l'intensité d'arôme de thym qui a été jugé élevée a déclassé le *Djben* à 1.5ml/kg en troisième position et celui à 1ml/kg en deuxième position vu son arrière goût persistant et sa saveur piquante.

Conclusion et perspectives



Conclusion et perspectives

En raison de l'utilisation de thym en médecine traditionnelle, cette étude visait l'incorporation des HEs de *thymus numidicus*, dans un produit laitier traditionnel (*Djben*) pour évaluer son effet antibactérien, antioxydant et aromatique.

Au cours de cette étude, nous avons pu dégager les conclusions suivantes:

Le rendement en huile essentielle de *thymus numidicus* obtenu par hydrodistillation est de l'ordre de 2,3%. Le lait de chèvre utilisé est de très bonne qualité microbiologique, tous les résultats obtenus sont conforme aux normes.

L'analyse physicochimique de *Djben* fabriqué montre qu'il est riche en matière grasse (31.1g/kg) ce qui lui rend vulnérable à l'oxydation lipidique.

La microbiologie du *Djben* est principalement dominée par les FMAT ($1,10.10^3$ UFC/g), les Coliformes totaux ($6,18.10^2$ UFC/g). Les germes de la contamination fécale (coliformes fécaux), les germes pathogènes et la flore fongique est totalement absents. Ceci indique que notre fromage est de très bonne qualité hygiénique.

Les différents essais concernant l'élaboration de fromage frais (*Djben*) additionnées de l'huile essentielle de *thymus numidicus* ont été réalisés en élaborant deux échantillons de *Djben* avec des concentrations de 1ml/kg et 1,5ml/kg.

Les résultats du suivi de l'évolution de la qualité hygiénique des fromages élaborés pendant 16 jours ont montré que l'ajout des huiles essentielles de *thymus numidicus* au *Djben* présente un effet léger sur la flore bactérienne (FTAM), un effet moyen sur les coliformes totaux mais réduit notablement le nombre de coliformes fécaux et celui des levures et moisissures. Les HEs de *thymus numidicus* ont pu jouer le rôle d'un conservateur dans le *Djben* à des concentrations de 1ml/kg et 1.5ml/kg, et elles ont pu prolonger la date de consommation du fromage à sept et dix jours respectivement. La date limite du *Djben* non incorporé étant de quatre jours seulement.

Les résultats de l'évaluation de la stabilité oxydative par le test de Schaal indiquent que les deux doses utilisées se sont révélées actives contre l'oxydation des lipides. Cependant, l'effet de la concentration reste déterminant ($p < 0.05$).

Cela indique que les fromages incorporés à l'huile essentielle de *thymus numidicus* sont plus résistants que le témoin vis-à-vis l'oxydation forcée et que le fromage à 1,5ml/kg d'HE est plus résistant que le fromage à 1ml/kg.

Sur le plan sensoriel, l'incorporation de l'huile essentielle de thym dans le *Djben*, pour des concentrations de 1ml/kg et 1.5ml/kg, a entraîné des différences significatives de point de vue aromatisation, et a donné des produits classés différemment avec le témoin.

D'après l'ensemble de ces résultats, nous pouvons conclure que les propriétés antimicrobiennes, antioxydants et aromatisants des HEs de *thymus numidicus* sont intéressantes et peuvent être exploités dans le *Djben*.

Comme complément à ce travail, il est souhaitable :

- ✓ De tester d'autres doses plus faibles qui ont des effets antibactériens, antioxydants avec une aromatisation acceptable par le consommateur ;
- ✓ D'isoler les bactéries lactiques du *Djben* et d'étudier leur comportement vis à vis l'huile essentielle de *thymus numidicus*;
- ✓ D'identifier les constituants de l'huile essentielle de *thymus numidicus*;
- ✓ De tester les HEs de *thymus numidicus* sur d'autres produits alimentaires.

Références bibliographique



Agnihotri A, Khatoon S et Shanta M. (2003). Pharmacognostical evaluation of an antioxidant plant-Acorus calamus linn. *Nat. Prod. Sci.* 9(4)264-269.

ALAIS C. (1984). Science du lait. Principes des techniques laitières. *Ed. SEPAIC*, 4ème édition, 814p.

Alais, C. (1984). La micelle de caséine et la coagulation du lait. In Science du lait : Principes des techniques laitières. Paris : Ed. Sepaic, 1984, 4^{ème} édition, 723-764p.

Alais, C. et Linden, G. (1997). Abrégé de biochimie alimentaire. 4ème édition. Masson. 248 p.

Alais, C. et Linden, G. (1997). Lait et produits laitiers. Abrégé de biochimie alimentaire, 4ème edit. Masson. Paris, France, 167-212p.

Alves d'Oliveira L. (2007). Composition chimique du lait, [en ligne], Cours de l'École Nationale Vétérinaire de Lyon, Alimentation des Animaux, mis à jour le 27/02/2007, [<http://www2.vetlyon.fr/ens/nut/webBromato/cours/cmlait/compolai.html>] (consulté le 26/06/09).

Alviano DS , Alviano CS.(2009) Plant extracts: search for alternatives to treat microbial diseases. *Curr PharmBiotech.* 10: 106-21.

Amazal. (2010). Etude de l'activité antioxydante des saponines du tourteau de l'arganier. Thèse de doctorat. Université de Rabat, 67

Amiot J. (2005) Thymus vulgaris, un cas de polymorphisme chimique pour comprendre l'écologie évolutive des composés secondaire. *Thèse de doctorat-Ecole nationale supérieure d'Agronomie de Montpellier*

Anonyme, B. (1989). Guide National des Bonnes Pratiques en Production Fromagère Fermière, 2ème édition, 1998. Document de formation pour la Fédération Nationale des Eleveurs de Chèvres, la Fédération Nationale des Producteurs de Lait et la Fédération Nationale Ovine.

Aquilanti L, Babini V, Santarelli S, Osimani A, Petruzzella A, Clementi, F. (2011). Bacterial dynamics in a raw cow's milk Caciotta cheese manufactured with aqueous extract of *Cynara cardunculus* dried flowers. *Letters in Applied microbiology*, 52, 651 - 659p.

Balladin D.A , Headley O. (1999). Evaluation of solar dried thyme (*Thymus vulgaris* Linné) herlos. *Renewable Energy*. **17**: 523-531.

Banks, W. (1991), Milk lipids, *International Dairy Federation*, Bull, 260, 3-6p.

Barbano D.M, and Rasmussen, R. (1992). Cheese yield performance of fermentation-produced chymosin and other milk coagulants *J.dairy Sci.* **75**:1-12.1992

Belaiche P.(1979). Traité de phytothérapie et d'aromathérapie. L'aromatogramme Tome I, Edition Maloine.

Belhattab R. (2007). Composition chimique et activité antioxydante, antifongique et antiaflatoxinogène d'extraits de *Origanum glandulosum Desf* et *Marrubium vulgare* L.(Famille des Lamiaceae). Thèse de Doctorat d'état, UFA-Sétif, Algérie.

BELLIVIER A.C , GABORIT P. (2000). Lipolyse naturelle du lait de chèvre et qualité organoleptique des fromages. *Renc Rech Rumin*, **7**:315-319.

BENKERROUM N , TAMIME A.Y. (2004). Review: Technology transfer of some Moroccan traditional dairy products (*Iben, jben* and *smen*) to small industrial scale. *Food Microbiol.*, 2004, **21**, 399-413

Benkerroum, N , Tamime, B. (2004). A.Y. (2004). Technology transfer of some Moroccan traditional dairy products (*Iben, jben, smen*) to small industrial scale. *Food Microbiol.* **21**: 399–413p.

Botineau M. (2010). Botanique systématique et appliquée des plantes à fleurs. Ed TEC&DOC, Lavoisier, Paris. 1021-1043p.

Bouadjaib S. (2013). Etude physico chimique du produit laitier traditionnel du Sud algérien «*Jben*» recherche du pouvoir antimicrobien des bactéries lactiques. Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de Master, Option Microbiologie, Université de Tlemcen, 80p.

Boubrit S et Boussad N. (2007). Détermination in vitro du pouvoir antibactérien des huiles essentielles d'eucalyptus, myrte, clous de géofle et sarriette, et leur application à la conservation de la viande fraîche type hachée, Université Mouloud Mammeri Tizi-ozou, Ingénieur d'état en biologie.

Bougatef A , Hajji M , Lassoued I , Triki-Ellouz Y. and Nasri M. (2009). Antioxidant and free radical-scavenging activities of smooth hound (*Mustelus mustelus*) muscle protein hydrolysates obtained by gastrointestinal proteases. *Food. Chem*, **114**, pp: 1198-1205

Bousbia N. (2004). Extraction et identification de quelques huiles essentielles (nigelle, coriandre, origan, thym, romarin), étude de leurs activités antimicrobiennes. Thèse de Magistère, option Sciences Alimentaires, Institut National Agronomique, Alger (Algérie)

Boutonnier J-L. (2012). Fabrication du fromage fondu, Techniques de l'Ingénieur, f6310, Paris-France, 14 p.

Branger A. (2012), Fabrication de produits alimentaires par fermentation : l'ingénierie, f3501, Paris-France, 17p.

Brugère H. (2003). Cours sur le lait et les produits laitiers, Ecole Nationale Vétérinaire de Toulouse, 2003.

Brule G. (1987). Les minéraux. In : CEPIL. Le lait matière première de l'industrie laitière, 1987. CEPIL-INRA, Paris.

Brule G, Lenoir J, et Ramet J.P. (1997). Les mécanismes généraux de transformation du lait en fromage, chapitre I, la micelle de caséine et la coagulation du lait. Pp. 7 à 39. Dans le fromage. Coord. ECK A., et GILLIS J.C. 3^{ème} édition Tec et Doc. Lavoisier. 875p.

Brule, G. Lenoir, J. et Remeuf. (1997). La micelle de caséine et la coagulation du lait dans le fromage. Ed., Eck A., 3^{ème} édition Tec et DOC Lavoisier, Paris, 7-41p.

Bruneton J. (1993). Pharmacognosie : phytochimie, plantes médicinales. Tec & Doc, Lavoisier, Paris.p: 915.

Burt S. (2004). Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods: a review. *Int. J. Food Microbiol.* **94**: 223-253

Burt S. A. et Reinders R. D. (2003) Antibacterial activity of selected plant essential oils against Escherichia coli O157:H7. *Lett Appl Microbiol.* **36**(3):162-7.

| |
|---|
| C |
|---|

Caccionni D, Guizzardi M, Biondi D, Agantio R et Guiseppe R. (1998). Relationship between volatile components of citrus fruit essential oils and antimicrobial action on penicillium digitatum and penicillium italicum. *International J. Food Microbiol.* **43**(12), 73- 79.

Caillet S. & Lacroix M. (2007). les huiles essentielles: leurs propriétés antimicrobienne et leurs applications potentielles en alimentaires. Laboratoire de Recherche en science appliquées à l'Alimentation (RESALA) de l'INRS- institut Armand-Frappier, Université de Laval (Québec).

Chamba J.F, et Irlinger F. (2004). Secondary and adjunct cultures. In *Cheese, Chemistry, Physics and Microbiology*, Vol. 1 General Aspects, P. F. Fox, P. McSweeney, T. M. Cogan, and T. P. Guinee, p. 191-206. London, UK : Elsevier Academic Press Inc. 191-206p.

Charron G. (1986). Les produits laitiers. Techniques et documentation Lavoisier.

Choisy C, Desmazeaud M.J, Gripon J.C, Lambert G, et Lenoir, J. (1997). La biochimie de l'affinage dans le fromage. *3ème édition Tec et Doc Lavoisier*, 86-153, 875p.

Clarisse B. Vincent F. Isabelle G.Q. (2006). Syndicat National des Industries Aromatiques Alimentaires. (S.N.I.A.A.) Article paru dans la revue « Industries Alimentaires et Ag ricales », Juin 2006 18 rue de la Pépinière, 75008 PARIS.

Collomb M. et Spahni M. (1996). Revue de méthodes de dosage des produits d'oxydation des lipides, principalement des lipides des produits laitiers. *Schweiz. Milch. Forschung*, 25 (1/2), pp. 3-24.

Conner D.E. (1993). Naturally occurring compounds. IN: Antimicrobials in food. DAVIDSON P, BRANEN AL, MARCEL DEKKER publishing company New York.

Corcy J.C. (1991), La Chèvre. Edition La Maison Rustique, 180-197p.

Cosentino S, Tuberoso C. I. G, et al (1999). In-vitro antimicrobial activity and chemical composition of Sardinian Thymus essential oils. *Lett Appl Microbiol.* 29(2): 130-5.

Cox SD , Mann CM , Markham JL , Bell HC , Gustafson JE , Warmington JR. and Wyllie SG. 2000. The mode of antimicrobial action of the essential oil of *Melaleuca alternifolia* (tea tree oil). *Journal of Applied Microbiology.* **88**: 170-175.

Creppy E. (2002). Update of survey, regulation and toxic effects of mycotoxins in Europe. *Toxicology Letters.*, 127: 19–28p.

Crète P. (1962) Précis de botanique. Tome I.

| |
|----------|
| <i>D</i> |
|----------|

Dalgleishd G. Fox P. (1997). The enzymatic coagulation of milk. In advanced dairy chemistry VI proteins. Ed. British library cataloguing in publication Data. Pp 579 à 619. 409 p.

Daoudi, A. (2006). Qualité d'un fromage local à base de lait de chèvre, mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention de diplôme de magister, Option science alimentaire, Université Hassiba Ben-Bouali-Chlef 127p

Daroui-Mokaddem H. (2011). Etude phytochimique et biologique des espèces : *Eucalyptus globulus* (Myrtaceae), *Smyrniololusatum* (Apiaceae), *Asteriscus maritimus* et *Chrysanthemum trifurcatum* (Asteraceae). Thèse de Doctorat. Option : Biochimie appliquée. Université Badji-Mokhtar, Annaba.

Deak T. (2008). *Yeast in specific types of foods*. In : *Handbook of food spoilage Yeasts*, Deak, T. (ED.). 2nd Edn, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton. Desjobert J. M., Bianchini A., Tommy P., Costa J. et Bernardini A. F. Etude d'huiles essentielles par couplage chromatographie en phase gazeuse / spectrométrie de masse. Application à la valorisation des plantes de la flore Corse. *Analysis* 1997; 25 (6) : 13-16.

Deysson G. (1978). Organisation et classification des plantes vasculaires. Edt. Sedes. Paris.

Didry N, Dubreuil L. et al. (1993). Activité antibactérienne du thymol, du carvacrol et de l'aldéhyde cinnamique seuls ou associés. *Pharmacize* ; 48: 301-4.

Djenane D., Lefsih K., Yanguela Y. & Ronkales P. (2011c). Composition chimique et activité anti-*salmonella Enteridis* CECT 4300 des huiles essentielles d'*Eucalyptus globulus*, *Lavandula angustifolia* et *satureja hortensis*; Tests in vitro et efficacité sur les œufs entiers liquides conservés à 7±1C°. *Phytothérapie* (accepté pour publication).

Djenane D., Yanguela Y. Gomez., & Ronkales P. (2011d). Perspectives on the use of essential oils as antibacterials against *Campylobacter jejuni* CECT7572 in retail chicken meats packaged in microaerobic atmosphere. *Journal of food* (Submitted).

Dob T, Dahmane D, Chelghoum C. (2006). Studies on the essential oil composition and antimicrobial activity of the essential oil of *Thymus algeriensis* Boiss et Reuter-*The International Journal of Aromatherapy*; Vol. 16; pp 95-100.

Dobravalskyte D., Vensktonis P.R., Talou T. (2012). Antioxidant properties and essential oil composition of *Calamintha grandiflora* L. *Food Chemistry* **135**: 1539-1546.

Dongmo P.M.J, Tchoumboungang F, Ndongson B, Agwanande W, Sandjon B, Zollo P.H.A, & Menut C. (2010). Chemical characterization, antiradical, antioxidant and anti-inflammatory potential of the essential oils of *Canarium schweinfurthii* and *Aucoumea klaineana* (Burseraceae) growing in Cameroon. *Agric. Biol. J. N. Am.*, 1 (4): pp. 606-611.

Dorman H. J. D. et Deans S. G. (2000) Antimicrobial agents from plants: antibacterial activity of plant volatile oils. *J Appl Microbiol* ; 88(2): 308-16.

Drogoul, C. Germain, H. (1998). Santé animale ovin, bovin, caprin, 1^{ère} édition. Dijon : Edition Educagri, 43-53p.

Duraffourd C, D'Hervicourt L, Lappraz J.C.(1990). Cahiers de phytothérapie clinique. Examen de laboratoire galénique. Elements thérapeutiques synergiques. 2ème édition Masson (Paris); 87 pp.

| |
|----------|
| <i>E</i> |
|----------|

Eck, A. (1975). Le lait et l'industrie laitière. Imprimerie des presses universitaires de France Vendôme. 127 p.

Eck, A. (1975). Le lait et l'industrie laitière. Imprimerie des presses universitaires de France Vendôme. 127 p.

Eck, A. et Gillis, J.C. (1997). Les agents de transformation du lait. *Le fromage*. 3ème éd, Tec et Doc Lavoisier. Paris, pp 6-189,891.

El Marnissi B. Bennani L. El oulali lalami A. Aabouch M. Belkhou R. (2012). Contribution a l'étude de la qualité microbiologique de denrées alimentaires commercialisées à Fès-boulemane. *Rev. Microbiol. Ind. San et Environn.*, 6 : 98-117p.

EL Marrakchi A, Hamama A, (1996). *Aspects hygiéniques du fromage frais de chèvre : perspectives d'amélioration de la qualité*. In, Thomas L. & Dubeuf J.P. (eds), journées professionnelles sur les perspectives de développement de la filière lait de chèvre dans le bassin méditerranéen. Une réflexion collective appliquée au cas Marocain, 5-7 Octobre 1995, Chefchaouen, Maroc. Production et Santé Animales. Rome : FAO, N° 131.

Emmons D.B and Binns M.(1990). Cheese yield experiments and proteolysis by milk-clotting enzymes *J. Dairy sci.* 73: 2028-2043p.

Ernstrom C.A and Wongt N.P.(1983). Milk clotting enzymes and cheese chemistry. In: *Fundamentals on dairy chemistry*. Ed., B.H. Webb, A.H.Johnson and J.A. Alfold .2ème ed., the Avi publishing Company Inc, p. 662-771, 929p.

| |
|----------|
| <i>F</i> |
|----------|

Faid M, Touraibi A, Tantaoui-Elaraki A. Breton A. (1992). Characterization of Yeasts and Moulds isolated from Moroccan butter. *Microbiol. Alim., Nutr.*, 10 : 273-278p.

FAO. (1990). Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine. *Collection FAO/Alimentation et Nutrition*, 2, 23 p.

Fine DH, Furgang D, Barnet ML.(2001). Comparative antimicrobial activities of antiseptic mouthrinses against isogenic planktonic and biofilm forms of actinobacillus actinomycetemcomitans. *J Clin Periodontol.*28: 697-700.

Floegel A, Kim D.O, Chung S.J, Koo S.I and Chun O.K. (2011). Comparison of ABTS/ DPPH assays to measure antioxidant capacity in popular antioxidant-rich US foods. *Journal of Food Composition and Analysis* **24**, pp: 1043–1048.

Fox, P.F., et Mc Sweeney, P.L.H., (2004). Cheese an overview. In *Cheese: Chemistry Physics and Microbiology*, general aspects, third édition. 1: 1-8p.

Frankel E. N. (2005). Lipid oxidation (2nd edition). The Oily Press, Bridgewater, UK. Fulghum, R. S., and J. M. Worthington. 1984. Superoxide dismutase in ruminal bacteria. *Appl. Environ. Microb.* 48:675-677.

G

Garnero J., 1996 : Huiles essentielles. Techniques de l'ingénieur K345 pp 1-45.

Gayda A. (2013). Thèse de doctorat etude des principales huiles essentielles utilisées en rhumatologie . Université toulouse III Paul sabatier, 60 ,p

Ginseng. (2013). mr-ginseng.com /thym/.

Golmakani M.T, Rezaei K. (2008). Comparison of microwave assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris* L. *Food Chemistry* **109**: 925-930.

Gounelle H, Astier-Dumas M. (1980). Les additifs alimentaires et le consommateur, 17p.

Grappin. (1981). Etude des laits de chèvre : teneur du lait de chèvre en matière grasse, matière azotée et fractions azotées, *Lait*, 1981, 61, 117-133p.

Guerin-Fauble V et Carret G. (1999). L'antibiogramme, principes, méthodologie, intérêt et limites. Journées Nationales GTV- INRA, 5-12.

Guignard J. L, Dupont F. (2004). Botanique: Systématique moléculaire. *13ème éd. Masson, pp237.*

Guinoiseau E. (2010). Molécules, antibactérienne issues d'huiles essentielles : séparation, identification et mode d'action. Thèse de Doctorat de l'Université de Corse, option : Biochimie- Biologie moléculaire, France. 50p.

Guiraud J.P. (2003). Microbiologie alimentaire. Ed. Paris : *DUNOD*, 651, 653p.

Haddaf Y, Kaloustian J, Giordan R, Regli P, Chefrou A, Abou L, Mikail C, Portugal H. (2004). Composition chimique et activité antifongique des huiles essentielles de *Thymus vulgaris* L. et de *Thymus numidicus* Poiret d'Algérie. 6^e symposium international d'aromathérapie scientifique et plantes médicinales, Grasse, France.

Haddouchi F, Lazouni h, Ahammer K.A, Carson C.F et Riley T.V. (1999). Antimicrobial activity of essential oils and other plant extracts. *Journal of Applied Microbiology*, 86, 985-990.

Haenlein G.F.W. (2004). Goat milk in human nutrition. In *Small Ruminant Research*. 51: 155- 163p Published by Elsevier Science B.V.

Hamama A. (1988). Qualité bactériologique des fromages frais marocains. *Options Méditerranéennes, Série Séminaires*, 1988, 6, 223-227p.

Hamama A. (1997). Improvements of the manufacture of traditional fermented products in Morocco: case of jben (Moroccan traditional fresh cheese). Dans: Dirar, H.A. (Ed.), Emerging Technology Series, Food Processing Technologies for Africa. UNIDO, Vienna, pp. 85-102.

Hammer KA, Carson CF , Riley TV. (1999). Antimicrobial activity of essential oils and other plant extracts. *J. Appl. Microbiol.* 86: 985–990.

Hazzit M., Baaliouamer A., Verissimo A.R., Faleiro M.L., Miguel M.G. (2009). Chemical composition and biological activities of Algerian Thymus oils. *Food chemistry* 116: 714-721.

Hinneburg, I. Damien Dorman, H.J. Hiltunen N. (2006). Antioxydants activities of extracts from selected culinary herbs and spices. *Food chemistry*, 97, 122-129p.
hospitaliers de France : exemples d'applications en gériatrie gériatologie et soins palliatifs, page 27, 2014

Hoyland D.V & Taylor A.J.A. (1989). modified distillation method for the detection of fat oxidation in foods international journal of food science and technology, 24, 153-161.

Hudaïb M, Speroni E, Pietra A.M.Di, Cavrini V.(2002) GC/MS evaluation of thyme (*Thymus vulgaris* L.) oil composition and variation during the vegetative cycle. *Journal of Pharmaceutical Biomedical Analysis*. 29, 691-700.

I

Institut de l'élevage. (2003). Résultats de contrôles laitiers – Espèce caprine, 2003b, [en ligne]. Site de l'institut de l'élevage. URL : [http://www. inst-elevage.asso.fr/](http://www.inst-elevage.asso.fr/) (page consultée le 05/08/04).

J

Jeantet, R. Croguennec, Schuck, P. et Brule, G. (2006). Science des aliments. *Volume 2, Technologies des produits alimentaires, Tec & Doc, Lavoisier, Paris.* 40-55, 456p

JENNESS R.J. (1980) : Composition and characteristics of goat milk : a review. *J. Dairy Sci.*, **63**, 1605-1630.

K

Kabouche A. (2005). Etude phytochimique de plantes médicinales appartenant à la famille des Lamiaceae, Université Mentouri-Constantine. P 289-285.

Kalembe D, Kunicka A. (2003). Antibacterial and antifungal properties of essential oils. *Current Med Chem.* 10(10): 813-29.

Kaur C and Kapoor H. C. (2002). Antioxidant activity and total phenolic content of some Asian vegetables. *Food. Sci. Technol.* **37**, pp : 153-161

Kehal F. (2013). Utilisation de l'huile essentielle de *Citrus Limon* comme agent conservateur et aromatique dans la crème fraîche. Université constantine . 47,p

Khelfallah A. (2013). Etude comparative du contenu phénolique et du pouvoir antioxydant de quelques plantes médicinales et des céréales alimentaires. Université Constantine 1.

Kim, S. Y. Guasekaran, S. et Olson, N.F. (2004). Combined use of chymosine and protease from *Cryphonectria parasitica* for control of meltability and firmness of cheddar cheese. *J. Dairy Sci.* 87: 274-283p.

Kim, S. Y. Guasekaran, S. et Olson, N.F. (2004). Combined use of chymosine and protease from *Cryphonectria parasitica* for control of meltability and firmness of cheddar cheese. *J. Dairy Sci.* 87: 274-283p.

Knobloch K.A, Pauli B, Iberl H, Weigand N, Weis. (1989). Antibacterial and antifungal properties of essential oil components. *J. of Ess. Oil Res.* **1**: 119-123.

Kurita N, Koike S. (1982). Synergetic antimicrobial effect of sodium chloride and

L

essential oils components. *Agric. Bil. Chem.* **46**: 159-165.

Lahlou M. (2004). Methods to study phytochemistry and bioactivity of essential oils. *Phytother Res*; 18: 435-48.

Lambert R. J. W., Skandamis P. N., et al. A study of the minimum inhibitory concentration and mode of action of oregano essential oil, thymol and carvacrol. *J App Microbiol* 2001; 91(3): 453-62.

Le Jaouen J.C. (1990), Les enjeux de la qualité, *Réussir la chèvre*, 1990, 179, 19-21. 68p

Le Jaouen J.C. (2002), Profil des acheteurs de fromages de chèvre, *Réussir la chèvre*, 2002, 252, 18-19p.

Le Jaouen, J.C. (1977). La fabrication du fromage de chèvre fermier. *Institut Technique de l'Elevage ovin et caprin. ITOVIC, Paris.* Pp 18-37, 214p

Le Jaouen, J.C. (1986), Composition du lait et de nombreux facteurs, *La chèvre*, 1986, 153, 10-13p.

Lopez-Aliaga I, Diaz-Castro J, Alférez M.J.M, Barrionuevo M et Campos M.S. (2010). A review of the nutritional and health aspects of goat milk in cases of intestinal resection. *Dairy Sciences and Technology* 90: 611-622p.

Lorrain E. (2013). 100 questions sur la phytothérapie. Ed. La boétie, Italie.

Loziene K, Venskutonis P.R, Sipailiene A, Labokas J.(2007). Radical scavenging and antibacterial properties of the extracts from different *Thymus pulegioides* L. chemotypes - *Food Chemistry*; Vol. 103; pp 546–559.

Lu F & Foo L.Y. (2001). Antioxidant activity of polyphenols from sage (*Salvia officinalis*). *Food Chemistry*.75, p:197-202.

Lucey, J.A. Roginski, H. Fuquay, J. (2002). Rennet coagulation of milk. In encyclopedia of dairy science. FOX Ed ELSEVIER. Pp 286 à 293. 378p.

Mahaut M, Korolczuk J, PANNETIER R, MAUBOIS J.L. (1986). Eléments de fabrication de fromage de type pâte molle de lait de chèvre à caractère lactique par ultrafiltration de lait acidifié et coagulé. *Techn. Lait Market.*, 1986, 1011, 24-28.

Malecky, M. (2007). Métabolisme des terpénoïdes chez les caprins. *Thèse de doctorat*. Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (AgroParisTech).Paris, 206 p.

Mann C.M et Markham J.L. (1998). A new method for determining the minimum inhibitory concentration of essential oils. *Journal of Applied Microbiology*, 84, 538-544.

Mansour et Alais, C. (1971). Le mécanisme de salage des fromages en saumure, revue laitière française n° 290. Pp 641 à 645.

Martinez-Tome, M. Jimenez, A. Ruggieri, S. Frega, N. Stabbiolir, and Murcia, M. (2001). Antioxidant properties of Mediterranean spices compared with common food additives. *Journal of food protection*, 64, 1412-1419.

Mathieu J. (1998) - *Initiation à la physicochimie du lait*. Paris : Lavoisier, « Tec et Doc », 220 p.

Mélanie T, Chimiste M. (2001). Profil des produits forestiers première transformation « huiles essentielles» Ministre des ressources naturelles.21p.

Meffe N. (1994) La lipolyse dans le lait de vache : bien comprendre les mécanismes et les causes pour mieux la prévenir. *Rec. Med. Vet.*

Mennane Z. Khedid K. Zinedine A. Lagzouli M. Ouhssine M. and Elyachioui M. (2007). Microbial Characteristics of *Klila* and *Jben* Traditional Moroccan Cheese from Raw Cow's Milk. *World Journal of Dairy & Food Sciences*, 27, pp 23-27

Mennane Z, Ouhssine M, Khedid K, Elyachioui M. (2007). Hygienic quality of raw cow's milk feeding from domestic waste in two regions in Morocco. *Int.J.Agric, Biol.*, 9: 46-48p.

Molyneux P. (2004). Use of DPPH to estimate antioxidant activity. *Songklanakarinn J. Sci.Technol.* Vol. 26 № 2. 212p.

Morales R. (1997). Synopsis of the genus *Thymus* L. in the mediterranean area. *Logascalia*, 19:249-262.

Morand-FEHR P., LE JAOUN J.C., BUOGLER J., DELAHEY G. et DEMONTIGNY G. (1976). *Caprins*, 3: 12-19.

Morgan F. (2001). Lipolyse du lai de chèvre et qualité organoleptique des fromages. *Le lait*,609: 36-37.

Morrissey, P. (1995). Lactose : chemical and physicochemical properties. In: FOX, PF. Developments in dairy chemistry –3, 1995. Elsevier, London

N

Naghdi B.H, Yazdani D, Mohammad Ali S, Nazari F, (2004) Effects of spacing and harvesting time on herbage yield and quality/quantity of oil in thyme, *Thymus vulgaris* L-Industrial Crops and Products; Vol. 19; pp 231–236.

Nicole D. (2008). Les huiles essentielles. Cercles naturalistes de Belgique. Section les sources. pp: 1-3.

Nouani A. Dako E. Morsli A. Belhamiche N. Belbraouet S. Bellal M. et Dadie A. (2009). Characterization of the purified coagulant extracts derived from artichoke flowers (*Cynara scolymus*) and from the fig tree latex (*Ficus carica*) in light of their use in the manufacture of traditional cheeses in Algeria. *International Journal of Food Technology* 7: 20-29p.

O

Ormeno E, Fernandez C, Mévy J.P. (2007) Plant coexistence alters terpene emission and content of Mediterranean species- Phytochemistry; Vol. 68; pp 840–852.

Osman A.M. (2011). Multiple pathways of the reaction of 2, 2-diphenyl-1-picrylhydrazyl radical (DPPH•) with (+)-catechin: Evidence for the formation of a covalent adduct between DPPH• and the oxidized form of the polyphenol. *Biochemical and Biophysical Research Communications* 412, pp : 473–478.

Ouadghiri M. (2009). *Biodiversité des bactéries lactiques dans le lait cru et ses dérivés « Lben » et « Jben » d'origine marocaine*. Thèse de doctorat : Université Mohammed V – Agdal, Faculté Des Sciences –Rabat (Maroc).

P

Padrini F, Lucheroni M.T. (1996). Le grand livre des huiles essentielles: Guide pratique pour retrouver vitalité, bien-être et beauté avec les essences et l'aromomassage énergétique avec plus de 100 photographies. *Ed. De Vecchi*, pp 15.

Parente E. et Cogan T.M. (2004). Starter cultures: general aspects. In: Fox, P. F., McSweeney P. L. H., Cogan T. M. et Guinee, T. P. (Eds.), *Cheese: Chemistry, Physics and Microbiology*, Vol. I. Chapman and Hall, London, 123-148p..

Park Y.W. (2006). Goat milk-chemistry and nutrition, in Park et Haenlein (eds) *Handbook of milk of non-bovine mammals*, pp: 34-58, Blackwell Publishing Professional, USA.

Pedersen J. A. (2000). Distribution and taxonomie implications of some phenolics in the' family Lamiaceae determined by ESR spectroscopy. *Biochem. Syst. Ecol.*, 28 : 229 - 253.

Peron L., Richard H.(1992). Epices et aromates, techniques et documentations Lavoisier.

PEYRON L. (1992). Techniques classiques actuelles de fabrication des matières premières naturelles aromatiques. Chapitre 10, pp 217 – 238. *Cité In* : Les arômes alimentaires.Coordinateurs RICHARD H. et MULTON J.-L. Ed. Tec & Doc Lavoisier et Apria.438 p.

Pibiri M.C. (2006). Assainissement microbiologique de l'air et des systems de ventilation au moyen d'huiles essentielles. Thèse Doctorat, EPFL Lausanne, 161p.

Pierre Van de Weghe. (2012). Equipe produits naturels, synthèse, chimie médicinale (bat5, rdc) pierre.van-de-weghe@univ-rennes1.fr. 15-17p.

Pierron C. Les huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services

Popovici C, Saykova I. et Tylkowski B. (2009). Evaluation de l'activité antioxydante des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH. *Revue de Génie Industriel* 4, pp : 25-39.

Poznanski E, Cavazza A, Cappa F and Coconcelli P. S. (2004). Alpine environment microbiota influences the bacterial development in traditional raw milk cheese. *Int. J. Food Microbiol.* 92: 141–151p.

Prakash A.(2001). Antioxidant activity. *Medallion Laboratories analytical progress*. Vol. 19, № 2. 2p.

| |
|---|
| Q |
|---|

Quezel P, Santa S. (1963). Nouvelle Flore de l'Algérie et des Régions Désertiques Méridionales. Tome II. Edition du centre national de la Recherche Scientifique. 15, quai Antole-France- Paris 7^e.

| |
|---|
| R |
|---|

Ramet, J.P. (1985). La fromagerie et les variétés du bassin méditerranées. 187 p.

Ramet, J.P. (1997). Les agents de transformation du lait; la présure et les enzymes coagulantes In: Le fromage. Ed., A. Eck, 3^{ème} ed. Technique et documentation Lavoisier, p.101-107, 539p.

Ramet, J.P. La fromagerie et les variétés de fromages du bassin Méditerranéen, étude FAO production et sante animales 48 M-26 ISBN 92-5-202169-8

Rao M. B, Tanksale A. M, Ghatge M. S and Deshpande V. (1998). Molecular and Biotechnological Aspects of Microbial Proteases Microbiology and Molecular Biology Reviews Vol. 62, N^o. 3: 597-635p.

Rasooli I, Rezaei M.B, Allameh A.(2006). Ultra-structural studies on antimicrobial efficacy of thyme essential oils on *Listeria monocytogenes*- International Journal of Infectious Diseases; Vol. 10; pp 236-241. 2006

Remeuf F. Guy R. Brignon G. Grosclode F. (2001). Influence de la teneur en caséine B sur les caractéristiques physicochimiques et l'aptitude à la coagulation enzymatique du lait de chèvre. Lait, 81, 731-742p.

Remeuf F. Le Noir J. et Duby C. (1989). Etude des relations entre les caractéristiques physico-chimiques des laits de chèvre et leur aptitude à la coagulation par la présure. Lait, 69, 499, 518p.

Richardson G.H. (1975). Rennin and the formation of milk curd In: Enzymes in food processing. Ed., G.Reed. Academic press, p. 362-391, 573p.

Roseiro L.B, Barbosa M, Ames J, Wilbey R.A. (2003). Cheesemaking with vegetable coagulants the use of *Cynara L.* for the production of ovine milk cheeses. International Journal of Dairy Technology, 56, 76-85.

Saidj F. (2006). Extraction de l'huile essentielle de thym: *Thymus numidicus kabylica*- Thèse de magistère en Technologie des hydrocarbures, Département génie des procédés chimiques et pharmaceutiques; université M'Hamed Bougara – Boumerdes.

Salmeron J, de Vega C, Pérez-Elortondo F.J, Albisu M and Barron L.J.R. (2002). effect of pasteurisation and seasonal variations in the microflora of ewe's milk for cheese making. *Food Microbiol.* 19: 167-174.

Santner A, Binder E and Brandl E. (1980). Zur Bestimmung der oxidationsstabilität von vollmilchpulver .I. Optelmierung eines Methodenvor-Schlagsm Österreich-Milchwirt-Schaft, 3 (6), 15-21.

Santos F S R, Novales M G M. (2012).Essential oils from aromatic herbs as antimicrobial agents. *Curr Opin Biotech.* 23:136–41.

Settanni L et Moschetti G. (2010). Non-starter lactic acid bacteria used to improve cheese quality and provide health benefits, *Food Microbiology*, 27:691-697.

Sharing K. (2005). Cultures à haute valeur commerciale. Le centre technique de coopération agricole et rurale. Pay Bas. 39p.

Simionatto E, Bonani V.F.L, Morel A.F , Poppi N.R, Jú nior J.L.R, Stuker C.Z, Peruzzo G.M, Peres M.T. and Hess S.C. (2007). Chemical composition and evaluation of antibacterial and antioxidant activities of the essential oil of *Croton urucurana* Baillon (Euphorbiaceae) Stem Bark. *J. Braz. Chem. Soc.*, Vol. 18, №5, pp. 879-885.

Sing R, Marimuthu P, De Heluani C.S & Catalan Ceser A.N. (2006). Antioxidant and biocidal Activities of *Carum nigrum* (seed) Essential oil, Oleoresin, and Their Selected Components. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* .54, p:174-181.

Sousa M.J, Malcata F.X. (2002). Advances in the role of a plant coagulant (*Cynara cardunculus*) in vitro and during ripening of cheeses from several milk species. *Le Lait*, 82,151–170.

Spiro M et Chen S.S.(1994). Kinetics of Solvent Extraction of Essential Oil from Rosemary Leaves. *Flavor and Fragrance Journal.* 9, 187-200. 1994.

St-Gelais D, Baba Ali O, Turcot S. (2003), Composition du lait de chèvre et aptitude à la transformation, 2000, [en ligne]. Site du ministère de l'agriculture et agroalimentaire, du Canada. URL : http://res2.agr.gc.ca/crda/pubs/chevre200-goat2000_f.htm (page consultée le 17/11/2003).

St-Gelais D.D , Ould-Baba A.M. et Turcot S.M. (1999). Composition du lait de chèvre et aptitude à la transformation. *Agriculture et Agro-alimentaire*, Canada, 1-33.

St-Gelais D. Tirard-Coller P. Bélanger G. Couture R. et Drapeau R. (2002). Fromage. *In : Science et technologie du lait : transformation du lait* (Vignola C.L.). *Presses. Int. Polytechnique*. 349-407p.

\mathcal{T}

Thomas L. et Dubeuf J.P. (1995). Les perspectives de développement de la filière lait de chèvre dans le bassin méditerranéen. Une réflexion collective appliquée au cas marocain. Journée professionnelles des 5, 6 et 7 octobre organisée au Maroc par le ministère de l'agriculture et de la mise en valeur agricole avec le concours de la FAO et du CIRVAL. Etude FAO production et santé animales.

Thompson J.D, Chalchat J.C, Michet A, Linhart Y.B, Ehlers B.(2003). Qualitative and quantitative variation in monoterpene co-occurrence and composition in the essential oil of *Thymus vulgaris* chemotypes- *Journal of Chemical Ecology*; Vol. 29; N°4.

Tsuchiya H, Sato M, Miyazaki T, Fujiwara S, Tanigaki S, Ohyama M, Tanaka T, Linuma M. (1996). Comparative study on the antibacterial activity of phytochemical flavanones against methicillin-resistant *Staphylococcus aureus*. *J.Ethnopharmacol.* **50**: 27-34.

\mathcal{V}

Veisseyre R. (1979). Technologie du fromage: 3ème édition. Maison Rustique, 714 p.

Vignola C. (2002). Sciences et technologies du lait, transformation de lait. *Ecole Polytechnique de Montréal*, 599p.

Vivek K, Bajpai A, Kwang-Hyun Baek A et Sun Chul Kang B. (2012). Control of Salmonella in foods by using essential oils: A review. *Dans : Food Research International*, 45, Issue 2, pp. 722-734

\mathcal{W}

Watts B.M, Ylimaki G.L, Jefery L.E, Elias L.G. (1991). Methode de base pour l'evaluation sensorielle des aliments. 116,117,120, p

Wendakoon C. N, Sakaguchi M. (1995). Inhibition of amino acid decarboxylase activity of *Enterobacter aerogenes* by active components in spices. *J. of Food Protection*. **58**: 280– 283

Wootton-Beard P.C, Moran A and Ryan L. (2011). Stability of the total antioxidant capacity and total polyphenols content of 23 commercially available vegetable juices before and after in vitro digestion measured by FRAP, DPPH, ABTS and Folin–Ciocalteu methods. *Food Research International* **44**, pp : 217–224.

| |
|---|
| y |
|---|

Yang J, Guo J and Yuan J. (2008). In vitro antioxidant properties of rutin .LWT. **41**, pp: 1060-1066.

Yanishlieva N.V.I and Marinova E.M. (1995). Effects of antioxidants on the stability of triacylglycerols and methyl esters of fatty acids of sunflower oil. *Food Chemistry*. **54**, pp : 337-382.

Yıldız F. (2010). Developpement and manufacture of yougurt and other dairy products, CRC Press Taylor & Francis Group, USA, 435 p.

| |
|---|
| z |
|---|

Zaika L.L. (1988). Spices and Herbs - Their antimicrobial activity and its determination. *J Food Safety*. 9(2): 97-118.

Zinedine A. Faid M. Benlemlih M. Simard R. E. Lefebvre G. (1996). Microflores d'intérêt hygiénique et d'altération des produits laitiers traditionnels marocains [Microflora with sanitary and spoilage impact in Moroccan traditional dairy products]. *Société informations études et édition en nutrition et alimentation.*, 14 : 331-338p.

Annexes

I) Les analyses microbiologiques du *Djben*

Tableau(1) : Recherche et dénombrement des micro-organismes dans le *Djben* après l'incorporation de l'huile essentielle de *thym*

| Germes UFC/g | | FTAM | CT | CF | Staphylocoque | Salmonelle | LM |
|-----------------|-----|-------------|-------------|-------------|---------------|------------|-------------|
| Dose | | | | | | | |
| 0ml/kg | J 1 | $1,10.10^3$ | $6,18.10^2$ | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | J4 | $1,19.10^3$ | $7,3.10^2$ | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | J7 | $1,26.10^3$ | $7,5.10^2$ | $1,72.10^2$ | 0 | 0 | $2,18.10^2$ |
| | J10 | $8,6.10^2$ | $1,36.10^3$ | $3,5.10^2$ | 0 | 0 | $3,63.10^2$ |
| | J13 | $1,67.10^3$ | $1,38.10^2$ | 5.10^2 | 0 | 0 | $3,45.10^2$ |
| | J16 | $2,02.10^3$ | $1,35.10^3$ | $5,3.10^2$ | 0 | 0 | $3,72.10^2$ |
| 1ml/kg | J4 | $1,12.10^3$ | $5,8.10^2$ | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | J7 | $1,22.10^3$ | $5,9.10^2$ | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | J10 | $6,8.10^2$ | $9,7.10^2$ | 0 | 0 | 0 | $1,72.10^2$ |
| | J13 | $1,37.10^3$ | $1,45.10^2$ | $1,54.10^2$ | 0 | 0 | $1,63.10^2$ |
| | J16 | $1,9.10^3$ | $1,12.10^2$ | $2,09.10^2$ | 0 | 0 | $2,26.10^2$ |
| 1,5ml/kg | J4 | $7,36.10^2$ | $3,72.10^2$ | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | J7 | $1,19.10^3$ | $4,27.10^2$ | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | J10 | $6,36.10^2$ | $7,63.10^2$ | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | J13 | $7,09.10^2$ | $1,12.10^3$ | $1,36.10^2$ | 0 | 0 | $1,36.10^2$ |
| | J16 | $1,28.10^3$ | $1,06.10^2$ | $1,45.10^2$ | 0 | 0 | $1,45.10^2$ |

II) Evaluation de la stabilité oxydative de *Djben***Tableau 2:** Les teneurs en MDA en mg/Kg pendant chaque jours de stockage

| Jours / échs | | Les trois types de Djben | | |
|--------------|--|--------------------------|-----------|----------|
| | | Témoin | 1,5 ml/kg | 1 ml/ kg |
| 3 | | 0,601 | 0,525 | 0,559 |
| 6 | | 4,987 | 2,069 | 3,895 |
| 9 | | 6,577 | 4,798 | 5,545 |
| 12 | | 6,59 | 4,844 | 5,611 |

| les trois échantillons fromages | | | | | |
|---------------------------------|-----|----|-----|-------------------|---------------------|
| Dégustateurs | A | B | C | Dégustateur Total | Dégustateur Moyenne |
| 1 | 9 | 1 | 5 | 15 | 5 |
| 2 | 2 | 5 | 7 | 14 | 4,67 |
| 3 | 9 | 5 | 1 | 15 | 5 |
| 4 | 9 | 9 | 9 | 27 | 9 |
| 5 | 1 | 5 | 9 | 15 | 5 |
| 6 | 6 | 7 | 8 | 21 | 7 |
| 7 | 1 | 9 | 5 | 15 | 5 |
| 8 | 6 | 6 | 8 | 20 | 6,67 |
| 9 | 9 | 5 | 1 | 15 | 5 |
| 10 | 9 | 9 | 9 | 27 | 9 |
| 11 | 8 | 6 | 1 | 15 | 5 |
| 12 | 9 | 5 | 3 | 17 | 5,67 |
| Total traitement | 78 | 72 | 66 | 216 | |
| Grand total | | | | | |
| Moyenne Traitement | 6,5 | 6 | 5,5 | | |

Les calculs :

A) Total de traitement = (la somme de chaque rang)

1) Total de traitement = (la somme de chaque rang)

$$= (9+2+\dots\dots+8+9)$$

$$= 78$$

2) Total de traitement= (la somme de chaque rang)

$$= (1+5\dots\dots +6+5)$$

$$= 72$$

3) Total de traitement= (la somme de chaque rang)

$$= (5+7\dots\dots+1+3) = 66$$

B) Dégustateurs Total = (la somme de chaque ligne de tableau)

Dégustateurs Total (1) = (la somme de chaque ligne de tableau)

$$= (9+1+5) = 15$$

Dégustateurs Total (2) = (la somme de chaque ligne)

$$= (2+5+7) = 14$$

C) Moyennes de traitements = Total de traitement / nombre de dégustateurs

$$\text{Moyennes de traitement (A)} = 78/12 = 6,5$$

$$\text{Moyennes de traitement (B)} = 72/12 = 6$$

$$\text{Moyennes de traitement (C)} = 66/12 = 5,5$$

D) Moyennes des dégustateurs = Total de dégustateurs / nombre d'échantillons

$$\text{Moyenne de dégustateur (1)} = 15/3 = 5$$

$$\text{Moyenne de dégustateur (1)} = 14/3 = 4,67$$

$$\text{Moyenne de dégustateur (1)} = 15/3 = 5$$

2) Pour l'Analyse de variance (ANOVA), on a procédé au calcul suivant :

- **Facteur de correction**

$$\text{FC} = \frac{(\text{Grand total})^2}{N}$$

$$\text{FC} = \frac{(216)^2}{(12 \times 3)} = 1296$$

- **Somme totale carré SC(T)**

$$\text{SC(T)} = \sum (\text{réponse de chaque individu})^2 - \text{FC}$$

$$= \sum (9^2 + 2^2 + \dots + 1^2 + 3^2) - 1296$$

$$= 304$$

- **Somme carré de traitement SC(Tr)**

$$\text{SC(Tr)} = \frac{\sum (\text{total de chaque traitement}^2)}{\text{Nombre de réponses par traitement}} - \text{FC}$$

$$= \frac{(78^2 + 72^2 + 66^2)}{12} - 1296 = 6$$

- **Somme des carrés des dégustateurs**

$$\text{SC(D)} = \frac{\sum (\text{total de chaque dégustateur})^2}{\text{Nombre de réponses par dégustateur}} - \text{FC}$$

$$\frac{(15^2+14^2+\dots+15^2+17^2)}{3} - 1296$$

$$= 82$$

- **Somme des carrés des erreurs**

$$\begin{aligned} \text{SC (E)} &= \text{SC (T)} - \text{SC(Tr)} - \text{SC(D)} \\ &= 304 - 6 - 82 \\ &= 22 \end{aligned}$$

3) Degrés de liberté

$$\begin{aligned} \text{Degrés de liberté totaux, dl(T)} &= \text{Le nombre total de réponses} - 1 \\ &= 36 - 1 = 35 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Degrés de liberté des traitements, dl(Tr)} &= \text{Le nombre de traitements} - 1 \\ &= 3 - 1 = 2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Degrés de liberté des dégustateurs, dl(D)} &= \text{Le nombre de dégustateurs} - 1 \\ &= 12 - 1 = 11 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Degrés de liberté des erreurs, dl(E)} &= \text{dl(T)} - \text{dl(Tr)} - \text{dl(D)} \\ &= 35 - 2 - 11 = 22 \end{aligned}$$

4) Carré moyen (CM)

$$\begin{aligned} \text{Carré moyen (CM) des traitements, CM (Tr)} &= \text{SC (Tr)} / \text{dl(Tr)} \\ &= 6 / 2 \\ &= 3 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Carré moyen des dégustateurs, CM (D)} &= \text{SC (D)} / \text{dl(D)} \\ &= 82 / 11 = 7,455 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Carré moyen des erreurs, CM (E)} &= \text{SC (E)} / \text{dl(E)} \\ &= 216 / 22 = 9,818 \end{aligned}$$

On a calculé les coefficients F pour les traitements et les dégustateurs en divisant les valeurs respectives de CM par le CM de l'erreur. Les coefficients F du tableau ont été obtenus à partir des tableaux statistiques de la distribution de F (Annexe ...). C'est ainsi que le coefficient F pour les traitements à 2 degrés de liberté (dl) au numérateur et 22 dl au dénominateur pour $p \leq 0,05$ est 3,44. Le coefficient F pour les dégustateurs avec 6 dl au numérateur et 24 dl au dénominateur pour $p \leq 0,05$ est 2,22 (tableau 1)

Tableau1 : Analyse de variance de test hédonique

| Source de variance | Dl | SC | CM | Coefficient F | |
|--------------------|----|-----|-------|---------------|----------------|
| | | | | Calculé | Tableau p<0,05 |
| SC(T) | 35 | 304 | | | |
| SC(Tr) | 2 | 6 | 3 | 0,306 | 3,444 |
| SC(D) | 11 | 82 | 7,455 | 0,759 | 2,225 |
| SC(E) | 22 | 216 | 9,818 | | |

TABLEAU 7.5
Distribution de F
à un seuil de signification de 5 %

| $\frac{v_1}{v_2}$ | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|-------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 1 | 161,45 | 199,50 | 213,71 | 224,58 | 230,16 | 233,99 | 236,77 | 238,68 | 240,64 |
| 2 | 18,513 | 18,000 | 17,164 | 16,247 | 15,298 | 15,330 | 15,353 | 15,371 | 15,385 |
| 3 | 10,128 | 9,5521 | 9,3766 | 9,1172 | 8,8135 | 8,9408 | 8,9588 | 8,9452 | 8,9123 |
| 4 | 7,7086 | 6,9443 | 6,5914 | 6,3883 | 6,2580 | 6,1631 | 6,0942 | 6,0410 | 6,0088 |
| 5 | 6,0079 | 5,7881 | 5,4895 | 5,1922 | 5,0603 | 4,9583 | 4,8759 | 4,8163 | 4,7725 |
| 6 | 5,0874 | 5,1433 | 4,7571 | 4,6337 | 4,5674 | 4,5209 | 4,5068 | 4,4868 | 4,4630 |
| 7 | 5,0914 | 4,7374 | 4,3489 | 4,1303 | 3,9715 | 3,9000 | 3,7870 | 3,7257 | 3,6783 |
| 8 | 5,3177 | 4,4590 | 4,0662 | 3,8378 | 3,6976 | 3,6006 | 3,5003 | 3,4381 | 3,3831 |
| 9 | 6,1174 | 4,3885 | 3,8828 | 3,6531 | 3,4817 | 3,3738 | 3,2927 | 3,2290 | 3,1789 |
| 10 | 4,0848 | 4,1028 | 3,7083 | 3,4780 | 3,3258 | 3,2172 | 3,1355 | 3,0717 | 3,0204 |
| 11 | 4,8443 | 3,9823 | 3,6874 | 3,4507 | 3,3039 | 3,2046 | 3,1223 | 3,0488 | 2,9962 |
| 12 | 4,7472 | 3,8853 | 3,4907 | 3,2532 | 3,1059 | 2,9961 | 2,9134 | 2,8488 | 2,7964 |
| 13 | 4,0072 | 3,8038 | 3,4105 | 3,1791 | 3,0254 | 2,9153 | 2,8321 | 2,7609 | 2,7144 |
| 14 | 4,8001 | 3,7389 | 3,3439 | 3,1122 | 2,9582 | 2,8477 | 2,7642 | 2,6987 | 2,6458 |
| 15 | 4,6431 | 3,6823 | 3,2874 | 3,0550 | 2,9013 | 2,7916 | 2,7080 | 2,6408 | 2,5876 |
| 16 | 4,4940 | 3,6337 | 3,2389 | 3,0089 | 2,8524 | 2,7413 | 2,6572 | 2,5911 | 2,5377 |
| 17 | 4,4513 | 3,5916 | 3,1968 | 2,9647 | 2,8100 | 2,6987 | 2,6143 | 2,5489 | 2,4943 |
| 18 | 4,4139 | 3,5548 | 3,1609 | 2,9277 | 2,7729 | 2,6613 | 2,5767 | 2,5102 | 2,4553 |
| 19 | 4,3808 | 3,5219 | 3,1274 | 2,8961 | 2,7401 | 2,6283 | 2,5433 | 2,4768 | 2,4227 |
| 20 | 4,3513 | 3,4828 | 3,0984 | 2,8681 | 2,7119 | 2,6000 | 2,5140 | 2,4471 | 2,3928 |
| 21 | 4,3245 | 3,4462 | 3,0725 | 2,8401 | 2,6848 | 2,5727 | 2,4876 | 2,4205 | 2,3651 |
| 22 | 4,3000 | 3,4134 | 3,0481 | 2,8167 | 2,6613 | 2,5491 | 2,4639 | 2,3965 | 2,3419 |
| 23 | 4,2779 | 3,3821 | 3,0250 | 2,7955 | 2,6400 | 2,5277 | 2,4422 | 2,3749 | 2,3201 |
| 24 | 4,2587 | 3,4028 | 3,0088 | 2,7763 | 2,6207 | 2,5082 | 2,4228 | 2,3551 | 2,3002 |
| 25 | 4,2417 | 3,3882 | 2,9913 | 2,7587 | 2,6030 | 2,4904 | 2,4047 | 2,3371 | 2,2821 |
| 26 | 4,2262 | 3,3690 | 2,9751 | 2,7428 | 2,5888 | 2,4741 | 2,3883 | 2,3205 | 2,2655 |
| 27 | 4,2100 | 3,3541 | 2,9604 | 2,7278 | 2,5718 | 2,4591 | 2,3732 | 2,3053 | 2,2501 |
| 28 | 4,1960 | 3,3404 | 2,9467 | 2,7141 | 2,5581 | 2,4453 | 2,3593 | 2,2913 | 2,2360 |
| 29 | 4,1830 | 3,3277 | 2,9340 | 2,7014 | 2,5464 | 2,4324 | 2,3463 | 2,2782 | 2,2228 |
| 30 | 4,1700 | 3,3158 | 2,9223 | 2,6896 | 2,5338 | 2,4203 | 2,3343 | 2,2662 | 2,2107 |
| 40 | 4,0848 | 3,2317 | 2,8337 | 2,6080 | 2,4485 | 2,3359 | 2,2490 | 2,1802 | 2,1240 |
| 50 | 4,0012 | 3,1504 | 2,7681 | 2,5282 | 2,3883 | 2,2740 | 2,1865 | 2,0970 | 2,0401 |
| 120 | 3,8201 | 3,0718 | 2,6802 | 2,4473 | 2,2900 | 2,1760 | 2,0867 | 2,0164 | 1,9588 |
| ∞ | 3,8416 | 2,9957 | 2,6049 | 2,3719 | 2,2141 | 2,0988 | 2,0098 | 1,9384 | 1,8799 |

Note : Dans ce tableau, il faut remplacer le point décimal par la virgule décimale.
Ce tableau donne les valeurs de F pour lesquelles $F(v_1, v_2) = 0,05$.

TABLEAU 7.5 (suite)
 Distributiva de F
 à un seuil de signification de 5 %

| $\nu_1 \backslash \nu_2$ | 10 | 12 | 15 | 20 | 24 | 30 | 40 | 60 | 120 | ∞ |
|--------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|----------|
| 1 | 241.88 | 243.51 | 245.95 | 249.01 | 249.65 | 250.00 | 251.14 | 252.80 | 253.25 | 254.32 |
| 2 | 19.388 | 19.413 | 19.429 | 19.445 | 19.454 | 19.462 | 19.471 | 19.479 | 19.487 | 19.496 |
| 3 | 8.7853 | 8.7446 | 8.7039 | 8.6632 | 8.6225 | 8.5818 | 8.5414 | 8.5020 | 8.4634 | 8.4258 |
| 4 | 5.9544 | 5.9127 | 5.8718 | 5.8315 | 5.7914 | 5.7518 | 5.7127 | 5.6742 | 5.6364 | 5.5994 |
| 5 | 4.7351 | 4.6937 | 4.6528 | 4.6124 | 4.5724 | 4.5329 | 4.4939 | 4.4554 | 4.4176 | 4.3804 |
| 6 | 4.0090 | 3.9679 | 3.9273 | 3.8871 | 3.8474 | 3.8082 | 3.7694 | 3.7311 | 3.6934 | 3.6562 |
| 7 | 3.6205 | 3.5797 | 3.5393 | 3.4993 | 3.4597 | 3.4205 | 3.3817 | 3.3434 | 3.3056 | 3.2684 |
| 8 | 3.3472 | 3.3067 | 3.2666 | 3.2268 | 3.1874 | 3.1484 | 3.1097 | 3.0714 | 3.0336 | 3.0214 |
| 9 | 3.1373 | 3.0971 | 3.0572 | 3.0176 | 2.9783 | 2.9393 | 2.9006 | 2.8622 | 2.8241 | 2.7862 |
| 10 | 2.9702 | 2.9303 | 2.8907 | 2.8514 | 2.8123 | 2.7734 | 2.7348 | 2.6964 | 2.6582 | 2.6202 |
| 11 | 2.8326 | 2.7929 | 2.7534 | 2.7142 | 2.6752 | 2.6364 | 2.5978 | 2.5594 | 2.5212 | 2.4832 |
| 12 | 2.7181 | 2.6787 | 2.6394 | 2.6003 | 2.5614 | 2.5227 | 2.4842 | 2.4459 | 2.4077 | 2.3696 |
| 13 | 2.6216 | 2.5824 | 2.5433 | 2.5044 | 2.4656 | 2.4270 | 2.3886 | 2.3503 | 2.3121 | 2.2740 |
| 14 | 2.5407 | 2.5017 | 2.4628 | 2.4240 | 2.3853 | 2.3467 | 2.3082 | 2.2698 | 2.2315 | 2.1932 |
| 15 | 2.4737 | 2.4348 | 2.3960 | 2.3573 | 2.3187 | 2.2802 | 2.2418 | 2.2034 | 2.1651 | 2.1268 |
| 16 | 2.4189 | 2.3801 | 2.3414 | 2.3028 | 2.2643 | 2.2259 | 2.1875 | 2.1491 | 2.1107 | 2.0724 |
| 17 | 2.3745 | 2.3358 | 2.2972 | 2.2587 | 2.2203 | 2.1819 | 2.1435 | 2.1051 | 2.0667 | 2.0284 |
| 18 | 2.3397 | 2.3011 | 2.2626 | 2.2242 | 2.1858 | 2.1474 | 2.1090 | 2.0706 | 2.0322 | 1.9938 |
| 19 | 2.3129 | 2.2744 | 2.2360 | 2.1976 | 2.1592 | 2.1208 | 2.0824 | 2.0440 | 2.0056 | 1.9672 |
| 20 | 2.2928 | 2.2544 | 2.2160 | 2.1776 | 2.1392 | 2.1008 | 2.0624 | 2.0240 | 1.9856 | 1.9472 |
| 21 | 2.2781 | 2.2397 | 2.2013 | 2.1629 | 2.1245 | 2.0861 | 2.0477 | 2.0093 | 1.9709 | 1.9325 |
| 22 | 2.2680 | 2.2296 | 2.1912 | 2.1528 | 2.1144 | 2.0760 | 2.0376 | 1.9992 | 1.9608 | 1.9224 |
| 23 | 2.2617 | 2.2233 | 2.1849 | 2.1465 | 2.1081 | 2.0697 | 2.0313 | 1.9929 | 1.9545 | 1.9161 |
| 24 | 2.2584 | 2.2200 | 2.1816 | 2.1432 | 2.1048 | 2.0664 | 2.0280 | 1.9896 | 1.9512 | 1.9128 |
| 25 | 2.2565 | 2.2181 | 2.1797 | 2.1413 | 2.1029 | 2.0645 | 2.0261 | 1.9877 | 1.9493 | 1.9109 |
| 26 | 2.2556 | 2.2172 | 2.1788 | 2.1404 | 2.1020 | 2.0636 | 2.0252 | 1.9868 | 1.9484 | 1.9100 |
| 27 | 2.2553 | 2.2169 | 2.1785 | 2.1401 | 2.1017 | 2.0633 | 2.0249 | 1.9865 | 1.9481 | 1.9097 |
| 28 | 2.2554 | 2.2170 | 2.1786 | 2.1402 | 2.1018 | 2.0634 | 2.0250 | 1.9866 | 1.9482 | 1.9098 |
| 29 | 2.2558 | 2.2174 | 2.1790 | 2.1406 | 2.1022 | 2.0638 | 2.0254 | 1.9870 | 1.9486 | 1.9102 |
| 30 | 2.2563 | 2.2179 | 2.1795 | 2.1411 | 2.1027 | 2.0643 | 2.0259 | 1.9875 | 1.9491 | 1.9107 |
| 40 | 2.2672 | 2.2288 | 2.1904 | 2.1520 | 2.1136 | 2.0752 | 2.0368 | 1.9984 | 1.9600 | 1.9216 |
| 60 | 2.2805 | 2.2421 | 2.2037 | 2.1653 | 2.1269 | 2.0885 | 2.0501 | 2.0117 | 1.9733 | 1.9349 |
| 100 | 2.3005 | 2.2621 | 2.2237 | 2.1853 | 2.1469 | 2.1085 | 2.0701 | 2.0317 | 1.9933 | 1.9549 |
| ∞ | 2.3207 | 2.2823 | 2.2439 | 2.2055 | 2.1671 | 2.1287 | 2.0903 | 2.0519 | 2.0135 | 1.9751 |

$$F = \frac{s_1^2}{s_2^2} = \frac{\nu_2 S_1}{\nu_1 S_2}$$

Pour comparer entre ces trois moyennes, On a calculé la valeur des écarts pour une gamme de 3 et 2 moyennes avec l'équation suivante:

$$\text{Écart} = Q \sqrt{\frac{CM(E)}{t}}$$

CM (E) = Carré moyenne des erreurs = 9,818;

t = correspond au nombre de réponses individuelles ayant servi à calculer chaque moyenne = 12

$$\text{Écart} = Q \sqrt{\frac{9,818}{12}} = Q (0, 90)$$

On a obtenu les valeurs de Q à partir du Tableau ... (Annexe ...) pour le même niveau de signification qu'on a utilisé dans l'analyse de variance soit $p \leq 0, 05$. On a aussi besoin de dl (E), soit de 22, pour calculer les valeurs de Q. Le Tableau ... donne pour un degré de liberté de 22:

Valeur de Q pour 3 moyennes = 3,066

Valeur de Q pour 2 moyennes = 2,919

On a pu alors calculer la valeur des écarts.

$$\text{Écart} = Q (0,90)$$

Ecart pour 3 moyennes = 3,066 (0,90)=**2,76**

Ecart pour 2 moyennes = 2,919 (0,90)=**2,62**

On a appliqué la valeur de l'écart des trois moyennes aux moyennes ayant les plus grandes différences entre elles, 6,5 et 5,5, puisque ces valeurs couvrent l'écart des 3 moyennes. La différence, 1, cette différence était inférieure à 2,76 ($1 < 2,76$). La différence entre ces deux moyennes n'était donc pas significative.

La comparaison sur deux moyennes a porté sur les moyennes 6,5 et 6 en se servant de la valeur de l'écart de 2 moyennes (2,62) L'écart entre ces moyennes (0,5) étant inférieur à 2,62 , la différence était donc pas significative.

La comparaison sur trois moyennes a porté sur les moyennes 6,5 et 5,5

$$6,5 - 5,5 = 1 < 2,76$$

La comparaison sur deux moyennes a porté sur les moyennes 6,5 et 6

$$6,5 - 6 = 0,5 < 2,62$$

Les différences est pas significatives entre les moyennes au niveau de probabilité de 5 %

TABLEAU T.7
 Valeurs critiques (valeurs de Q) pour le Test de comparaisons multiples de Dunnett
 à un seuil de signification de 5 %

| v | p | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
|-----|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1 | 0,05 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 | 17,07 |
| 2 | 0,05 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 | 6,064 |
| 3 | 0,05 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 | 4,578 |
| 4 | 0,05 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 | 4,033 |
| 5 | 0,05 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 | 3,718 |
| 6 | 0,05 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 | 3,507 |
| 7 | 0,05 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 | 3,472 |
| 8 | 0,05 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 | 3,458 |
| 9 | 0,05 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 | 3,450 |
| 10 | 0,05 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 | 3,443 |
| 11 | 0,05 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 | 3,438 |
| 12 | 0,05 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 | 3,434 |
| 13 | 0,05 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 | 3,430 |
| 14 | 0,05 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 | 3,427 |
| 15 | 0,05 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 | 3,425 |
| 16 | 0,05 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 | 3,423 |
| 17 | 0,05 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 | 3,422 |
| 18 | 0,05 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 | 3,421 |
| 19 | 0,05 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 | 3,420 |
| 20 | 0,05 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 | 3,419 |
| 25 | 0,05 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 | 3,415 |
| 30 | 0,05 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 | 3,413 |
| 35 | 0,05 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 | 3,411 |
| 40 | 0,05 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 | 3,410 |
| 45 | 0,05 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 | 3,409 |
| 50 | 0,05 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 | 3,408 |
| 60 | 0,05 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 | 3,407 |
| 70 | 0,05 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 | 3,406 |
| 80 | 0,05 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 | 3,405 |
| 90 | 0,05 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 | 3,404 |
| 100 | 0,05 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 | 3,403 |

Nota : Dans ce tableau, il faut remplacer le point décimal par la virgule décimale.

v = di (Erreur)

p = nombre de moyennes comparées dans la gamme

2. Test de classement par rang :

**Bulletin pour le test de classement par rang sur les variétés de
fromage type *Djben*****Nom :****Date :****Prénom :****Produit à analysée : fromage frais (*Djben*)**

| Echantillon Classement selon : | A | B | C |
|---|----------|----------|----------|
| Absence odeur de chèvre | | | |
| Saveur piquant | | | |
| Persistant arrière gout | | | |
| Intensité d'arôme du thym | | | |

L'échantillon qui a la meilleure note pour une caractéristique est classé '1'

La moyenne note est classé '2'.

La mauvaise note est classé '3'

Les calculs

On utilise la loi de Khi2

$$khi02 = \frac{12}{NP(P+1)} \times \mathcal{E}(RT)^2 - 3N(P+1)$$

N= nombre de dégustateur

P= nombre d'échantillons

RT= Rang Total

1) Absence d'odeur de chèvre

| Dégustateurs | Les types de Djben | | | la Somme |
|---------------------------|--------------------|---------------|-----------------|----------|
| | A (témoin) | B (1ml/kg) | C (1.5ml/kg) | |
| 1 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| 2 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| 3 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| 4 | 2 | 3 | 1 | 6 |
| 5 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| 6 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 7 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| 8 | 2 | 3 | 1 | 6 |
| 9 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| 10 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| 11 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| 12 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| Σ des rangs | 32 | 26 | 14 | 72 |
| Σ carrés des rangs | 1024 | 676 | 196 | |

$$\Sigma (\text{des rangs total})^2 = (1024+676+196) = 1896$$

$$Khi2 = 12/144 \times 1896 - 144 = 13,368$$

Khi2 observer = 13,37

Khi2 tabulé (à5%) = 19,67

Khi2 observer < khi2 tabulé : donc la différence est significatif.

2) Arrière gout persistant

| Dégustateurs | Les types de Djben | | | La Somme |
|---------------------------|--------------------|-----|------|----------|
| | A | B | C | |
| 1 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 5 |
| 3 | 0 | 2 | 3 | 5 |
| 4 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 5 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 6 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 7 | 1 | 3 | 3 | 7 |
| 8 | 1 | 1 | 3 | 5 |
| 9 | 0 | 2 | 3 | 5 |
| 10 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 11 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 12 | 1 | 2 | 2 | 5 |
| Σ des rangs | 10 | 24 | 34 | 68 |
| Σ carrés des rangs | 100 | 576 | 1156 | |

$$\text{Khi2} = 12/144 \times 1832 - 144 = 8,056$$

Khi2 observer = 8,06

Khi2 tabulé (à 5%) = 19,67

Khi2 observer < khi2 tabulé : donc la différence est significatif.

3) Saveur piquant

| Dégustateurs | Les types de Djben | | | La Somme |
|---------------------------|--------------------|-----|------|----------|
| | A | B | C | |
| 1 | 0 | 2 | 3 | 5 |
| 2 | 0 | 2 | 3 | 5 |
| 3 | 0 | 3 | 3 | 6 |
| 4 | 0 | 2 | 3 | 5 |
| 5 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 6 | 1 | 3 | 3 | 7 |
| 7 | 0 | 2 | 2 | 4 |
| 8 | 1 | 1 | 3 | 5 |
| 9 | 0 | 2 | 3 | 5 |
| 10 | 0 | 3 | 3 | 6 |
| 11 | 0 | 1 | 3 | 4 |
| 12 | 0 | 2 | 2 | 4 |
| Σ des rangs | 3 | 25 | 34 | 62 |
| Σ carrés des rangs | 9 | 625 | 1156 | |

$$\text{Khi2} = 12/144 \times 1793 - 144 = 4,819$$

Khi2 observer = 4,82

Khi2 tabulé (à5%) = 19,67

Khi2 observer < khi2 tabulé : donc la différence est significatif.

4) Intensité d'arome de thym

| Dégustateurs | Les types de Djben | | | La Somme |
|---------------------------|--------------------|-----|------|----------|
| | A | B | C | |
| 1 | 0 | 2 | 1 | 3 |
| 2 | 0 | 3 | 3 | 6 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 7 |
| 4 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 5 | 1 | 2 | 3 | 6 |
| 6 | 1 | 1 | 3 | 5 |
| 7 | 0 | 3 | 3 | 6 |
| 8 | 0 | 3 | 3 | 6 |
| 9 | 0 | 3 | 2 | 5 |
| 10 | 0 | 3 | 3 | 6 |
| 11 | 0 | 2 | 3 | 5 |
| 12 | 0 | 2 | 2 | 4 |
| Σ des rangs | 4 | 29 | 32 | 65 |
| Σ carrés des rangs | 16 | 841 | 1024 | |

$$\text{Khi2} = 12/144 \times 1880 - 144 = 12,04$$

Khi2 observer = 12,04

Khi2 tabulé (à 5%) = 19,67

Khi2 observer < khi2 tabulé : donc la différence est significatif.

Table Khie2

| v / * | 0.1 | 0.05 | 0.025 | 0.01 | v / | 0.1 | 0.05 | 0.025 | 0.01 |
|--------------|------------|-------------|--------------|-------------|------------|------------|-------------|--------------|-------------|
| 1 | 2.71 | 3.84 | 5.02 | 6.63 | 16 | 23.54 | 26.30 | 28.84 | 32.00 |
| 2 | 4.61 | 5.99 | 7.38 | 9.21 | 17 | 24.77 | 27.59 | 30.19 | 33.41 |
| 3 | 6.25 | 7.81 | 9.35 | 11.34 | 18 | 25.99 | 28.87 | 31.53 | 34.80 |
| 4 | 7.78 | 9.49 | 11.14 | 13.28 | 19 | 27.20 | 30.14 | 32.85 | 36.19 |
| 5 | 9.24 | 11.07 | 12.83 | 15.09 | 20 | 28.41 | 31.41 | 34.17 | 37.57 |
| 6 | 10.64 | 12.59 | 14.45 | 16.81 | 21 | 29.61 | 32.67 | 35.48 | 38.93 |
| 7 | 12.02 | 14.07 | 16.01 | 18.47 | 22 | 30.81 | 33.92 | 36.78 | 40.29 |
| 8 | 13.36 | 15.51 | 17.53 | 20.09 | 23 | 32.01 | 35.17 | 38.08 | 41.64 |
| 9 | 14.68 | 16.92 | 19.02 | 21.67 | 24 | 33.20 | 36.41 | 39.37 | 42.98 |
| 10 | 15.99 | 18.31 | 20.48 | 23.21 | 25 | 34.38 | 37.65 | 40.65 | 44.31 |
| 11 | 17.27 | 19.67 | 21.92 | 24.72 | 26 | 35.56 | 38.88 | 41.92 | 45.64 |
| 12 | 18.55 | 21.03 | 23.34 | 26.22 | 27 | 36.74 | 40.11 | 43.19 | 46.96 |
| 13 | 19.81 | 22.36 | 24.74 | 27.69 | 28 | 37.92 | 41.34 | 44.46 | 48.28 |
| 14 | 21.06 | 23.68 | 26.12 | 29.14 | 29 | 39.09 | 42.56 | 45.72 | 49.59 |
| 15 | 22.31 | 25.00 | 27.49 | 30.58 | 30 | 40.26 | 43.77 | 46.98 | 50.89 |

*v : le nombre de degré de liberté; l : le risque d'erreur.

