



**HAL**  
open science

# Essai d'optimisation du procédé de fabrication de la poudre de kishk libanais : conséquences sur les propriétés physicochimiques, microbiologiques, rhéologiques et sensorielles

Christelle Salameh

## ► To cite this version:

Christelle Salameh. Essai d'optimisation du procédé de fabrication de la poudre de kishk libanais : conséquences sur les propriétés physicochimiques, microbiologiques, rhéologiques et sensorielles. Alimentation et Nutrition. Université de Lorraine, 2016. Français. NNT : 2016LORR0073 . tel-01754660

**HAL Id: tel-01754660**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01754660>**

Submitted on 30 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



UNIVERSITÉ  
DE LORRAINE



UNIVERSITE DE LORRAINE

Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires

Ecole doctorale Ressources Procédés Produits Environnement (RP2E)

Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules - LIBio

**THESE**

Présentée en vue de l'obtention du grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE**

Spécialité : Procédés Biotechnologiques et Alimentaires

Par

**Christelle SALAMEH**

---

**Essai d'optimisation du procédé de fabrication de la poudre de  
kishk libanais : conséquences sur les propriétés physico-  
chimiques, microbiologiques, rhéologiques et sensorielles**

---

Soutenue publiquement le 12 juillet 2016 à Nancy devant le jury composé de :

M. Bernard CUQ	Professeur, Montpellier SupAgro	Rapporteur
M. Didier MONTET	Docteur HDR, CIRAD Montpellier	Rapporteur
M. Joël SCHER	Professeur, Université de lorraine	Directeur de thèse
Mme Sylvie DESOBRY-BANON	Maître de conférences HDR, Université de Lorraine	Co-Directrice de thèse
M. Chadi HOSRI	Maître de conférences, Université Libanaise	Co-Directeur de thèse
Mme Reine BARBAR	Professeur associé, Université Saint-Esprit de Kaslik	Examinateur

## **DEDICACE**

*A mes parents, pour vos prières et vos sacrifices...*

*A Caroline et Gloria, mes sœurs, mes confidentes et mes amies...*

*A mes frères et sœurs, pour votre soutien continu, en dépit des distances...*

*A mon Liban...*

## REMERCIEMENTS

Cette thèse a été réalisée au Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules (LIBio) à l'Université de Lorraine, et au laboratoire de la Faculté des Sciences Agronomiques et Alimentaires (FSAA) à l'Université Saint Esprit de Kaslik (USEK) au Liban, dans le cadre d'une co-direction entre les deux établissements.

Je souhaite tout d'abord remercier mon directeur de thèse, Monsieur Joël SCHER, pour la confiance qu'il m'a accordée en acceptant d'encadrer ce travail, pour son soutien scientifique durant ces trois années, et pour ses conseils qui ont permis de mener à bien ce travail de recherche.

J'adresse également mes vifs remerciements à mon co-directeur de thèse, Monsieur Chadi HOSRI, pour sa précieuse collaboration dans ce projet. Merci de m'avoir encouragée tout au long de mon travail, et d'avoir joué un rôle fondamental dans ma décision de faire de la recherche en France.

Je souhaiterais exprimer ma gratitude à ma co-directrice de thèse, Madame Sylvie DESOBRY-BANON, qui a su être présente pour moi tout au long de ces trois ans et qui m'a fait confiance. Merci pour ta grande implication dans ma thèse, et ta contribution au bon déroulement et à l'aboutissement de ce travail. Merci aussi pour tes qualités professionnelles et humaines, ta bonté et ta générosité.

Je tiens aussi à remercier Monsieur Bernard CUQ et Monsieur Didier MONTET, pour avoir accepté de participer à ce jury de thèse et de juger mon travail. Je remercie également Madame Reine BARBAR pour m'avoir fait l'honneur d'examiner ce travail.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur Neemat FREM, PDG du groupe industriel INDEVCO, sans lequel ce projet n'aurait pas pu voir le jour. Merci pour avoir cru en moi et pour m'avoir soutenue, c'est grâce à vous que mon rêve s'est réalisé. Je vous en serais toujours reconnaissante.

J'aimerais aussi remercier Madame Chantal ABOU JAOUDE, pour avoir encadré et examiné la partie microbiologique de cette thèse. Merci d'être toujours prête à m'aider et à donner de ton temps à tout moment et au moindre besoin.

Je remercie également Monsieur Jeremy PETIT et Madame Claire GAIANI pour le vif intérêt qu'ils ont porté à mon travail. Vos précieux conseils et assistance m'auront été d'une grande aide durant ce travail.

J'adresse également toute ma gratitude à Monsieur Michel LINDER, directeur du LIBio, et Madame Lara WAKIM, doyen de la FSAA pour m'avoir accueillie dans leurs laboratoires durant mon travail de recherche. Merci aussi aux équipes du LIBio et de la FSAA, pour leur accueil et leur disponibilité.

Je profite aussi de ces quelques lignes pour remercier vivement mes très chères amies, Christelle et Rita, pour votre soutien et votre patience.

J'ai une pensée aussi pour tous les amis et collègues rencontrés en France et au Liban au cours de ma thèse, Dimitri, Dominique, Stéphanie, Patricia, Nadine, Hélène, Marie-Céleste, Florence, Claude et la petite Alexa, Tony, Tatiana, grâce auxquels j'ai passé des moments inoubliables de joie et d'échange.

Finalement, un grand merci à mes parents, mes sœurs et mes frères, pour leur soutien quotidien dans les bons comme dans les mauvais moments. Merci pour votre encouragement sans limites, votre présence et votre amour inconditionné. Ces quelques lignes ne sont qu'un très bref résumé de tout ce que je pense et que je vous dois.

# TABLE DES MATIERES

<b>DEDICACE</b> .....	<b>II</b>
<b>REMERCIEMENTS</b> .....	<b>III</b>
<b>TABLE DES MATIERES</b> .....	<b>V</b>
<b>LISTE DES TABLEAUX</b> .....	<b>VII</b>
<b>LISTE DES FIGURES</b> .....	<b>VIII</b>
<b>NOMENCLATURE</b> .....	<b>X</b>
<b>LISTE DES COMMUNICATIONS</b> .....	<b>XII</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE</b> .....	<b>1</b>
<b>CHAPITRE 1. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE</b> .....	<b>5</b>
1.1. LES PRODUITS LAITIERS TRADITIONNELS DE LA RÉGION MÉDITERRANÉENNE .....	6
1.1.1. <i>Abstract</i> .....	6
1.1.2. <i>Introduction</i> .....	7
1.1.3. <i>Fermented milks</i> .....	7
1.1.4. <i>Mediterranean white brined cheeses</i> .....	19
1.1.5. <i>Cheeses ripened in animal skin bags</i> .....	25
1.1.6. <i>Fresh cheeses</i> .....	27
1.1.7. <i>Conclusion</i> .....	30
1.2. LES PRODUITS LAITIERS TRADITIONNELS LIBANAIS .....	32
1.2.1. <i>La filière lait au Liban</i> .....	32
1.2.2. <i>Produits laitiers traditionnels</i> .....	35
<b>CHAPITRE 2. MATERIEL ET METHODES</b> .....	<b>53</b>
2.1. ECHANTILLONNAGE .....	54
2.2. COMPOSITION CHIMIQUE DES POUDRES DE KISHK .....	54
2.2.1. <i>Teneur en eau</i> .....	54
2.2.2. <i>Teneur en cendres</i> .....	54
2.2.3. <i>Teneur en protéines</i> .....	54
2.2.4. <i>Teneur en lipides</i> .....	54
2.2.5. <i>Mesure du pH</i> .....	55
2.3. COULEUR .....	55
2.4. DISTRIBUTION DE TAILLE DE PARTICULES .....	55
2.5. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE .....	56
2.6. ISOTHERME DE SORPTION D’EAU PAR SORPTION DYNAMIQUE DE VAPEUR (DVS).....	56
2.7. RHÉOLOGIE DES POUDRES .....	57
2.7.1. <i>Test de stabilité et sensibilité à la vitesse d’écoulement</i> .....	58
2.7.2. <i>Test de compressibilité</i> .....	59
2.7.3. <i>Test de perméabilité</i> .....	61
2.7.4. <i>Test d’aération</i> .....	63
2.7.5. <i>Test de cisaillement</i> .....	64
2.8. PRODUCTION DU KISHK AU LABORATOIRE .....	66
2.9. ANALYSES MICROBIOLOGIQUES PAR LES MÉTHODES CLASSIQUES .....	67
2.9.1. <i>Numérations de bactéries, levures et moisissures</i> .....	67
2.9.2. <i>Identification des bactéries lactiques</i> .....	67
2.9.3. <i>Identification des levures</i> .....	68
2.10. RHÉOLOGIE DE LA SOUPE DE KISHK.....	68
2.11. ANALYSE SENSORIELLE .....	69

2.11.1.	<i>Le panel d'évaluation</i> .....	69
2.11.2.	<i>Préparation de la soupe de kishk</i> .....	69
2.11.3.	<i>Déroulement des analyses</i> .....	69
2.12.	TRAITEMENT STATISTIQUE DES DONNÉES .....	70
<b>CHAPITRE 3. RESULTATS ET DISCUSSION</b> .....		<b>71</b>
3.1.	CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE ET RHÉOLOGIQUE DE LA POUDRE DE KISHK.....	72
3.1.1.	<i>Abstract</i> .....	73
3.1.2.	<i>Introduction</i> .....	73
3.1.3.	<i>Material and methods</i> .....	74
3.1.4.	<i>Results</i> .....	78
3.1.5.	<i>Conclusion</i> .....	86
3.2.	EVOLUTION DES PROPRIÉTÉS CHIMIQUES ET MICROBIOLOGIQUES DU KISHK DURANT LA FERMENTATION.....	87
3.2.1.	<i>Abstract</i> .....	88
3.2.2.	<i>Introduction</i> .....	88
3.2.3.	<i>Material and methods</i> .....	90
3.2.4.	<i>Results</i> .....	92
3.2.5.	<i>Conclusion</i> .....	101
3.3.	CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE, RHÉOLOGIQUE ET SENSORIELLE DU KISHK EN POUDRE ET DU KISHK RÉHYDRATÉ SELON DEUX PROCÉDÉS DE FABRICATION TRADITIONNEL ET STANDARDISÉ .....	102
3.3.1.	<i>Abstract</i> .....	103
3.3.2.	<i>Introduction</i> .....	104
3.3.3.	<i>Material and methods</i> .....	105
3.3.4.	<i>Statistical analysis</i> .....	110
3.3.5.	<i>Results and discussion</i> .....	110
3.3.6.	<i>Conclusion</i> .....	123
<b>CHAPITRE 4. DISCUSSION GENERALE</b> .....		<b>125</b>
<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</b> .....		<b>130</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....		<b>133</b>
<b>ANNEXES</b> .....		<b>154</b>
	ANNEXE 1 : SUIVI DE LA FABRICATION DU KISHK DANS LES CONDITIONS DU LABORATOIRE .....	155
	ANNEXE 2 : QUESTIONNAIRE POUR L'ANALYSE SENSORIELLE DU KISHK .....	159
	ANNEXE 3 : PROPRIÉTÉS RHÉOLOGIQUES ET SENSORIELLES DU KISHK TRADITIONNEL .....	160
	RÉSUMÉ.....	162
	ABSTRACT .....	162



## LISTE DES TABLEAUX

<b>Table 1.</b> Yogurt-like products in the Mediterranean region .....	9
<b>Table 2.</b> Microflora of some Mediterranean fermented milks .....	14
<b>Table 3.</b> Concentrated yogurts in the Mediterranean region .....	15
<b>Table 4.</b> Shanklish composition .....	17
<b>Table 5.</b> Composition of kishk and tarhana.....	19
<b>Table 6.</b> Chemical composition of some Mediterranean white brined cheeses.....	23
<b>Table 7.</b> Composition of some cheeses ripened in animal skin bag .....	26
<b>Table 8.</b> Composition of some whey cheeses.....	28
<b>Table 9.</b> Composition of some fresh cheeses .....	30
<b>Tableau 10.</b> Composition chimique du laban .....	36
<b>Tableau 11.</b> Composition chimique du labneh .....	37
<b>Tableau 12.</b> Composition chimique des fromages baladi, akkawi, double crème et karisheh.....	41
<b>Tableau 13.</b> Composition chimique du fromage serdalli .....	43
<b>Tableau 14.</b> Composition chimique de différents types de kishk en fonction de la céréale utilisée .....	48
<b>Tableau 15.</b> Milieux de culture et conditions d'incubation des différents microorganismes recherchés ..	67
<b>Table 16.</b> Kishk composition (g / 100 g kishk) .....	79
<b>Table 17.</b> Color properties of kishk according to employed milk and cereal types. ....	79
<b>Table 18.</b> Flowing parameters of kishk powders obtained from FT4 shear test. ....	82
<b>Table 19.</b> BET and GAB parameters of kishk determined from Dynamic Vapor Sorption measurement	86
<b>Table 20.</b> Phenotypical and biochemical characteristics of yeasts isolated from kishk .....	98
<b>Table 21.</b> Phenotypical and biochemical characteristics of LAB isolated from kishk .....	100
<b>Table 22.</b> Composition of laboratory-made and traditional kishks (g / 100 g) .....	111
<b>Table 23.</b> Dynamic flow properties of tested powders.....	114
<b>Table 24.</b> Flowing parameters of powders obtained from FT4 shear test .....	121
<b>Table 25.</b> Consistency coefficients (k) and flow index (n) of kishk soups .....	121
<b>Table 26.</b> Indice de consistance (k) et indice d'écoulement (n) des soupes de kishk de laits de chèvre, de vache et de mix provenant de petits producteurs libanais.....	161

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1.</b> General production scheme of yogurt.....	10
<b>Figure 2.</b> Laban .....	11
<b>Figure 3.</b> Manufacturing industrial ayran.....	12
<b>Figure 4.</b> General flow diagram for labneh production.....	15
<b>Figure 5.</b> Labneh .....	16
<b>Figure 6.</b> Shanklish .....	16
<b>Figure 7.</b> Kishk.....	18
<b>Figure 8.</b> Tarhana .....	18
<b>Figure 9.</b> A general flow-chart for white brined cheeses .....	20
<b>Figure 10.</b> Production de lait bovin, ovin et caprin au Liban en 2013 .....	32
<b>Figure 11.</b> Production locale de produits laitiers au Liban en 2008 et 2009 (en milliers de tonnes) .....	33
<b>Figure 12.</b> Consommation locale de produits laitiers en 2008 et 2009 .....	33
<b>Figure 13.</b> Egouttage du labneh dans des sacs en toile .....	36
<b>Figure 14.</b> Fromage baladi .....	38
<b>Figure 15.</b> Fromage akkawi.....	39
<b>Figure 16.</b> Fromage Double crème.....	40
<b>Figure 17.</b> Karisheh.....	40
<b>Figure 18.</b> Mujaddal.....	42
<b>Figure 19.</b> Production du serdalli dans des jarres en terre cuite.....	42
<b>Figure 20.</b> Serdalli récupéré .....	43
<b>Figure 21.</b> Moulage du fromage darfiyeh .....	44
<b>Figure 22.</b> Extraction du solide coagulé à partir du lactosérum.....	45
<b>Figure 23.</b> Fromage darfiyeh dans la peau de chèvre avant son affinage .....	45
<b>Figure 24.</b> Soupe de kishk.....	47
<b>Figure 25.</b> Boulgour blanc dur (à gauche) et boulgour brun dur (à droite).....	49
<b>Figure 26.</b> Variation des ingrédients utilisés dans la fabrication du kishk en fonction des régions libanaises.....	50
<b>Figure 27.</b> Séchage traditionnel des boules de kishk au soleil .....	50
<b>Figure 28.</b> Le diagramme de fabrication standard du kishk .....	51
<b>Figure 29.</b> Principe de fonctionnement du Mastersizer 3000.....	55
<b>Figure 30.</b> Assemblage de la cuve de clivage .....	58
<b>Figure 31.</b> Séquences successives de stabilité d'écoulement et de sensibilité à la vitesse d'écoulement .....	59
<b>Figure 32.</b> Principe de fonctionnement du test de compressibilité.....	60
<b>Figure 33.</b> Montage réalisé pour le test de compressibilité.....	60
<b>Figure 34.</b> Séquence du test de compressibilité .....	61
<b>Figure 35.</b> Principe de fonctionnement du test de perméabilité.....	61
<b>Figure 36.</b> Montage réalisé pour le test de perméabilité .....	62
<b>Figure 37.</b> Séquence du test de perméabilité.....	62
<b>Figure 38.</b> Principe de fonctionnement du test d'aération .....	63
<b>Figure 39.</b> Montage réalisé pour le test d'aération .....	63
<b>Figure 40.</b> Séquence du test d'aération.....	64
<b>Figure 41.</b> Montage réalisé pour le test de cisaillement.....	64
<b>Figure 42.</b> Séquence du test de cisaillement .....	65
<b>Figure 43.</b> Schéma de fabrication du kishk dans les conditions de laboratoire.....	66

<b>Figure 44.</b> SEM micrographs of kishks and bulgur .....	80
<b>Figure 45.</b> Particle size distribution (in volume) of kishks .....	81
<b>Figure 46.</b> Yield loci of kishks from FT4 shear cell test.....	82
<b>Figure 47.</b> SEM micrographs showing the effect of water uptake on the microstructure of cow's kishk at different water activities. ....	83
<b>Figure 48.</b> Sorption isotherms of kishks and bulgur. ....	85
<b>Figure 49.</b> Microbial counts of traditional and laboratory-made kishk .....	93
<b>Figure 50.</b> Changes in average microbial numbers, pH and water content during kishk fermentation .....	96
<b>Figure 51.</b> Percentage distribution of yeasts species isolated from traditional kishk samples.....	97
<b>Figure 52.</b> Particle size distribution (in volume) and SEM micrographs (× 500 magnification) of the different powders. ....	112
<b>Figure 53.</b> Dynamic flow energy measurements at fixed and variable blade speeds.....	113
<b>Figure 54.</b> Compressibility of all powders at various normal stress values. ....	115
<b>Figure 55.</b> Influence of applied normal stress on pressure drop through powder bed at a constant 2 mm/s air velocity .....	117
<b>Figure 56.</b> Impact of air velocity on the flow energy of aerated powder samples. ....	118
<b>Figure 57.</b> Yield loci of powder samples: influence of applied normal stress on shear stress. ....	119
<b>Figure 58.</b> Sensory properties of traditional and laboratory-made kishk .....	123
<b>Figure 59.</b> Comparaison générale des caractéristiques physico-chimiques, microbiologiques, rhéologiques et sensorielles du kishk libanais, en fonction de la méthode de production .....	129
<b>Figure 60.</b> Boulgour blanc dur.....	154
<b>Figure 61.</b> Yaourt (laban).....	155
<b>Figure 62.</b> Mélange boulgour + yaourt (Jour 1).....	154
<b>Figure 63.</b> Yaourt concentré (labneh).....	155
<b>Figure 64.</b> Kishk (Jour 1,5).....	155
<b>Figure 65.</b> Kishk (Jour 2,5).....	156
<b>Figure 66.</b> Kishk (Jour 3,5).....	155
<b>Figure 67.</b> Kishk (Jour 4,5).....	156
<b>Figure 68.</b> Kishk (Jour 5,5-Début du séchage).....	156
<b>Figure 69.</b> Kishk au cours du séchage.....	157
<b>Figure 70.</b> Kishk en fin de séchage (Jour 6).....	157
<b>Figure 71.</b> Poudre de kishk .....	158
<b>Figure 72.</b> Soupe de kishk.....	158
<b>Figure 73.</b> Variation des qualités sensorielles de la soupe de kishk en fonction des régions .....	160
<b>Figure 74.</b> Effet du type de lait sur les qualités sensorielles de la soupe de kishk.....	160

## NOMENCLATURE

% : pour cent

°/min: degré par minute

°: degré

°C : degré Celsius

ANOVA

$a_w$  : activité de l'eau

CFU/mL: Unité Formant Colonie par millilitre

cm: centimètre

CO<sub>2</sub> : dioxyde de carbone

E. : enterococcus

e.g.: *exempli gratia* (par exemple)

*et al.* : *et alius* (et autres)

etc. : *et cetera* (et les autres choses manquent)

FAO: Food and Agriculture Organization

$ff_c$ : friction coefficient

g : grammes

g/mL : grammes par millilitre

h: heure

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> : peroxyde d'hydrogène

He/Ne : hélium/néon

HR : humidité relative

i.e.: *id est* (c'est-à-dire)

K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : sulfate de potassium

KCl: chlorure de potassium

Kg/hab/an

kPa: kilopascal

kV: kilovolt

L : litre

Lb. : lactobacillus

Lc. : lactococcus

Leu. : leuconostoc  
Log<sub>10</sub>: logarithme de base 10  
MAP : Modified Atmosphere Packaging  
mbar: millibar  
mg : milligrammes  
Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> : nitrate de magnésium  
min: minute  
mJ: millijoule  
mL : millilitre  
mm : millimètre  
mm/s: millimètres par seconde  
MS : matière sèche  
mW : milliwatt  
N<sub>2</sub> : diazote  
NaCl: chlorure de sodium  
nm : nanomètre  
p : seuil de signification  
pH : potentiel d'hydrogène  
RO : reverse osmosis  
s: seconde  
spp. : species  
subsp. ou ssp. : subspecies  
S. : streptococcus  
UF : ultrafiltration  
v/v: volume/volume  
v: volume  
w/w: masse/masse  
WHO: World Health Organization  
WMP: whole milk powder  
µm: micromètre

## LISTE DES COMMUNICATIONS

Les résultats obtenus dans le cadre de cette thèse ont fait l'objet de plusieurs publications et communications

### Publications acceptées et publiées dans des journaux internationaux à comité de lecture :

**Salameh, C.**, Banon, S., Hosri, C., Scher, J., 2016. An overview of recent studies on the main traditional fermented milks and white cheeses in the Mediterranean region. *Food Rev. Int.* 32, 256–279.

**Salameh, C.**, Scher, J., Petit, J., Gaiani, C., Hosri, C., Banon, S., 2016. Physico-chemical and rheological properties of Lebanese kishk powder, a dried fermented milk-cereal mixture. *Powder Technol.* 292, 307–313.

### Publication soumise à un journal international à comité de lecture

**Salameh, C.**, Petit, J., Banon, S., Gaiani, C., Hosri, C., Scher, J. Effect of process conditions on the physicochemical, rheological and sensory properties of Lebanese kishk, a dried fermented milk-cereal mixture. Soumis à *Journal of Food Engineering*.

### Publication acceptée et publiée dans des journaux nationaux à comité de lecture :

**Salameh, C.**, Banon, S., Gaiani, C., Petit, J., Hosri, C. et Scher, J. (2015). Caractérisation physico-chimique et rhéologique d'un lait fermenté en poudre : le cas du kishk libanais. *Récents Progrès en Génie des Procédés*, Numéro 107 – 2015. Ed. SFGP, Paris, France

### Communication par affiche

**Salameh, C.**, Banon, S., Gaiani, C., Petit, J., Hosri, C. & Scher, J. (2015) Physico-chemical and rheological properties of Lebanese kishk, a dried fermented milk-cereals mixture. Colloque Science et Technologie des Poudres et Poudres et Matériaux Frittés. Nancy, France, April 8-10, 2015.

---

# *Introduction générale*

---

Le lait et les produits laitiers traditionnels sont des éléments incontestables du patrimoine culinaire et culturel du Liban. Ce ne sont pas de simples ressources économiques, mais des produits à forte valeur culturelle, dont la fabrication évoque un savoir-faire ancestral et témoigne d'une histoire et d'une identité locale (Duteurtre, 2009).

Cependant, la filière laitière au Liban s'avère en pleine évolution, voire en pleine mutation depuis quelques années. Les habitudes alimentaires locales et les attentes de base des consommateurs vis-à-vis des produits laitiers évoluent, avec une forte demande pour des produits innovants de meilleures qualités hygiéniques et nutritionnelles. Cette évolution fait craindre une standardisation généralisée des produits et une uniformisation des goûts, aboutissant à une perte des richesses traditionnelles et un appauvrissement en termes de produits et saveurs typiques (Burny, 2005).

A cet effet, une démarche de valorisation des produits laitiers traditionnels et du savoir-faire qui leur est associé semble indispensable afin de préserver ce type de ressources économiques et culturelles à la fois. L'amélioration de la qualité hygiénique et nutritionnelle des produits laitiers constitue un levier pour augmenter leur compétitivité sur le marché libanais.

On distingue parmi ces produits laitiers traditionnels, le kishk, qui est un lait fermenté séché à base de yaourt et de boulgour, bénéficiant d'une forte reconnaissance auprès des consommateurs libanais. Sa production traditionnelle revêt une importance socio-économique dans les zones rurales, et implique des techniques de fabrication artisanales et ancestrales. Le yaourt mélangé au boulgour (ratio boulgour: yaourt de 1:4) et au sel, est laissé fermenter pendant 6 jours à 35 °C. Ensuite, le mélange obtenu est façonné en boules, séché au soleil et broyé en poudre fine. Le kishk est souvent consommé sous forme de soupe après reconstitution dans de l'eau bouillante (Tamime *et al.*, 1999a; Tamime et O'Connor, 1995).

Cependant, le kishk libanais ne présente pas de caractéristiques physico-chimiques, microbiologiques et sensorielles définies, à cause de la variation des méthodes artisanales utilisées pour sa préparation et des ingrédients mis en jeu, reposant essentiellement sur des connaissances empiriques et séculaires. Il existe des disparités significatives au niveau des ingrédients utilisés (lait et boulgour) ainsi qu'au niveau du schéma de fabrication du kishk, en fonction des régions libanaises. En effet, chaque producteur possède son savoir-faire personnel tiré des conditions locales de fabrication et des traditions ancestrales.



La contamination du kishk par des bactéries pathogènes, liée d'une part à un non-respect des pratiques d'hygiène durant la production du kishk, et d'autre part à l'étape du séchage au soleil à l'air libre induit un risque élevé de contamination microbienne du consommateur. Dans un travail préliminaire (Salameh, 2012), un nouveau schéma de fabrication du kishk avait été proposé dans le but d'homogénéiser la production et d'assurer au produit final standard une meilleure qualité sanitaire.

Ce travail de thèse s'inscrit dans une démarche de standardisation d'un produit laitier fermenté ancestral : le kishk. Nous étudierons la qualité sanitaire, les propriétés physico-chimiques, fonctionnelles et sensorielles de ce produit.

Les principaux objectifs de ce travail sont :

- Déterminer les propriétés physicochimiques, fonctionnelles et rhéologiques de la poudre de kishk traditionnel.
- Identifier la biodiversité de la flore lactique du kishk par les techniques classiques de microbiologie, en vue d'isoler les espèces autochtones.
- Evaluer l'effet de l'optimisation des conditions de production et de séchage sur les propriétés physico-chimiques et l'aptitude à l'écoulement de la poudre de kishk, dans une démarche d'industrialisation.
- Etudier l'influence du procédé standardisé sur l'acceptabilité de la soupe de kishk auprès des consommateurs libanais.

Pour répondre à ces objectifs, le manuscrit sera structuré en quatre parties, la première est une revue bibliographique faisant état des connaissances et précédant l'exposé de nos travaux.

Cette première partie concerne les principaux laits fermentés et fromages blancs typiques, qui font partie du patrimoine culturel gastronomique de la région méditerranéenne, et qui représentent également une économie vitale pour tous les pays producteurs. Les caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques de ces produits ainsi que les dernières innovations concernant l'emballage et l'utilisation des probiotiques sont présentées. Un second thème de la revue bibliographique est consacré à la situation actuelle de la filière lait au Liban et à une présentation des produits laitiers traditionnels du Liban dont la production du kishk et les principales différences au niveau de son schéma de fabrication et des ingrédients utilisés.

La seconde partie présente les matériels et méthodes utilisés afin d'effectuer les analyses physico-chimiques, microbiologiques, rhéologiques et sensorielles du kishk. A noter que les matériels et méthodes spécifiques sont également présentés dans le texte de chacun des articles.

La troisième partie de ce manuscrit rassemble les résultats obtenus au cours de cette thèse et exposés sous forme de publications acceptées, soumises ou en préparation. Le premier sous-chapitre est consacré aux propriétés physicochimiques, fonctionnelles et rhéologiques de la poudre du kishk libanais. Le deuxième sous-chapitre présente les résultats de l'identification de l'écosystème microbien du kishk traditionnel, ainsi que le suivi de l'évolution de la flore lactique au cours de la fermentation du kishk. L'influence des conditions de production et de séchage sur l'aptitude à l'écoulement et les propriétés physico-chimiques de la poudre de kishk, ainsi que sur l'acceptabilité de la soupe de kishk est abordé dans le troisième sous-chapitre.

Enfin, la quatrième partie sera une discussion générale qui reprend l'ensemble des résultats de ce travail de recherche. Le manuscrit s'achève par une conclusion générale et par les perspectives de ce travail de thèse.

---

*Chapitre 1*

*Synthèse bibliographique*

---

## **1.1. Les produits laitiers traditionnels de la région méditerranéenne**

Le lait et ses dérivés ont toujours constitué un aliment de toute première importance, surtout pour les habitants du bassin méditerranéen qui ont cherché depuis l'antiquité à développer des techniques de transformation de cette matière première facilement périssable. Ainsi, des centaines de laits fermentés et fromages ont été mis au point et fabriqués artisanalement dans le but de conserver le lait le plus longtemps possible et subvenir aux besoins nutritionnels des hommes en périodes de pénurie.

Nous tenterons à travers ce qui suit, de présenter d'une façon globale non exhaustive, les principaux laits fermentés et fromages blancs traditionnels, produits dans la région méditerranéenne, en faisant le point sur leur schéma de fabrication artisanal et leurs principales caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques. Ce travail a été publié dans une revue internationale à comité de lecture :

**Salameh, C.**, Banon, S., Hosri, C., Scher, J., 2016. An overview of recent studies on the main traditional fermented milks and white cheeses in the Mediterranean region. *Food Rev. Int.* 32, 256–279. doi:10.1080/87559129.2015.1075210

### **An overview of recent studies on main traditional fermented milks and white cheeses in the Mediterranean region**

Christelle Salameh, Sylvie Banon, Chadi Hosri, Joël Scher

#### **1.1.1. Abstract**

Traditional dairy products have always been an important component of different communities' diet, especially in Mediterranean rural areas, where people used to produce fermented milks and cheeses in order to preserve milk and prevent its spoilage. The aim of this article is to review the major traditional fermented milks, white brined cheeses, fresh cheeses and varieties ripened in animal skin bag that are produced in the Mediterranean region. An update on the latest scientific developments concerning their manufacturing process, and some chemical and microbiological characteristics is presented.

**Keywords:** Mediterranean, fermented milks, white cheeses, traditional, characteristics.

### **1.1.2. Introduction**

Traditional foods are an expression of people's culture and lifestyle, and a reflection of the country's history, geography, climate and agriculture (Panagou *et al.*, 2013; Trichopoulou *et al.*, 2007). Dairy products are of great importance among traditional foods, especially in Mediterranean countries where people developed processing techniques to prevent milk spoilage (Benkerroum, 2003). Thus, many fermented milks and cheeses were developed in order to preserve milk and provide essential nutrients for people during scarcity period.

Among the Mediterranean countries (Benoit and Comeau, 2012), France is the largest producer of yogurt and fermented milks with 1.67 million tons followed by Spain with 0.78 million tons in 2011 (Cniel, 2013). It also comes first in cheese production with 1.9 million tons produced per year, followed by Italy with 1.2 million tons per year and Egypt 0.64 million tons in 2013 (FAO, 2015). Cheese consumption level is high (up to 24 kg / capita / year) in Spain, France, Italy and the Balkans (Albania, Greece, etc.). On the contrary, cheese sector is not well developed in Morocco, Tunisia, Libya and Algeria, which results in a limited number of fresh cheeses (Vallerand *et al.*, 2007). The situation is different in Egypt, Turkey Lebanon, Syria, Palestinian Territories, with a wider variety of cheeses, especially white cheese (domiati, akkawi, nabulsi, beyaz peynir, Mish, Karish, etc.).

### **1.1.3. Fermented milks**

Fermented milks are dairy products obtained by lactic fermentation, using lactic acid bacteria and eventually other microorganisms such as yeasts and molds (FAO, 1995). Fermentable sugars, such as lactose, are transformed into lactic acid resulting in a pH reduction and consequently milk coagulation ( WHO/ FAO, 2011). Unlike cheese, milk coagulation does not involve rennet (Beal and Sodini, 2003).

For the Mediterranean people, fermented dairy products have always been a primary mode of milk conservation for winter (FAO, 1995). Indeed, pH reduction due to fermentation increases the dairy product stability and shelf-life period by inhibiting microbial and enzymatic spoilage. Furthermore, lactic acid bacteria produce antimicrobial compounds such as organic acids (lactic, acetic, formic, caproic), carbon dioxide, hydrogen peroxide, bacteriocins and ethanol (Messens and De Vuyst, 2002), protecting fermented milks against pathogens.

Increasing consumer's interest is observed because of high nutritional value and organoleptic

## *1. Synthèse bibliographique*

variety of fermented milks. First, bacteria metabolism improves milk's biological value by hydrolytic enzymes liberation that facilitate uptake of lactose, proteins and lipids (Ngassam Tchamba, 2007). Thus, it leads to more digestible dairy products that are beneficial for people with lactose intolerance for example. Besides, milk and fermented milks are presented as functional foods enhancing the immune system and disease prevention (Yildiz, 2010). In fact, milk proteins are the major source of bioactive peptides that are beneficial for human health and act on the nervous, digestive, cardiovascular and immune system (e.g., antihypertensive properties, hypolipidemic effect) (Hafeez *et al.*, 2014; Rodríguez-Figueroa *et al.*, 2013). Also, fermented milks include probiotics strains that improve the balance of beneficial bacteria in the intestinal tract; hence, they promote intestinal health and modulate the immune system (Matsumoto *et al.*, 2010; Yildiz, 2010). On the other hand, lactic acid bacteria metabolites confer to the product its particular aroma and taste. Finally, they produce exocellular polysaccharides that can improve the texture of yogurt by increasing its viscosity and reducing syneresis (London *et al.*, 2015), thus maintaining a higher quality throughout storage (Kearney *et al.*, 2011; Sahan *et al.*, 2008).

A wide range of fermented milks is manufactured throughout the world, with around 400 generic names. Some are similar, but named differently according to the country (Ngassam Tchamba, 2007). The final texture of these fermented milks, the type of milk used and its composition, the characters of lactic flora (thermophilic or mesophilic flora, presence of yeasts or molds) and additives (colorants, spices) (Beal and Sodini, 2003; Luquet and Corrieu, 2005) contribute to the diversity of fermented milks (Tamime and Robinson, 2006).

Robinson *et al.* (2002) proposed a classification of fermented milks according to the type of fermentation (lactic acid fermentation, fermentation with yeasts, fermentation with molds). However, the most widely used classification is that of Tamime and Robinson (1999), which is based on the final texture of fermented milk and its physical characteristics, with four main categories:

- Liquid/viscous fermented milk (yogurt, laban, ayran, etc.)
- Semi-solid fermented milks: strained/concentrated yogurt (labneh)
- Solid fermented milks
- Dried fermented milk-cereal mixtures (kishk, tarhana)

1.1.3.1. Liquid/ viscous fermented milks

Yogurt is the most popular fermented milk consumed throughout the world: the highest consumption of yogurt is in the Mediterranean, Asian countries and central Europe (Köse and Ocak, 2011). It is obtained by lactic acid fermentation of milk by the action of lactic acid bacteria, which leads to milk coagulation. The resulting coagulum is firm without exudation of whey. It contains various volatile aromatic compounds involved in its flavor such as lactic acid, which confers a sour taste to yogurt, acetaldehyde. Other compounds such as acetone and acetoin also contribute to the balance of yogurt flavor (Ngassam Tchamba, 2007).

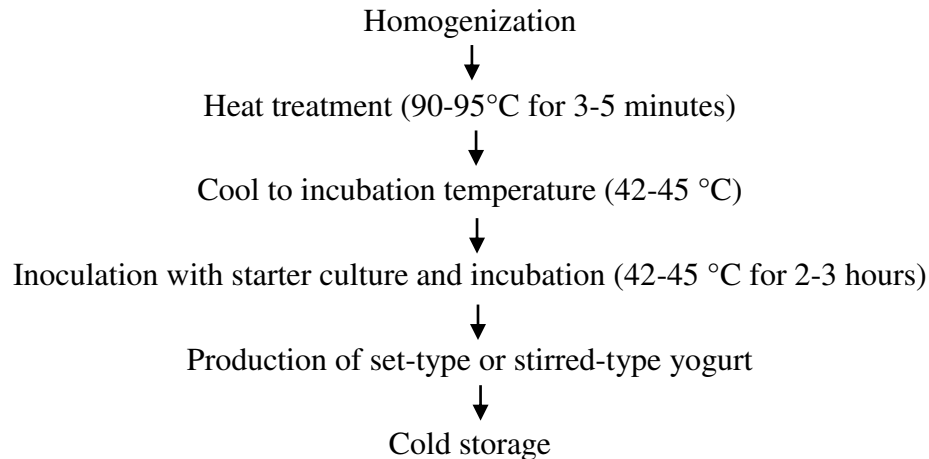
As defined by Codex Alimentarius Standards, “Yogurt” is a milk product that is fermented by the action of thermophilic lactic acid bacteria (*Lactobacillus delbrueckii* ssp. *bulgaricus* and *Streptococcus thermophilus*). These starter microorganisms are inoculated simultaneously, and shall be viable, active and abundant (minimum  $10^7$  CFU/g) in the product to the date of minimum durability (WHO/FAO, 2011). The shelf life of yogurt is about 3-4 weeks under refrigerated conditions, and it is highly dependent on the respect of hygiene standards during production and the microbiological quality of the ingredients and packaging materials (Tamime and Robinson, 1999).

Several fermented milks similar to yogurt are produced in the Mediterranean region (Table 1), with a local name attached to a culture, a lifestyle and dietary habits (Chandan, 2002; Tamime and Robinson, 2007; Yildiz, 2010).

**Table 1.** Yogurt-like products in the Mediterranean region

Traditional name	Country
Jugurt (yoğurt) / eyran / ayran	Turkey
Laban	Lebanon, Syria, Jordan
Laban zabady	Egypt
Yaourti	Greece
Cieddu	Italy
Mezzoradu	Sicilia
Gioddu	Sardinia
Yaourt	France, Balkans

The type of milk used differs across countries (buffalo in Egypt, cow's milk in Lebanon, sheep's milk or goat in Sardinia, Italy, etc.). Although the fine details of production differ among these fermented milks, the basic manufacturing stages of yogurt are broadly similar and shown in the Figure 1 (Tamime and Robinson, 2006, 1999).



**Figure 1.** General production scheme of yogurt

Laban (Figure 2) is a very popular fermented milk, mainly produced in Lebanon and some Arab countries (Suroño and Hosono, 2003). Milk is boiled, cooled to 45 °C and inoculated with an artisanal starter culture obtained from the previous day's preparation, which consists of mixed strains of indigenous thermophilic lactic acid cultures. The temperature of inoculated milk must be maintained between 37 and 45 °C until the formation of a firm coagulum. After coagulation, laban should be quickly cooled to stop fermentation and avoid excessive acid formation (Chammas *et al.*, 2006a).





**Figure 2.** Laban

Laban zabady is another fermented milk produced in Egypt, generally with buffalo milk but also with cow's milk. It has a bright white color when made from buffalo's milk, and a yellowish white color when made from cow's milk (Abou Donia, 2004). Similarly to laban, the boiled milk is inoculated with previous day's product as a starter culture (Shah, 2006). As reported by Abd El-Salam (2003), the acidity of laban zabady ranges between 9.3 and 12 g /Kg of lactic acid, whereas Lebanese laban is more acidic (9.2-17.4 g/Kg of lactic acid) (Chammas *et al.*, 2006a).

In Sardinia, gioddu is produced either using sheep or goat milk (Ortu *et al.*, 2007). Milk is boiled, cooled to 30-40 °C and mixed with "madrighe", which is some gioddu from the previous day's production (20 g madrighe/ 1000 g milk). Inoculated milk is left for 3-7 hours in a metallic container, covered with a woolly tissue, until it acidifies. Then, gioddu is cooled and ready to be consumed (Agency Laore Sardegna, 2009; Kurmann *et al.*, 1992).

Ayran is a yogurt-based, salty drink, widely consumed in Turkey especially in summer season (Altay *et al.*, 2013). It is defined by Turkish Food Codex as "a drinkable fermented product prepared by the addition of water to yogurt or by the addition of yogurt culture to standardized milk" (Turkish Food Codex, 2001). When ayran is homemade prepared, water (*c.* 50%) is simply mixed with yogurt (*c.* 50 %), and salt (0.5-1.0 %) until the mixture has become homogeneous and drinkable (Koçak and Avsar, 2009). At the industrial scale, ayran can be produced either by the addition of starter culture to milk that is previously diluted with water and standardized (method

A) or by the addition of water to yogurt (method B) (Figure 3) (Altay *et al.*, 2013; Kabak and Dobson, 2011; Koçak and Avsar, 2009).

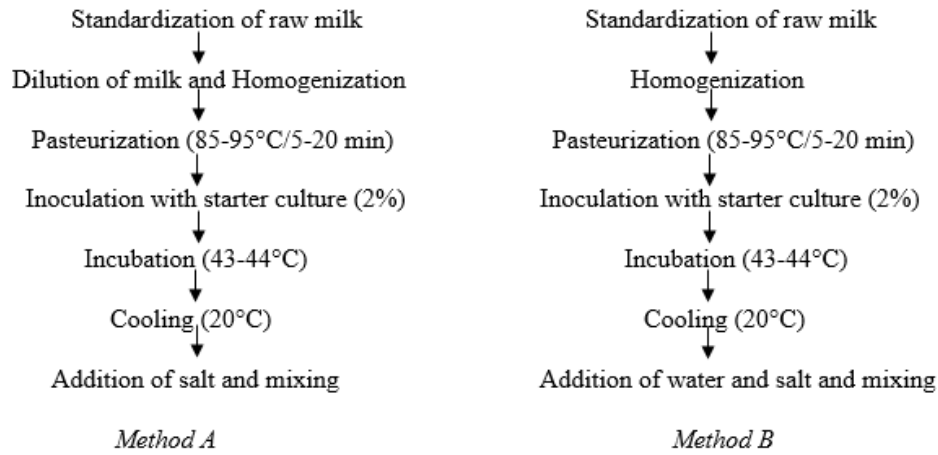


Figure 3. Manufacturing industrial Ayran

**Figure 3. Manufacturing industrial ayran**

Kocak *et al.* (2006) did not report any significant differences in the composition of ayran from both production methods. Accordingly, average ayran composition was as follows (g/100 g): total solids 8.3 %, fat 1.6 %, protein 2.26-2.28 %, salt 0.65-0.66 %, lactic acid 0.56 %, and pH 4.15-4.17 (Kocak *et al.*, 2006). The composition of ayran microflora is similar to the microbiota of yogurt used for its production. At the industrial scale, starter culture is used; therefore, the produced ayran contains only the yogurt bacteria inoculated (*S. thermophilus* and *Lb. delbrueckii* ssp. *bulgaricus*) (Koçak and Avsar, 2009). However, homemade ayran is a less stable product with a high risk of contamination. *Kluyveromyces* spp. and *Saccharomyces* spp. are the major contaminants (Koçak and Avsar, 2009) in addition to coliforms (Patir *et al.*, 2006). The shelf life of ayran is limited to 10 to 15 days at 4 °C (Altay *et al.*, 2013).

Ayran is susceptible to textural instability and serum separation, due to its low viscosity and high acidity (Koçak and Avsar, 2009). Köksoy and Kılıç (2003) reported that serum separation was increased during storage when using a high level of added water and salt. Serum separation has been prevented by using hydrocolloid stabilizers (pectin, guar gum, and gelatin); however, the amounts used were found to be limited by their effects on the flavor of ayran (Koksoy and Kilic, 2004).

## 1. Synthèse bibliographique

Iben is a traditional fermented milk, in the North African countries (Morocco, Algeria and Tunisia), highly appreciated by consumers for its fresh and sour taste (Claps and Morone, 2011). Raw milk - usually cow's milk- is left at ambient temperature during 24 to 72 hours (depending on the season) until its spontaneous coagulation. The curd obtained by fermentation is called "rayeb" and must be churned for 30 to 40 minutes (Benkerroum and Tamime, 2004). Churning is manually done in a goat or sheep skin called "Chekoua", until the coalescence of fat particles that form the traditional butter "zebda beldia." After butter extraction, the residual thick liquid is called "Iben", which is a low-fat product beneficial for health.

The average composition of traditional Iben is as follows (g/Kg): dry matter (70.54), total nitrogen (32.10), fat (3.5), ash (7.28) and lactic acid (6.55) (Samet-Bali *et al.*, 2010). However, these values vary according to the milk used (species, stage of lactation, feed) (Benkerroum and Tamime, 2004). The typical organoleptic characteristics of Iben are mainly related to the activity of indigenous mesophilic lactic acid bacteria that produce aromatic components such as ethanol, acetaldehyde, acetoin and diacetyl (Claps and Morone, 2011; Samet-Bali *et al.*, 2010).

In Upper Egypt, another naturally soured milk "laban khad" is produced. Raw milk is poured into a goat or sheep skin bag called "kerbah" and left undisturbed for a few days until its coagulation. Similarly to Iben, the curd is churned to extract the butter and obtain the residual liquid called "laban khad" (Abou Donia, 1999). A variant of laban khad exists in Lower Egypt called "laban rayeb". Farmers put fresh milk in a deep earthenware pot (Matrad or Shalia) and leave it in a warm (20-25 °C) dark place. The fat rises and forms a layer on top, while milk coagulation takes place underneath, within 24-36h during summer and 2-4 days during winter. The fat layer is used for butter production and remaining curd is called "laban rayeb" (Abou Donia, 1999; Abou-Donia, 1996).

A summary of the microbial diversity in terms of lactic acid bacteria of the above mentioned fermented milks is shown in Table 2. Mesophilic lactic acid bacteria (LAB), essentially *Lactococcus* and *Leuconostoc* species, were the main micro-flora responsible for the spontaneous lactic acid fermentation of Iben and laban khad that occurs at ambient temperature. Whereas thermophilic LAB (mainly *S. thermophilus* and *Lb. delbrueckii* ssp. *bulgaricus*) prevailed in the yogurt-like products (laban, laban zabady and gioddu).

**Table 2.** Microflora of some Mediterranean fermented milks

Product name	Country	Lactic acid bacteria	Fermentation conditions	References
Lben	Morocco	<i>Lactococcus lactis</i> ; <i>Lactobacillus plantarum</i> ; <i>Leuconostoc mesenteroides</i> ; <i>Leu. pseudomesenteroides</i> .	Spontaneous/ Mesophilic (around 30°C)	(Ouahghiri <i>et al.</i> , 2009)
laban khad	Egypt	<i>Lc. lactis</i> ssp. <i>cremoris</i> ; <i>Leu. mesenteroides</i> ssp. <i>dextranicum</i> ; <i>Lactobacillus casei</i> ssp. <i>casei</i> , <i>plantarum</i> and <i>brevis</i> .	Spontaneous/ Mesophilic	(Abd-El-Malek, 1978)
laban	Lebanon	<i>Streptococcus thermophilus</i> ; <i>Lb. delbrueckii</i> ssp. <i>bulgaricus</i>	Back-slopping/ Thermophilic (around 45°C)	(Chammas <i>et al.</i> , 2006b)
laban Zabady	Egypt	<i>S.thermophilus</i> , <i>Lc. garvieae</i> , <i>Lc. raffinolactis</i> , <i>Lc.lactis</i> , <i>Leu. citreum</i> , <i>Lb. delbrueckii</i> ssp. <i>bulgaricus</i> and <i>Lb. johnsonii</i> .	Back- slopping/ Thermophilic	(El-Baradei <i>et al.</i> , 2008)
Gioddu	Sardinia, Italy	<i>Lb. bulgaricus</i> ; <i>S. thermophilus</i> ; <i>Lc. lactis</i> ; <i>Enterococcus faecalis</i> ; <i>E. faecium</i> ; <i>Lb. reuteri</i> ; <i>Lb. paracasei</i> ; <i>Lb. plantarum</i>	Back- slopping/ 30-40°C	(Arrizza <i>et al.</i> , 1983; Ortu <i>et al.</i> , 2007)

### 1.1.3.2. Concentrated/strained yogurt

Concentrated or strained yogurt, called labneh in the Middle East and "Greek yogurt" in Europe and in USA, is a fermented milk with a semi-solid texture, firmer than yogurt. It is produced by straining yogurt in cloth bags until reaching a total solids content of 21 – 23 % (Chandan and Kilara, 2013; Tamime and Robinson, 2007). Nevertheless, this method is slow, unhygienic and produces low yield because of residues left in the bag (Tamime and Robinson, 2007).

Thus, new technologies for producing strained yogurt, such as ultrafiltration (UF) and reverse osmosis (RO), are now proposed as a better alternative to the traditional labneh-making process. Accordingly, Ozer *et al.* (1999) compared the nutritional value of labneh produced by traditional method and by these technologies. Traditional and UF treated labneh exhibited higher protein (9.2 % and 8.8-9 %, respectively) and fat contents (9.18 % and 8.2-8.45 %, respectively) than RO treated labneh (protein 6.38-6.82 %; fat: 6.25-6.6 %), while the latter samples had much higher lactose content. In fact, lower molecular mass compounds (e.g. lactose and minerals) are lost through cloth bags and UF membranes, while protein and fat are retained in labneh. Conversely, all compounds were concentrated with RO treatment in proportion to the concentration factor. UF

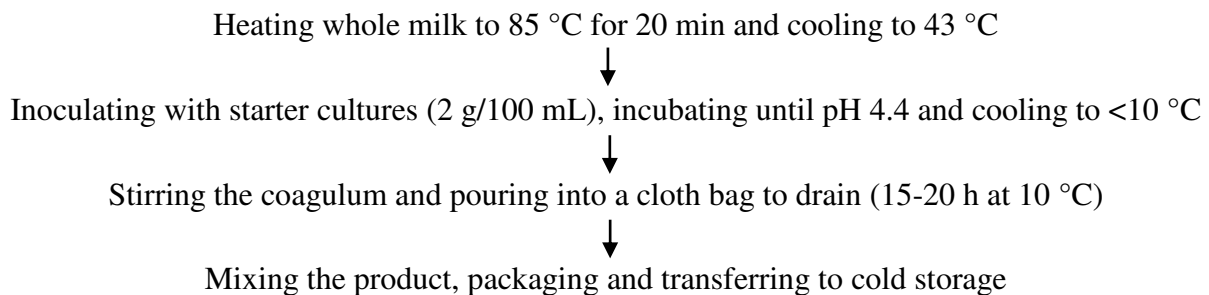
treatment seems to be an appropriate method for the large-scale production of labneh, since it gives higher yield, while in traditional method the yield is low due to some residues left in the bag (Nsabimana *et al.*, 2005; Özer and Robinson, 1999).

A wide variety of concentrated fermented milks exists in the Mediterranean countries under several names (Table 3), but with a manufacturing process similar to labneh (Tamime and Robinson, 2006) (Figure 4).

**Table 3.** Concentrated yogurts in the Mediterranean region

Traditional name	Country	Dry matter (%)	Fat (%)	Proteins (%)	Ash (%)	References
	Lebanon	26	10	-	-	(LIBNOR - Lebanese Institute for Standards, 1999)
labneh	Jordan	22.7	9	9.14	1.35	(Abu-Jdayil <i>et al.</i> , 2002)
	Egypt	25.26	9	11	0.85	(Salem <i>et al.</i> , 2013)
Süzme yoğurt , Torba	Turkey	17.90-26.44	5.51-11.61	5.73-8.57	0.65-1.48	(Funda Sömer, 2012)

Labneh is mainly produced in Lebanon and other Mediterranean countries by adding salt to laban and draining in bags up to 12-18 hours (Tamime and Robinson, 1999) in order to obtain a strong and consistent mass (Figure 5). *S. thermophilus* and *Lb. delbrueckii* ssp. *bulgaricus* are the classical starter cultures employed in labneh production (Tamime and Robinson, 2007). Labneh has a short shelf-life even if kept under refrigeration (2 weeks at 7 °C) (Nsabimana *et al.*, 2005).



**Figure 4.** General flow diagram for labneh production



**Figure 5.** Labneh

### **1.1.3.3. Solid fermented milks**

Shanklish is a solid fermented milk known in the Middle East (Syria, Turkey and Lebanon), especially consumed in Lebanese and Syrian mountainous regions (Addas *et al.*, 2012). Defatted yogurt (by adding water and churning) is heated until formation of a precipitate. After collecting the precipitate, it is seasoned with salt and thyme or Aleppo pepper and shaped into balls. Then, shanklish balls are sun-dried and left to ripen in earthenware jars for several weeks at ambient temperature (Figure 6) (Toufeili *et al.*, 1995).



**Figure 6.** Shanklish

The variations of shanklish chemical composition according to milk type are presented in Table 4 (El Mayda, 2007; Toufeili *et al.*, 1995).

**Table 4.** Shanklish composition

Type of milk	Moisture (%)	Ash (%)	Fat (%)	Proteins (%)	pH	References
Goat (Syria)	30.2	7	5.4	46.6	4.5	(El Mayda, 2007)
Goat (Lebanon)	58.91	3.08	4	31.37	-	
Sheep (Lebanon)	55.97	2.99	6.1	32.15	-	(Toufeili <i>et al.</i> , 1995)
Cow (Lebanon)	59.75	2.93	2	32.99		

#### **1.1.3.4. Dried fermented milk-cereal mixtures**

Dried fermented milk-cereal mixtures are prepared from yogurt and cereals allowed to ferment together, shaped into balls and sun-dried. They are widely consumed in the Middle East. Kishk is a traditional product known in Lebanon, Syria, Egypt and Jordan. tarhana is consumed in Greece and Turkey, and xinochondros is known in Crete, Greece (İbanoğlu and Maskan, 2002).

Kishk is a dried mixture of fermented milk and cereal, widely consumed from eastern Mediterranean to Indian sub-continent (Tamime *et al.*, 1997a). It is typically prepared from yogurt (cow, goat, sheep or buffalo milk), parboiled cracked wheat (bulgur) (ratio bulgur: yogurt 1:4) and salt. Kishk ingredients are kneaded daily for up to 6 days at 35 °C in order to complete the fermentation and conditioning period. Afterwards, the dough is shaped into balls, placed on trays, and dried in the sun for up to 7 days. The dried mixture is finally milled at granaries (Tamime *et al.*, 2000; Tamime and O'Connor, 1995). Dried kishk is not hygroscopic and can be stored in an open jar for two years without spoilage (Figure 7). Kishk is consumed as a soup after reconstitution with boiling water.



**Figure 7.** Kishk

Tarhana plays an important role in the Turkish diet, due to its high nutritional value and long shelf life (Tamer *et al.*, 2007). It is a dried fermented milk made of wheat flour, yogurt and other secondary ingredients (yeast, tomatoes, onions, salt and spices, etc.). Wheat flour can be substituted by corn flour, barley, soy or chickpeas (Ozdemir *et al.*, 2007). tarhana is mainly consumed as a thick soup after reconstitution with hot water (Bilgiçli *et al.*, 2006; Daglioğlu, 2000). Tarhana ingredients are kneaded together to form a consistent dough that is allowed to ferment at room temperature in a closed container. The fermentation period ranges from 1 to 7 days depending on the desired organoleptic properties (Tamer *et al.*, 2007). The dough obtained after fermentation called "wet tarhana" is dried in thin layers or balls in the sun, to obtain the "dry tarhana" that will be ground into granules with a diameter <1 mm (Figure 8) (Gurbuz *et al.*, 2010).



**Figure 8.** Tarhana



Tarhana, similarly to kishk, is not a favorable environment for pathogens growth due to its acid pH and low water content (Table 5). tarhana can be stored without spoilage for 1-2 years (Ozdemir *et al.*, 2007).

**Table 5.** Composition of kishk and tarhana

	Total solids (%)	Protein* (%)	Carbohydrates (%)	Ash* (%)	Fat* (%)	Salt* (%)	pH	
Traditional kishk	91.63	17.75	68.75	7.03	6.39	2.84	3.77	(Tamime <i>et al.</i> , 1999a)
Laboratory-made kishk	90.9	21.1	66.1	6.1	6.7	3.2		(Tamime <i>et al.</i> , 2000)
tarhana	88.32	14.93		4.56	5.1	3.86		(Tamer <i>et al.</i> , 2007)

\*on dry matter basis

The microbial flora of tarhana includes lactic acid bacteria (*Lb. delbrueckii* ssp. *bulgaricus* and *S. thermophilus*) and yeast (*S. cerevisiae*), which are mainly responsible for the formation of lactic acid and ethanol (Daglioğlu, 2000). Other lactic acid bacteria such as *Lb. plantarum*, *Lb. casei* ssp. *pseudoplantarum*, *Lb. helveticus*, *Lb. brevis*, *Lb. acidophilus*, *Lb. casei* *Lc. lactis*, *Lc. lactis* ssp. *lactis* biovar. *diacetylactis*, *Leu. cremoris*, *Leu. mesenteroides* ssp. *mesenteroides*, *Pediococcus pentosaceus* and *P. acidilactici* were also isolated during tarhana fermentation (Daglioğlu, 2000; Erten and Tanguler, 2010; Settanni *et al.*, 2011).

The xinochondros is a traditional fermented milk in Crete similar to tarhana. It is made from fermented sheep milk mixed with cracked wheat called “chondros”. The mixture is then sun dried for storage before consumption. The average chemical composition in g/100 g xinochondros is: 92.61% total solids, 17.84 % protein, 11.79 % fat, 5.3 % ash, 57.69 % carbohydrates, and 3.09 % salt (Anifanatkis *et al.*, 2004).

#### 1.1.4. Mediterranean white brined cheeses

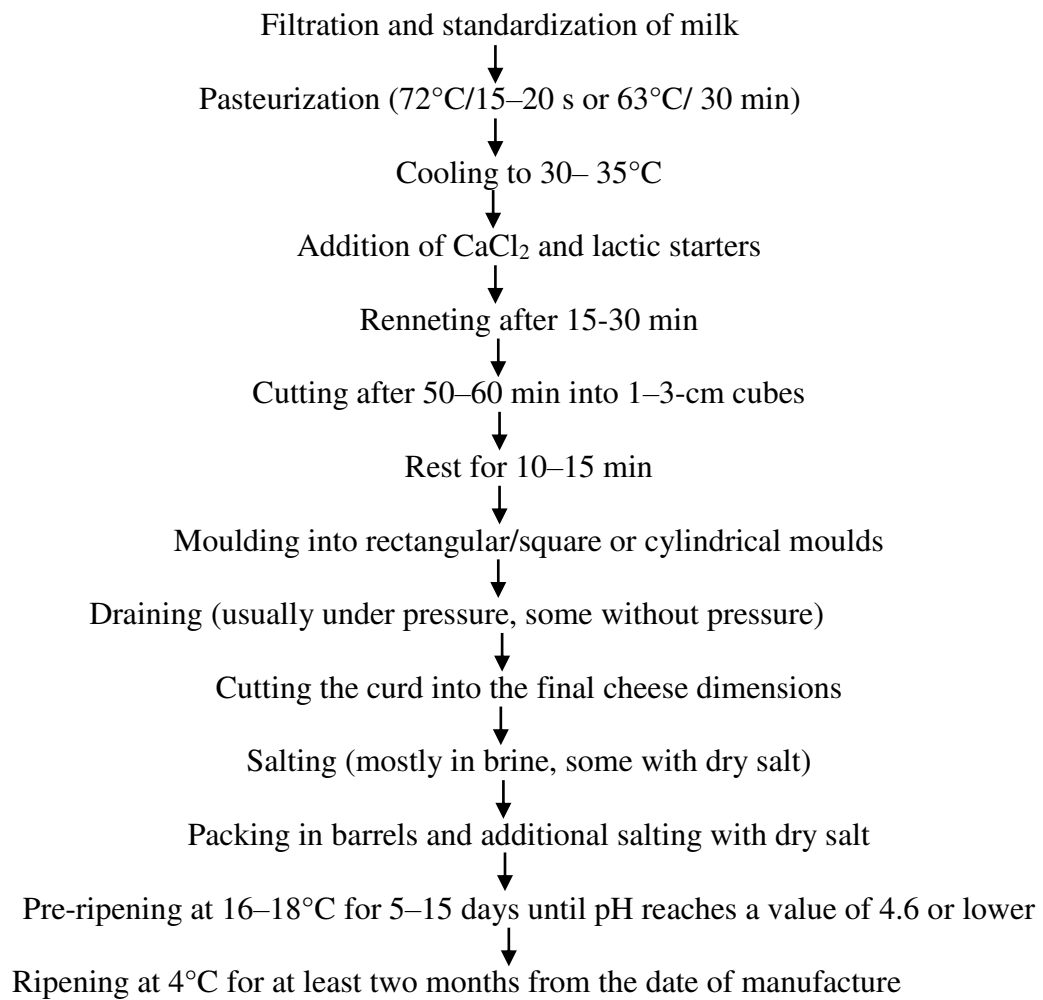
White brined cheeses are mainly produced in the Middle East, Balkans countries and along the shores of the Mediterranean (Hayaloglu *et al.*, 2008; Robinson and Tamime, 1996). They exist under different names according to each country, such as: feta, teleme, batzos (Greece), beyaz

## 1. Synthèse bibliographique

peynir, edirne peyniri, urfa (Turkey), halloumi (Cyprus), akkawi (Lebanon, Syria), domiati (Egypt), nabulsi (Palestinian territories, Jordan), mohant (Slovenia), pljevaljski, polimsko vasojevaski, ulcinjski (Montenegro) and travnicki/vlasicki (Bosnia-Herzegovina) (Alichanidis and Polychroniadou, 2008; Hayaloglu *et al.*, 2002).

They are traditionally made from ewe's milk (feta, beyaz peynir, halloumi, etc.), goat milk, or buffalo's milk (domiati), but recently the use of cow's milk or mixtures of milks has increased (Hayaloglu *et al.*, 2008). However, buffalo, ovine and caprine milk are preferred because their fat does not contain carotenoids and gives a pleasant white color to final product (Anifantakis and Moatsou, 2006; Gursoy *et al.*, 2013).

Although it is difficult to give a single flow chart for all white brined cheeses, Alichanidis and Polychroniadou (2008) proposed a simplified one (Figure 9) highlighting the basic steps of preparing brined cheeses.



**Figure 9.** A general flow-chart for white brined cheeses

**1.1.4.1. Similarities and differences**

All of these cheeses are characterized by a slightly acidic and salty taste due to their ripening and storage in brine (Hayaloglu *et al.*, 2008), but they somewhat differ in respect of manufacturing protocols, composition and organoleptic properties (Alichanidis and Polychroniadou, 2008).

For example, the manufacturing technology of teleme and beyaz peynir cheese differs of that used for feta in the procedure of draining and salting. Feta cheese is left at 16-18 °C for 20 h to allow whey drainage, unlike beyaz peynir and teleme cheese, where pressure is applied on the curd for 3-6 h at 19-21 °C to enhance draining. Moreover, feta cheese blocks are dry salted at 16-18 °C for 2 days and pre-ripened in barrels filled with brine solution (6-8 % salt w/w) for two weeks at 16-18 °C until pH drops to 4.4-4.6 and moisture is lower than 56 %. Finally, feta cheese is transferred to refrigerated stores and left for ripening at least 2 months at 4 °C. As for beyaz peynir, cheese blocks are salted in brine (14-16 % salt w/w) for 6-12 h at 15-16 °C and finally ripened in tinned cans filled with brine (14 -16 % salt w/w) for 30-60 days at 12-15 °C (Anifantakis and Moatsou, 2006; Hayaloglu *et al.*, 2002). However, teleme cheese blocks are directly immersed after draining in brine solution (14 % brine NaCl, w/w) for 16 h at 18-20 °C and then dry salted (1.5% salt w/w) for 48 h at 19 °C. Salted blocks are transferred to brine tins (5 % salt w/w) in ripening rooms (18-20 °C) until their pH and moisture decreases to 4.6 and 56% and finally stored at 2-3 °C (Mallatou and Pappa, 2005).

As for domiati cheese, it is a particular white brined cheese in Egypt that is salted at the very first step in its manufacture. According to the new Egyptian standards, milk is heated to 80 °C and salted (Abou-Donia, 2008). The proportion of salt (5 to 14 % w/w) depends on season and cheese ripening temperature (El-Baradei *et al.*, 2007). After renneting, coagulation takes place at 38 °C for 2-3 hours. The curd is then transferred in moulds lined with coarse cloth to facilitate whey exudation during 12-24 hours. The cheese may be consumed fresh or held in a salty whey for 4-8 months (Abou-Donia, 2008).

On the other hand, halloumi, akkawi and nabulsi are other cheeses varieties, placed in the family of white brined cheeses, following their basic cheesemaking process, but some of their characteristics are quite unique.

In particular, halloumi cheese is produced as follows: after pasteurization, milk is cooled and coagulated by rennet for 30 min. Then, the coagulum is cut into cubes that are allowed to rest for 10 min and pressed into blocks. Finally, the pressed blocks are boiled in whey for 1 h, drained,

cooled, and stored in whey brines (12% NaCl) for 40 days at 15-20 °C (Papademas, 2006; Papademas and Robinson, 1998).

Akkawi is prepared similarly to halloumi, but the resulting curd is wrapped in a cheesecloth and left to drain under progressive pressure. After whey drainage, cheese is directly immersed in brine solution (10 % salt w/w), where it is kept until its consumption (Tannous, 1996). akkawi cheese is commonly consumed as fresh cheese (Kamleh *et al.*, 2014; Robinson and Tamime, 1996). As for nabulsi cheese, it has a specific flavor due to the addition of mastic (*Pistacia lentiscus*) and ground seeds of mahlab (*Prunus mahaleb*) to the milk after warming it to about 33-35 °C. Then, milk is rennetted and set for 30-45 min until curd formation. The obtained curd is cut into cubes and slightly drained before transferring it to a cheese cloth for a further drainage under pressure during 2 hours. Pressed nabulsi is cut into small rectangular blocks, dry salted (3 % salt w/w) and left to rest for 3-6 h. Finally, blocks are boiled in brine (18-20 % NaCl) until they float (5-10 min), before cooling and storing in brine (18 %) at room temperature for one year (Al-Dabbas *et al.*, 2014; Al Rabadi, 2009; Tannous, 1996).

### **1.1.4.2. Chemical composition of white brined cheeses**

The chemical composition of Mediterranean white brined cheeses (Table 6) varies owing to different factors such as: type and source of milk used, animal feed, manufacturing method, temperature of ripening, ripening duration, storage conditions, degree of whey drainage and/or curd pressing, and existing or proposed legal standards (Al-Dabbas *et al.*, 2014; Tannous, 1996). However, cheeses ripened in brine for 2-3 months (feta, beyaz peynir, etc.) seem to slightly have lower pH and moisture values than akkawi and nabulsi (brined for few days), owing to the acidity development throughout ripening, and to water loss related to salt uptake from the brine (Alichanidis and Polychroniadou, 2008).

**Table 6.** Chemical composition of some Mediterranean white brined cheeses

	Moisture (%)	Protein (%)	Fat (%)	pH	Salt (%)	References
Teleme (60 days old)	56.63	16.14	20	4.45	3.56	(Mallatou and Pappa, 2005)
Halloumi (mature)	34.9	22.8	31.8	4.6	3.8	(Papademas and Robinson, 2000)
Feta (60 days)	56.49	16.18	23	4.45	2.19	(Kondyli <i>et al.</i> , 2012)
Beyaz peynir (mature)	58.4	14.5	22.8	4.57		(Kayagil and Candan, 2009)
Domiaty (3 months old; without starter culture)	60.20		22.1	5.25	3.4	(Ayad, 2009)
Nabulsi (freshly brined)	61.1	13.6	17.2	6.45		(Al-Dabbas <i>et al.</i> , 2014)
Akkawi (48 h of storage in brine)	61.03	15.74	19.5			(Kamleh <i>et al.</i> , 2014)

#### 1.1.4.3. Microflora of white brined cheeses

Nowadays, most of the brined cheeses are produced with pasteurized milk with added starter cultures that predominate in fresh cheese and increase rapidly during the first days and the ripening in the warm room (16-18 °C). The main species of starter flora used to obtain optimum rate of acidification and flavor development are *Lc. lactis* ssp. *lactis*, *Lc. lactis* ssp. *cremoris*, *Lb. casei*, *E. faecalis* var. *liquafaciens*, and *Leu. paramesenteroides*, in addition to yogurt starter cultures (*Lb. delbrueckii* ssp. *bulgaricus* and *S. thermophilus*) (Özer, 2014). Later on, these populations decline, because of the low pH and high salt-in-moisture values of the cheese throughout maturation, and are gradually replaced by salt-resistant nonstarter lactic acid bacteria (Alichanidis and Polychroniadou, 2008; Bintsis and Papademas, 2002).

For example, in feta cheese, mesophilic lactococci, thermophilic cocci and thermophilic lactobacilli increased during dry room ripening (first 16 days) but significantly declined during cold room ripening, while *Lb. plantarum* predominated during the ripening period (Manolopoulou *et al.*, 2003). Rantsiou *et al.* (2008) isolated from feta cheese using molecular methods the following lactic acid bacteria (LAB) species: *Lb. plantarum*, *Lb. brevis*, *Lb. coryniformis* and *Lb. fermentum*. In addition, the main species of yeasts found were *Kluyveromyces lactis*, *Pichia*

*fermentans* and *C. zeylanoides*. LAB evolution in teleme cheese is comparable to that in feta, since *Lb. plantarum* is the prevalent species with the progress of ripening, while Lactococci and Leuconostocs are present until the age of up to 75 and 30 days, respectively (Tzanetakis and Litopoulou-Tzanetaki, 1992).

Similarly, the microbial flora of beyaz peynir was initially dominated by *Lc. Lactis*, but at the end of ripening stage, *Lb. plantarum*, *Lb. casei*, *Lb. fermentum* and *Lb. brevis* predominated (Karakuş *et al.*, 1992). Changes in the lactic acid microflora during ripening of halloumi cheese were also reported: *Enterococcus faecium* predominated the microflora of fresh ovine halloumi, while *Lb. cypricasei*, *Lb. brevis* and *E. faecium* were prevalent in the mature halloumi. As for yeasts, *Candida boidinii*, *Candida versatilis*, and *Pichia membranaefaciens* replaced *Candida parapsilosis* and *Debaromyces hansenii* detected in the fresh halloumi (Papademas and Robinson, 2000).

As for domiati cheese, the dominant lactic acid bacteria (LAB) identified by El-Baradei *et al.*, (2007) were as follows: *Leu. mesenteroides*, *Lc. garvieae*, *Aerococcus viridans*, *Lb. versmoldensis*, *Pediococcus inopinatus*, and *Lc. lactis*.

#### 1.1.4.4. New trends and improvements of white cheeses manufacturing

The majority of white brined cheeses are nowadays produced from pasteurized milk with added starter cultures to meet the contemporary demands of cheeses with standard quality and safety (Alichanidis and Polychroniadou, 2008). In addition to the popular starter cultures used, some brined cheeses were successfully supplemented with probiotic bacteria without any negative effects on cheese components, texture and taste (Kılıç *et al.*, 2009; Yerlikaya and Ozer, 2014). Though, probiotic strains must be salt-tolerant and incorporated into cheese milk in a protected form (i.e., microencapsulation) to reduce the negative effects of salt and acidity in cheese matrix (Özer, 2014).

Furthermore, since the reduction of sodium intake is a major public health concern (hypertension, cardiovascular disease, etc.), several studies were conducted to partially substitute NaCl by less harmful salts such as KCl. Kamleh *et al.* (2014) reported that a partial substitution of NaCl by KCl (70% NaCl, 30 % KCl brine) is advisable in cheese industry since it didn't affect negatively the acceptability of akkawi cheese. Also, nabulsi and halloumi cheese were stored in brine solutions partially substituted with KCl, and no significant effect on their chemical composition or texture profile characteristics was recorded (Ayyash and Shah, 2011, 2010).

### **1.1.5. Cheeses ripened in animal skin bags**

Some cheeses ripened in animal skin bags are also known in the Mediterranean region, such as tulum cheese in Turkey, darfiyeh in Lebanon, bouhezza in Algeria and touloumissio in Greece. Their manufacturing methods are rigorously artisanal and closely associated with their production territory (Serhan *et al.*, 2009).

tulum Cheese is one of the most popular Mediterranean cheeses ripened in skin bags. Tulum initially means in Turkish “goat’s or sheep’s skin bag” that was used to preserve cheese in the past due to the absence of alternative packaging materials (Hayaloglu *et al.*, 2007). After straining milk through a cloth, it is heated to 35-40 °C, renneted and left for 1-2 hours to coagulate. The obtained curd is transferred to a cloth, pressed and fragmented by hand into small pieces. Then, cheese is placed again in the cloth for a further drainage and salted (3-5 %). Finally, tulum cheese is pressed into a skin bag until it is full and left to ripen for 3-4 months in caves (5-10 °C/ 75-80 % relative humidity) (Kamber, 2007a).

Bouhezza is another particular cheese because all the stages of its production (coagulation, salting, draining and ripening) occur simultaneously in a permeable goat skin bag called “Chekoua” (Aissaoui Zitoun and Benatallah, 2011). The cheese-making process is based on lben and raw milk regular additions to the Chekoua for 70 days. During the first 50 days, 1-2 L of lben are added daily into Chekoua, then, raw milk is added instead of lben for 20 days (Aissaoui Zitoun *et al.*, 2012).

As for darfiyeh production, raw goat milk is warmed to 35 °C and renneted to obtain coagulation within 60-90 min. The resulting curd is cut crossways into cubes to facilitate whey draining; the latter will be then used to produce whey cheeses. After draining the coagulum, cheese balls are formed. The goatskin is filled with darfiyeh cheese balls and whey cheeses and hermetically sealed. Ripening and storage of darfiyeh takes place in natural cellars (10-12 °C/85-95 %) for 1-3 months while salting periodically (Hosri and El Khoury, 2004; Serhan *et al.*, 2010). Touloumissio is a cheese manufactured from raw milk and the milk is curdled as for feta. However, after salting and ripening, touloumissio cheese is cut into small pieces and ripened in skin bags (Litopoulou-Tzanetaki and Tzanetakis, 2011).

#### **1.1.5.1. Chemical composition of cheeses ripened in animal skin bags**

An average physico-chemical composition of these specific cheeses produced in different countries is shown in Table 7. The differences observed concerning water content could be related

to the drainage procedure; darfiyeh and tulum are drained and pressed before their ripening, while bouhezza's draining and ripening occur at the same time, which may result in a lower whey exudation. As for fat content, the daily incorporation of lben- low fat product- to produce bouhezza cheese will necessarily lead to a low fat content.

**Table 7.** Composition of some cheeses ripened in animal skin bag

	pH	Moisture (%)	Fat in DM (%)	Protein in DM (%)	References
Bouhezza (70 days old)	4.19	64.02	40.30	46.69	(Aissaoui Zitoun <i>et al.</i> , 2012)
Darfiyeh cheese (60 days old)	4.99-5.06	49.71-54.15	42.24-43.47	31.21-40.91	(Serhan <i>et al.</i> , 2010)
Tulum cheese (120 days old)	4.83-4.86	34.47-40.94	58-59.52	32.51-33.49	(Hayaloglu <i>et al.</i> , 2007)

#### **1.1.5.2. Microflora of cheeses ripened in animal skin bags**

The bacterial ecosystem of bouhezza cheese was essentially constituted of lactobacilli, lactococci and enterobacteria populations, which increased with the successive addition of lben and raw milk (Aissaoui Zitoun and Benatallah, 2011). Among the present species, *Lc. lactis*, *Lb. plantarum*, *Leu. cremoris* and *Leu. mesenteroides* were identified through temporal temperature gradient gel electrophoresis (TTGE) technique (Aissaoui Zitoun *et al.*, 2012).

Similarly, lactococci were prevalent in tulum cheeses during the first ripening month, and were progressively replaced by lactobacilli. The predominant species were *Lb. casei* ssp. *casei*, *Lb. plantarum*, *Lc. lactis* ssp. *lactis*, *Lc. lactis* ssp. *cremoris* and *Leu. mesenteroides* ssp. *cremoris* (Öksüztepe *et al.*, 2005).

Serhan *et al.* (2009) studied the evolution of microbial counts throughout darfiyeh's ripening, and noted that total mesophilic aerobic counts reached a maximum after 20 days of ripening, and slightly decreased by 60 days. Whereas halophilic bacteria, (mainly Micrococcaceae) reached maximum counts at 20 days, but completely disappeared at the end of ripening by 60 days. Despite the variability of microbial counts throughout the production, the following species were identified: *S. thermophilus*, *E. faecium*, *E. durans*, *E. faecalis*, *E. malodoratus*, group D



*Streptococcus* spp., *Lc. lactis* ssp. *lactis*, *L. lactis* ssp. *cremoris*, *Lb. plantarum*, *Lb. curvatus*, *Staphylococcus haemolyticus*, *Escherichia coli* and *Clostridium* spp.

### 1.1.6. Fresh cheeses

Fresh cheeses are defined as unripened cheeses ready for consumption immediately after their production; they are manufactured by coagulation of whey, milk or cream, while using acid, a combination of acid and rennet, or a combination of acid and heat (Chandan, 1996; Schulz-Collins and Senge, 2004).

#### 1.1.6.1. Whey fresh cheeses

Whey cheeses are popular cheeses in the Mediterranean basin, traditionally prepared by heating whey, or a combination of whey and milk, until the formation of a curd that floats to the surface (Nobile *et al.*, 2009). ricotta and mejetta (Italy), lor Cheese (Turkey), brocciu (Corsica), manouri, myzithra and anthotyros (Greece) and anari (Cyprus) are examples of this type of cheeses (Irkin, 2011; Kamber, 2007b; Litopoulou-Tzanetaki and Tzanetakakis, 2011).

Ricotta is the most important, and well-known, whey cheese in the world. Whey is heated gradually to 80-85 °C under constant stirring; the small flakes that appear on the surface are collected in molds and left to drain for 8-24 h in cool rooms (4 °C) (Pintado *et al.*, 2001; Pirisi *et al.*, 2011). The precipitation of casein may be sometimes improved by adding organic acids. For instance, lor Cheese is obtained by precipitating whey left over from the production of other cheeses and lemon or citric acid may be sometimes added. However, lor cheese is drained into a fine cloth bag, and then pressed for approximately 4 hours. Finally, it is lightly salted, pressed into containers and stored in refrigerator until consumption (Çardak, 2012; Kamber, 2007b).

The differences in whey cheeses' composition (Table 8) are mainly related to the type of whey used, therefore the type of cheese that it results from, and to the manufacturing method (adding milk, drainage, salting, etc.) They are characterized by a high moisture content, a high pH (> 6.0) and a low salt content. Hence, they have a limited shelf life, even under refrigeration and are very susceptible to microbial spoilage, especially by molds, yeasts and Enterobacteriaceae (Lioliou *et al.*, 2001; Pintado *et al.*, 2001).

**Table 8.** Composition of some whey cheeses

	Moisture (g/100 g)	Protein (g/ 100 g)	Fat (g/100 g)	Salt (%)	References
Fresh ricotta	74.59	10.9	9.08		(Borba <i>et al.</i> , 2014)
Myzithra	66	10.5	18.5	1.15	(Dermiki <i>et al.</i> , 2008)
Anthotyros	65.5	12.5	17.5		(Papaioannou <i>et al.</i> , 2007)
Lor	64.42-65.44	10.51-10.69	15.5-16	3.65-3.79	(Temiz <i>et al.</i> , 2009)

The heat treatment of whey considerably reduces its microbial diversity; however, contamination from the environment can still occur. Lioliou *et al.* (2001) reported that enterobacteriaceae, yeasts (*Debaryomyces hansenii*, *Pichia membranefasciens* and *Pichia farinose*) and staphylococci constituted a significant part of manouri's microflora and that their growth was stimulated by the high pH values of manouri (> 6); these results suggest possible contamination from the cheesecloths during draining. As for anthotyros cheese, *E. faecalis* and *Leu. paramesenteroides* were the species most frequently found, in addition to *Lc. lactis* ssp. *lactis*, *E. faecium* and *Leu. Paramesenteroides* (Kalogridou-Vassiliadou *et al.*, 1994).

Under aerobic conditions, fresh whey cheeses are very susceptible to spoilage usually in less than 7 days, while under vacuum packaging their shelf life is extended to 20-30 days (Papaioannou *et al.*, 2007). Thus, attention is nowadays focused on finding alternative methods to preserve and ensure safety of these products. Modified atmosphere packaging (MAP) with 95% of CO<sub>2</sub> was successfully used to prolong the shelf life of ricotta and slow down the growth of spoilage microorganisms (Nobile *et al.*, 2009). Another study showed that coating ricotta cheese with a chitosan/whey protein edible film reduced microbial growth and extended its shelf life under modified atmosphere without affecting its sensory characteristics (Di Pierro *et al.*, 2011). Similarly, the shelf life of myzithra and anthotyros was extended by approximately 20 days, when packed under MAP with the following mixtures (60:40 CO<sub>2</sub>:N<sub>2</sub>) and (70:30 CO<sub>2</sub>:N<sub>2</sub>) (Dermiki *et al.*, 2008; Papaioannou *et al.*, 2007). Finally, Temiz *et al.* (2009) proved that lor cheese packed

under MAP conditions (60:40 and 70:30 CO<sub>2</sub>:N<sub>2</sub>) retained good characteristics for 45 days of storage.

### 1.1.6.2. Milk-based fresh cheeses

When milk is used to produce fresh cheeses, the manufacturing principles are roughly the same despite small details that differ among cheeses and countries of production. Thus, milk is left at ambient temperature to precipitate spontaneously or following the addition of acid to produce cheeses like jben (Maghreb region), çökelek (Turkey), karish (Egypt), katiki, galotyri (Greece), mató (Spain). Jben is produced by leaving raw milk at room temperature for 24-72 hours until it sours and coagulates. Then it is left in a cloth bag to drain for 2-3 days before cutting, salting and conditioning (Benkerroum and Tamime, 2004; Ouadghiri, 2009). Similarly for katiki's production, pasteurized milk is left to coagulate at 20 to 22 °C with or without adding rennet, drained in a cloth bag and stored at 4-5 °C (Kagkli *et al.*, 2009). Also, çökelek's production presents many resemblances with jben and katiki, since milk (whole-fat or skimmed) is left for a day at room temperature to turn sour. However, sour milk is set to precipitate at 40-45 °C and citric acid or a squeeze of lemon are added. Finally, the collected precipitate is drained in a cloth bag, salted and consumed fresh (Çardak, 2012; Kamber, 2007b). As for galotyri, pasteurized milk is placed in a clay vessel at room temperature for 24 h, salted with 3.5-4% NaCl, and left for two more days to sour. Occasionally, rennet and or lactic culture may be added before salting. The obtained curd is then drained in cloth bags or wooden barrels (Kondyli *et al.*, 2008; Ministerial Decision No. 313031, 1994). The shelf-life of galotyri cheese is 14-15 days under refrigeration (Kallinteri *et al.*, 2013).

However, for karish cheese, whey is not drained in a cloth bag similarly to other fresh cheeses. Laban Rayeb (naturally soured in an earthenware) is poured onto a mat made of reed for few hours to allow drainage. Then, two edges of the mat are tied together for a further drainage during two or three days until the desired texture of cheese is obtained. Karish cheese is finally cut, dry salted and left in the mat for a few more hours before its consumption as fresh cheese (Abou-Donia, 1996).

Fresh karish cheese can be used to manufacture a very particular Egyptian cheese "mish cheese". After cutting karish cheese into cheese cubes and putting them in a large earthenware pot called 'Ballas' or 'Zallaa', the spaces between cubes are filled with milk or 'laban khad'. Salt (10 %) is

added to the above media in addition to other additives, oriental spices and medicinal plants (red pepper, hot pepper, paprika, black pepper, aniseed, cumin fennel, thyme, etc.). Some old Mish is also incorporated as a natural starter. The spiced milk covering the curd should reach the neck of the Ballas that will be covered with a palm leaf sheath and a piece of cloth, and finally sealed with a mud paste. The hard paste keeps the contents under partially anaerobic conditions during ripening, which requires one year of storage in a warm place (Abou-Donia, 1996).

The composition of some Mediterranean fresh cheeses is reported in Table 9. Unlike fresh whey cheeses, galotyri and similar cheeses have a low pH (around 4) owing to the use of naturally soured milk. Besides, karish cheese had the lowest water (72.1 %) and fat content (0.5 %), due to the tightened reed mat used to enhance whey drainage, and to the incorporation of laban Rayeb that is a defatted milk.

**Table 9.** Composition of some fresh cheeses

	Moisture (%)	Fat (%)	Protein (%)	NaCl (%)	pH	References
Galotyri (with starter culture and rennet)	74.1	10.8	9.78	1.56	4.39	(Kondyli <i>et al.</i> , 2008)
Karish	72.1	0.5	23.2		4.21	(Ahmed <i>et al.</i> , 2005)
Çökelek	72.85	5.33		1.64	4.34	(Simsek and Sagdic, 2012)

### **1.1.6.3. Cream-based fresh cheeses**

Mascarpone is a particular Italian cheese prepared by heating cream (up to 90 °C) and adding acid with continuous stirring until the coagulation of the matrix. The coagulum obtained is drained for about 20 h before being consumed. Mascarpone’s shelf life is very limited due to the contamination that may occur during the long draining period (Hinrichs, 2004).

### **1.1.7. Conclusion**

While producing fermented milks and cheeses was the only way in the past to preserve milk for a longer period, under the hot climate of the Mediterranean region, it became nowadays a high-tech industry. In fact, lot of empirical knowledge concerning fermentation and cheese making was

## *1. Synthèse bibliographique*

transferred from one generation to another, and then progressively improved with mechanized processing equipment to suit the preferences of Mediterranean consumers.

Developments concerned essentially manufacturing conditions (e.g., milk quality, commercial starter cultures, monitoring fermentation/ripening conditions, cold storage), but they are now focused on improving the nutritional quality of these products (e.g., probiotics, partial substitution of NaCl) and extending their shelf life. However, the distinctive flavor and local characteristics of each cheese variety must be considered when optimizing any manufacturing process, to avoid losing the product's specificity and authenticity.

## 1.2. Les produits laitiers traditionnels Libanais

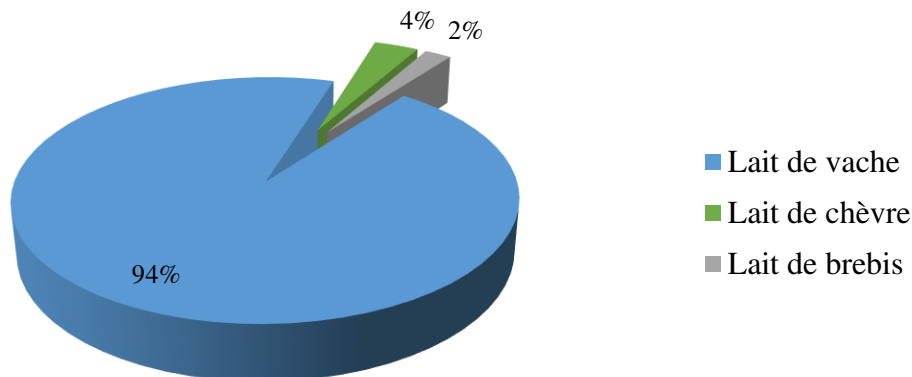
Le terroir libanais est riche en produits laitiers traditionnels tels que les laits fermentés et les fromages blancs, dont la fabrication est fondamentalement ancrée dans la culture et le patrimoine culinaire.

Dans cette partie de la revue bibliographique seront présentés les produits laitiers typiques, qui reflètent l'identité des territoires dont ils sont issus, leur richesse et leur biodiversité, ainsi que les traditions et le savoir-faire de leurs habitants.

### 1.2.1. La filière lait au Liban

#### 1.2.1.1. Production laitière au Liban

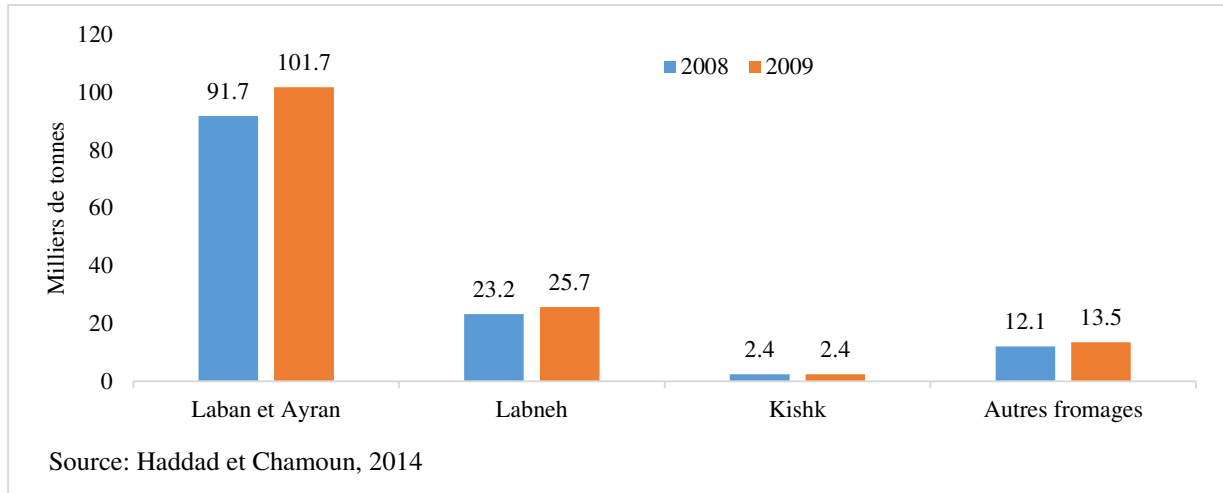
La production annuelle de lait au Liban a atteint 389 051 tonnes en 2013 (FAO, 2015). Cette production est concentrée dans la plaine de la Béqaa, et elle est surtout marquée par l'utilisation de lait de vache tant pour la consommation directe que pour la production de yaourts et de fromages (Figure 10).



Source: FAO, 2015

**Figure 10.** Production de lait bovin, ovin et caprin au Liban en 2013

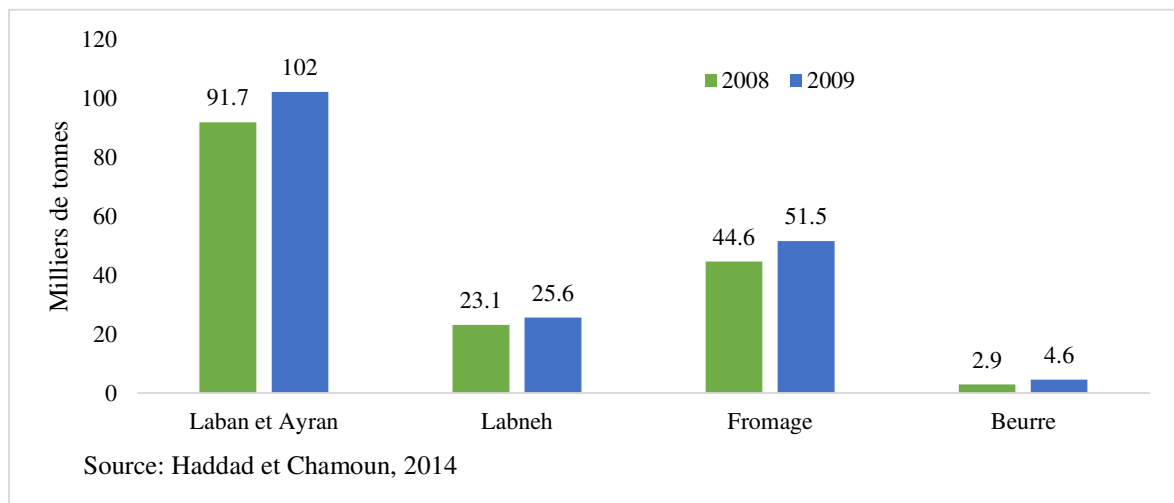
La moitié du lait produit est essentiellement transformée en laban (yaourt) et labneh (yaourt égoutté) alors que le reste est utilisé pour la production de fromages blancs (double crème, akkawi, etc.) et autres dérivés laitiers comme le kishk et le shanklish (Figure 11) (Haddad et Chamoun, 2014; Kamleh, 2005).



**Figure 11.** Production locale de produits laitiers au Liban en 2008 et 2009 (en milliers de tonnes)

### 1.2.1.2. Consommation de lait et produits dérivés

Le lait et ses dérivés constituent une partie importante du régime alimentaire libanais avec une consommation moyenne de 101,2 kg/hab/an en 2011 (FAO, 2015). Le laban et l’ayran sont les principaux produits consommés partout dans le Liban (Figure 12). Toutefois, cette consommation varie selon l’âge, le sexe, la région et la saison (Arja *et al.*, 2001). Notamment, la consommation de lait liquide est beaucoup plus élevée chez les enfants que chez les adultes qui préfèrent la consommation de produits laitiers tels que le laban, le labneh et les fromages. D’autre part, la consommation de lait et de produits laitiers est plus poussée chez les femmes libanaises (66 %) que chez les hommes (60 %).



**Figure 12.** Consommation locale de produits laitiers en 2008 et 2009

En outre, la consommation de lait nature et de produits laitiers faits maison (laban, labneh, fromage baladi, kishk, etc.) est plus élevée dans le milieu rural, que dans le milieu urbain où la gamme des produits laitiers importés (yaourt fruité, fromage affiné, crème fraîche...) est plus grande. Enfin, le facteur saison influe sur la consommation des produits laitiers, où les produits frais (yaourt fruité, ayran, laban) sont privilégiés en été, par rapport aux plats chauds à base de lait (soupe de kishk) consommés surtout en hiver dans les régions montagneuses (Arja *et al.*, 2001).

### **1.2.1.3. Atouts et défis**

La filière laitière s'est développée au cours des dernières années au Liban grâce à l'appui du Ministère de l'Agriculture, et surtout grâce à des investissements du secteur privé, notamment dans les activités de transformation (Haddad et Chamoun, 2014). Cependant, plusieurs contraintes existent au niveau de l'organisation et du contrôle de la filière, et limitent ainsi sa compétitivité. En effet, les producteurs de lait souffrent de la forte concurrence des produits importés, du coût de production élevé, et de la limitation des marchés d'exportation qui subissent toujours les conséquences des crises régionales (Rozelier, 2015). En outre, certaines laiteries sont encore artisanales ou semi-artisanales, souffrant d'un manque d'expertise au niveau qualité et sécurité, et fonctionnant en majorité à un niveau familial et traditionnel (Dib *et al.*, 2008).

### **1.2.1.4. Le marché de produits laitiers libanais**

Selon El Balaa (2009), les produits laitiers traditionnels libanais peuvent être classés en trois catégories en fonction de leur durée de conservation :

- a- Courte durée : le lait et ses produits fermentés comme le laban et le labneh qui ont des durées de vie assez courtes aux alentours de 10 jours.
- b- Moyenne durée : le fromage akkawi et son sous-produit basé sur le sérum (fromage Double crème) qui peuvent être préservés plus longtemps dans une solution d'eau salée et dans un environnement réfrigéré.
- c- Longue durée : cette catégorie inclut le shanklish et le kishk. Le shanklish est un lait fermenté solide et épicé, alors que le kishk est un lait fermenté séché à base de yaourt et de boulgour, ayant une texture poudreuse et consommé sous forme de soupe ou de petites pizzas (Manakish) en garniture avec des légumes.



### 1.2.2. Produits laitiers traditionnels

La fabrication de produits laitiers libanais implique souvent des techniques héritées de père en fils, avec des méthodes de fabrication qui diffèrent d'une région à une autre. En effet, chaque producteur possède son tour de main et son savoir-faire qu'il tire de ses propres conditions de fabrication, enrichissant ainsi les saveurs de ces produits de subtiles nuances.

Bien que la majorité de ces produits soit disponible partout au Liban (laban, labneh, fromage baladi, etc.), il existe des produits spécifiques à une ou plusieurs régions à l'instar du fromage darfiyeh au Nord du Liban, de l'ambarise dans la Béqaa et du serdalli au Mont Liban (Chouf).

#### 1.2.2.1. Laban

Le laban est le produit laitier le plus consommé au Liban, avec une moyenne de 20 kg /an par habitant, fabriqué tant au niveau artisanal que dans les industries laitières (Zeineddine et Nassif, 2010). Au niveau industriel, sa fabrication ressemble à celle du yaourt en ensemençant le lait pasteurisé (90 °C - 98 °C) avec des souches bien déterminées de bactéries lactiques (*Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus bulgaricus*) à 45 °C, en vue de l'obtention d'un produit standard et à qualité constante.

Cependant, la diversité organoleptique de ce laban industriel est minime en comparaison avec celle du laban traditionnel. Le consommateur libanais privilégie les produits au goût distingué et saveur typique, et préfère ainsi le laban fabriqué traditionnellement, par inoculation avec une culture de yaourt produit la veille (Chammas *et al.*, 2006a). Cette technique met en valeur les bactéries lactiques thermophiles indigènes du laban qui sont responsables de sa saveur caractéristique (Wouters *et al.*, 2002). Chammas *et al.* (2006b) ont isolé 96 souches de bactéries lactiques (*Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus bulgaricus*) qui contribuent à la production de composés aromatiques du laban : l'acétaldéhyde et les acides organiques sont en majorité fabriqués par *L. bulgaricus*, alors que l'acétoïne et le 2,3-butanedione sont produits par *S. thermophilus*.

La composition du laban est très variable entre les régions libanaises (Tableau 10), en fonction de facteurs liés à l'animal (sa race, la période de lactation et l'alimentation animale) et d'autres liés à la production. En particulier, l'inoculum utilisé (artisanal ou industriel) et sa concentration, les conditions de production (traitement thermique, température et durée d'incubation) et de stockage influent significativement sur les propriétés physico-chimiques et sensorielles du laban (Martin *et al.*, 1999). Notamment, la viscosité apparente du laban traditionnel est plus faible que celle du

laban industriel, et ceci est intimement lié à l’ajout de poudre de lait dans la fabrication du laban dans les laiteries (Zeineddine et Nassif, 2010).

**Tableau 10.** Composition chimique du laban

Région de production	pH	Acidité (%)	Teneur en matières sèches (%)	Protéines (% MS)	Lipides (% MS)	Référence
Sud	4,21	1,36	11,78	17,82	27,16	(Hajj Semaan <i>et al.</i> , 2011)
Béqaa	4,19	1,44	10,25	20,92	14,34	
Nord	4,32	1,1	12,48	33,73	44,07	

Au niveau de la qualité microbiologique du laban, la forte contamination du laban traditionnel par les coliformes et les staphylocoques, témoigne d’un non-respect des bonnes pratiques d’hygiène chez les producteurs artisanaux et d’une insuffisance du traitement thermique du lait, ce qui compromet la santé du consommateur libanais (Zeineddine et Nassif, 2010).

#### **1.2.2.2. Labneh**

Élément central du patrimoine culinaire libanais, le labneh est un lait fermenté et égoutté (jusqu’à 23 à 25 % d’extrait sec), fabriqué à base de lait de vache ou de chèvre (Haddad et Chamoun, 2014; LIBNOR,1999). Dans les zones rurales, il est très courant de faire soi-même son labneh, en éliminant le sérum par décantation naturelle dans des sacs en toiles pendant 24 à 48 h (Figure 13), pour augmenter la matière sèche du produit et sa concentration en acide lactique.



**Figure 13.** Egouttage du labneh dans des sacs en toile

## 1. Synthèse bibliographique

La composition du labneh produit à partir de lait de vache, à teneur normale ou réduite en matières grasses est présentée dans le Tableau 11 (Abou Jaoude *et al.*, 2010). Toutefois, le type de lait utilisé influe significativement sur les propriétés physico-chimiques et microbiologiques du labneh, ainsi que sur ses caractéristiques organoleptiques. Selon Serhan et Mattar (2015), le labneh préparé à base de lait de chèvre est plus acide avec une teneur plus élevée en eau, cendres et lipides que celui préparé à base de lait de vache. De plus, l'analyse sensorielle a montré que le goût de labneh produit avec du lait de chèvre tout seul a été moins accepté par les consommateurs, que lorsqu'il est fait avec du lait de vache ou un mélange lait de vache (60 %) et chèvre (40 %). En effet, les préférences du consommateur libanais pour le labneh légèrement acide auparavant, ont évolué au fil des ans vers des variantes aux saveurs plus neutres (Haddad et Chamoun, 2014).

**Tableau 11.** Composition chimique du labneh

	Teneur en eau (g / 100 g)	Lipides (g / 100 g)	Protéines (g / 100 g)	Cendres (g / 100 g)
labneh entier	78,6	8,8	8,9	1
labneh demi-écrémé	79,2	4,3	10	1
labneh écrémé	85,8	0,6	10,1	0,9

### 1.2.2.3. Fromage baladi et ses dérivés

- **Fromage baladi**

Le fromage baladi est un fromage traditionnel consommé frais, à base de lait de vache, de chèvre ou brebis, à pâte molle et homogène, facile à découper (Haddad et Chamoun, 2014).

A l'origine, ce fromage était préparé avec du lait cru, conçu pour être consommé frais très peu de temps après sa préparation. Toutefois, de nombreux cas d'intoxication alimentaire et d'infections telles que la brucellose ont été associés à la consommation de ce type de fromage, ce qui a poussé les producteurs à pasteuriser le lait (Alwan *et al.*, 2010; Tannous, 1996).

Le fromage baladi est préparé par addition de présure à 35 °C à un lait pasteurisé (60 °C pendant 30 min, pasteurisation basse température), provoquant ainsi la coagulation enzymatique des caséines directe sans aucune adjonction d'additifs (culture bactérienne ou chlorure de calcium) (Dib *et al.*, 2008). Le caillé est ensuite collecté, découpé en cubes et façonné à la main en formes de boules de 10 cm de diamètre (Figure 4). Les boules de fromage sont ensuite transférées dans

## ***1. Synthèse bibliographique***

des moules et laissées s'égoutter sans pression, avant d'être conservées dans une saumure (20 % sel) (Zouhairi, 2005).

Selon Dib *et al.* (2008), le fromage baladi est caractérisé par une faible acidité et une teneur en eau élevée par rapport aux autres fromages libanais, du fait de l'absence de toute pression pour drainer le lactosérum (Tableau 12). Au niveau des analyses microbiologiques, le fromage baladi a toujours été associé à des risques pathogènes (*Salmonella*, *Listeria* et coliformes) principalement liés à un manque d'hygiène de manipulation du fromage durant sa production (Dib *et al.*, 2008; Zouhairi, 2005).



**Figure 14.** Fromage baladi

- **Akkawi**

Le fromage akkawi est un fromage frais, qui se présente sous forme de blocs blanchâtres conservés en saumure, avec une texture lisse et semi ferme (Figure 15). La fabrication de l'akkawi est similaire à celle du fromage baladi : le lait est pasteurisé (à 60 °C pendant 30 minutes, ou 72 °C pendant 15 s), refroidi à environ 35 °C et emprésuré.



**Figure 15.** Fromage akkawi

Le coagulum obtenu est ensuite découpé et légèrement drainé, avant d'être placé en petites portions (150 à 250 g) dans des toiles, et mis sous pression pendant 1 heure pour éliminer le lactosérum. La conservation des blocs de fromages se fait dans une saumure de 10 % à 4 °C (Abou Jaoude *et al.*, 2010; Ayyash *et al.*, 2012).

La conservation du fromage akkawi dans une solution de saumure est une étape essentielle pour la préservation de sa qualité. Cependant, plusieurs études ont cherché des alternatives à l'utilisation du chlorure de sodium (NaCl) dans la saumure, à cause de la relation existant entre la consommation de sel (sodium) et l'hypertension alimentaire (Ayyash *et al.*, 2012).

Kamleh *et al.* (2014) ont étudié l'effet de la substitution partielle de NaCl par le chlorure de potassium (KCl) sur l'acceptabilité du fromage akkawi. Les résultats ont montré que l'utilisation d'une saumure (70 % NaCl, 30 % KCl) à la place de la saumure normale semble être une alternative intéressante, puisqu'elle n'a pas affecté négativement les propriétés physico-chimiques et organoleptiques du fromage akkawi.

- **Fromage Double crème**

Pour tirer le meilleur profit de la fabrication de certains fromages (baladi et akkawi), les producteurs utilisent le lactosérum récupéré lors de la transformation pour en faire un sous-produit, le fromage Double crème (Figure 16).



**Figure 16.** Fromage Double crème

En effet, le lactosérum obtenu est mélangé avec du lait (frais ou en poudre) et chauffé à 90 - 95 °C en présence d'acide citrique. Après coagulation, le flocculat qui se forme à la surface est écumé, placé dans une toile et pressé pendant 1 heure avant d'être conservé dans une saumure (Abou Jaoude *et al.*, 2010).

- **Karisheh**

A l'instar du Double crème, le karisheh est un autre sous-produit découlant de la fabrication du baladi et akkawi. C'est un fromage de lactosérum, consommé frais et souvent avec du miel (Figure 17).



**Figure 17.** Karisheh

Le lactosérum est chauffé à 90 °C pendant 30 min avec ajout de 10 % du volume de lait et d'acide citrique jusqu'à coagulation. Le flocculat recueilli, contrairement au Double crème, n'est pas pressé

dans des toiles ni conservé dans une saumure, mais plutôt recueilli manuellement et égoutté à travers une passoire couverte d'un tissu propre (El Balaa, 2009; TerCom project/IAM Bari, 2008).

**Tableau 12.** Composition chimique des fromages baladi, akkawi, double crème et karisheh

<b>Fromage</b>	<b>pH</b>	<b>Teneur en eau (%)</b>	<b>Protéines (% MS)</b>	<b>Lipides (% MS)</b>	<b>Références</b>
Baladi	6,45	70	18,87	12,65	(Dib <i>et al.</i> , 2008)
akkawi	5,89	62	21,63	14,34	(Dib <i>et al.</i> , 2008)
Double crème	6,34	56	24,35	3,26	(Dib <i>et al.</i> , 2008)
Karisheh	6,10- 6,13	59,25 – 65,25	-	12,29-14,89	(Serhan et Mattar, 2013)

#### **1.2.2.4. Mshalalli ou mujaddal**

Le mshalalli ou mujaddal est un fromage blanc salé, à pâte filée et composé de fins brins tressés ensemble. Sa forme particulière en tresse (Figure 18) et sa texture élastique le rendent différent des autres types de fromages blancs. Le lait est chauffé à 40 °C et emprésuré : le coagulum obtenu est ensuite découpé en petits morceaux et égoutté à travers un tissu en mousseline. Le coagulum drainé est laissé s'acidifier jusqu'à atteindre un pH proche de 5,2 et fusionner en une masse continue. Cette dernière est découpée et chauffée dans de l'eau (à 70 - 75 °C) jusqu'à l'obtention d'une masse plastique prête à l'étirement. La pâte obtenue est alors étirée, mise en forme de boucle, et divisée en des brins minces (mshallali) ou épais (mujaddal) qui seront noués à une extrémité et tressés pour donner la forme finale du fromage. Enfin, le fromage est placé dans l'eau froide, conservé à la température de réfrigération pendant une nuit pour consolider sa forme avant de le conserver dans une saumure (15 %) (Tannous, 1996; Toufeili et Özer, 2006).



**Figure 18.** Mujaddal

#### **1.2.2.5. Serdalli, ambarise ou labnet el-jarra**

C'est une variété de fromage de chèvre qui présente un goût très caractéristique ainsi qu'une technique de fabrication unique. Il s'agit du même produit connu sous plusieurs noms selon sa région d'origine: serdalli au Chouf (Mont Liban), labnet el-jarra (Béqaa du Nord) ou ambarise (ouest de la Béqaa) (Hajj Semaan *et al.*, 2011). La façon traditionnelle consiste à mettre du lait de chèvre cru et salé (2.5 % sel) dans de grandes jarres en terre cuite (Figure 19), munies de trous à 2 cm du fond et de le laisser coaguler tout seul, grâce à la présence d'une flore ambiante permettant l'acidification et donc la coagulation.. Deux semaines après, le lactosérum est évacué par le trou de la jarre, et la couche superficielle constituée d'une flore fongique est éliminée.



**Figure 19.** Production du serdalli dans des jarres en terre cuite



## 1. Synthèse bibliographique

Cette procédure de rajouter du lait cru salé et d'éliminer le lactosérum et la surface constituée d'une flore fongique est répétée 3 à 4 fois avant de fermer la jarre pendant plusieurs mois. Le coagulum est ensuite récupéré (Figure 20), mis dans des sacs en toile pour sécher pendant 24 – 48 heures, et conservé soit dans de l'huile d'olive soit dans de la saumure. De nos jours les jarres en terre cuite sont substituées par des barils en plastique pour des raisons économiques, hygiéniques et pratiques (El Daher, 2010; Hajj Semaan *et al.*, 2011; Serhan et Mattar, 2013).



**Figure 20.** Serdalli récupéré

Toutefois, la composition chimique du serdalli (Tableau 13) et sa flore lactique diffèrent d'une production à une autre, à cause de la variation des propriétés du lait, de la quantité du sel ajoutée, de la durée d'affinage et de ses conditions (jarres ou barils).

**Tableau 13.** Composition chimique du fromage serdalli

pH	Teneur en matières sèches (%)	Protéines (% MS)	Lipides (% MS)	Références
2,91-3,0	37,15 - 41,84	30,23 - 32,93	6,57 - 14	(Hajj Semaan <i>et al.</i> , 2011)
3,5-3,76	28,09 - 38,51	-	4,52 - 9,66	(Serhan et Mattar, 2013)

Le taux élevé de matière sèche du serdalli est justifié par le fort égouttage qui dure pendant des mois. De plus, suite aux éliminations répétitives de la surface constituée d'une flore fongique du coagulum, la matière grasse flottante est perdue ce qui induit un écrémage indirect et appauvrit le serdalli en lipides (Hajj Semaan *et al.*, 2011; Serhan et Mattar, 2013).

### 1.2.2.6. Fromage darfiyeh

Le fromage darfiyeh fait partie intégrante du patrimoine culturel et historique de la région montagnarde du nord du Liban (Serhan, 2008). Sa production nécessite l'usage d'une peau de chèvre préalablement nettoyée et salée comme enceinte d'affinage. Ce fromage est un produit haut de gamme et il est considéré comme étant le plus cher des fromages du marché libanais.

Après avoir filtré le lait de chèvre cru, il est laissé coaguler à la température ambiante de 24 à 48 heures selon la saison, avant d'ajouter la présure. Suite à l'emprésurage (1-2 g de présure / 50 kg lait ; 40 min à 35 °C), on procède successivement au moulage (Figure 21), égouttage et salage du coagulum.



**Figure 21.** Moulage du fromage darfiyeh

Enfin, le coagulum est versé dans une peau de chèvre appelée « dariff », d'où le nom darfiyeh. Le lactosérum restant est chauffé et le solide coagulé « karisheh » (Figure 22) sera ajouté avec du sel au fromage déjà présent dans le dariff (Figure 23), en alternant les couches des 2 fromages. La peau de chèvre est ensuite fermée hermétiquement puis salée de l'extérieur et placée dans une cave naturelle (10 - 12 °C / 85 - 95 % d'humidité relative). L'affinage aura lieu pendant 1 à 6 mois avec un salage régulier (Hosri et El Khoury, 2004; Serhan *et al.*, 2010).



**Figure 22.** Extraction du solide coagulé à partir du lactosérum



**Figure 23.** Fromage darfiyeh dans la peau de chèvre avant son affinage

Plusieurs études ont été menées dans le but de valoriser le fromage darfiyeh, une tradition culinaire ancestrale en voie de disparition, en le caractérisant du point de vue physico-chimique et microbiologique dans le cadre d'un projet de création d'une appellation d'origine préservant l'authenticité de ce fromage (Hosri et El Khoury, 2004; Serhan, 2008; Serhan *et al.*, 2010, 2009)

## 1. Synthèse bibliographique

Selon Serhan (2008), le darfiyeh est un fromage de chèvre à pâte mi-dure, caractérisé par une protéolyse et lipolyse modérées. Après 60 jours d'affinage, le pH du darfiyeh est aux alentours de pH 5,0, et sa composition chimique varie dans les marges suivantes : teneur en eau (49,7 - 54,1 %), protéines (31,2 - 40,9 % MS) et lipides (42,2 - 43,5 % MS). De plus, l'arôme caractéristique du fromage darfiyeh est attribué à 16 composés volatils (alcools, aldéhydes et cétones), en particulier au 3-méthyl butanal, au 1-phenyl éthanol et au 1-octanol qui sont les plus abondants. Au niveau microbiologique, l'écosystème bactérien du darfiyeh au cours de l'affinage est constitué des espèces suivantes : *Lb. plantarum*, *Lb. curvatus*, *S. thermophilus*, *E. faecium*, *E. durans*, *E. malodoratus*, *Lc. lactis* subsp. *lactis* et *Lc. lactis* subsp. *cremoris*.

### 1.2.2.7. Shanklish

Le shanklish est un lait fermenté solide préparé à partir d'un yaourt écrémé et caillé à chaud. Le coagulum obtenu est transféré dans un sac en toile et laissé égoutter, avant d'être salé et façonné en boules. Ces boules sont enrobées de thym ou d'autres épices (poivre rouge, cumin, etc.) et séchées à l'air libre pendant environ trois jours. Ensuite, elles sont transférées dans des jarres et affinées pendant 20 à 30 jours, jusqu'à ce qu'elles soient complètement recouvertes de moisissures. A la fin de la période d'affinage, les boules de shanklish sont grattées pour éliminer les moisissures et généralement conservées dans de l'huile d'olive (Toufeili *et al.*, 1995). L'enrobage du shanklish avec le thym ainsi que son stockage dans l'huile d'olive permettent une meilleure conservation grâce à leurs effets inhibiteurs contre la croissance des agents pathogènes aérobies (Zouhairi *et al.*, 2010).

### 1.2.2.8. Kishk

Le kishk est un produit laitier présenté sous forme de poudre blanchâtre, à base de céréales et de yaourt. Ce dernier, mélangé au boulgour (ratio boulgour: yaourt de 1:4) et au sel, est laissé fermenter pendant 6 jours à 35 °C. Le kishk obtenu est façonné en boules et séché au soleil pendant 7 jours. Une fois sec, le kishk est broyé en poudre fine et tamisé avant d'être conditionné dans des sacs en toiles ou des bocaux en verre. Le séchage est une étape majeure dans la fabrication du kishk, permettant de prolonger sa durée de conservation et de le protéger de toute altération. Le kishk est généralement consommé sous forme de soupe (Figure 24) après reconstitution de la poudre avec de l'eau bouillante (Tamime *et al.*, 2000; Tamime et O'Connor, 1995).



**Figure 24.** Soupe de kishk

Le kishk est un aliment équilibré avec une excellente qualité de conservation, et bien adapté aux climats chauds par sa teneur en acide lactique (Bahnasawy et Shenana, 2004). C'est aussi une bonne source de vitamine B, de fer et de protéines (Tamime et O'Connor, 1995).

- **Variation au niveau des ingrédients du kishk**

Au cours des dernières décennies, plusieurs chercheurs se sont intéressés à substituer le boulgour par d'autres céréales dans la formulation du kishk, et à en étudier les effets sur les propriétés physico-chimiques et organoleptiques du produit fini. Notamment, Hassan et Hussein (1987) ont montré que le kishk à base de farine de pois chiche est une importante source de protéines (16,70- 25,80 %) et de fer (9 - 14 mg/100 g kishk).

D'autre part, l'utilisation du blé complet concassé à la place du boulgour semble être une alternative intéressante sans effets indésirables sur l'acceptabilité du produit final. En effet, cette substitution permet une meilleure utilisation des nutriments du grain de blé et améliore la disponibilité de certains minéraux (calcium, fer, magnésium et zinc). Au niveau sensoriel, le kishk à base de blé complet est plus acide, moins granuleux avec une couleur plus jaunâtre, sans aucune différence significative au niveau de l'acceptabilité par le jury (Toufeili *et al.*, 1999).

Le boulgour a aussi été substitué par d'autres céréales ou farines telles que l'avoine, l'orge et la farine de blé (Tamime *et al.*, 2000, 1997b). Le kishk à base d'avoine est une importante source de

$\beta$ -glucane, de fibres, d'acides gras mono-insaturés et de quelques minéraux. En outre, sa teneur en lipides est plus élevée que les autres types de kishk (Tableau 14), et la soupe est plus visqueuse, collante et moins granulée que la soupe de kishk préparée à base de boulgour. Au niveau sensoriel, l'utilisation de la farine de blé a induit une texture de soupe plus collante et visqueuse par rapport au kishk préparé à base de boulgour.

**Tableau 14.** Composition chimique de différents types de kishk en fonction de la céréale utilisée

Céréale utilisée	Teneur en eau (%)	Protéines (% MS)	Lipides (% MS)	Fibres (% MS)	
Avoine	8,02 - 8,38	20,36 - 20,61	9,28 - 10,71	6,6 - 7,14	(Tamime <i>et al.</i> , 1997b)
Orge	7,75 - 8,84	18,16 - 19,57	6,62 - 7,05	7,35 - 9,29	(Tamime <i>et al.</i> , 1997b)
Blé	8,86	20,32	6,42	8,98	(Tamime <i>et al.</i> , 1997b)
Farine d'avoine	10	19,1	9,8	5	(Tamime <i>et al.</i> , 2000)
Farine de blé	8,4	21,3	6,5	3,2	(Tamime <i>et al.</i> , 2000)

- **La production de kishk au Liban**

L'institut libanais de normalisation (LIBNOR) définit le kishk comme étant le produit issu du mélange de yaourt, de boulgour et de sel, séché et broyé. Il peut être fabriqué à partir du lait de vache, de chèvre, de brebis ou d'un mélange de ceux-ci. La teneur maximale en eau de la poudre de kishk est de 10 % et sa teneur minimale en acide lactique est fixée à 1,2 % (LIBNOR, 2002). Toutefois, le diagramme de fabrication du kishk proposé par Tamime et O'Connor (1995) ne peut pas être généralisé partout au Liban, puisqu'il ne tient pas compte des variations inter et intra-régionales concernant les conditions de production et les ingrédients utilisés.

Une enquête menée par Salameh (2012) a révélé des disparités significatives au niveau des méthodes de production entre les différentes régions libanaises (Mont Liban, Béqaa, Nord et Sud). En effet, il n'existe pas un seul diagramme de fabrication, mais plutôt des versions artisanales locales transmises à travers les générations et adaptées aux traditions de chaque région. En

## *1. Synthèse bibliographique*

particulier, les céréales utilisées (boulgour blanc ou brun) diffèrent entre les régions selon les préférences des consommateurs, les traditions régionales et la variété de blé disponible. Le boulgour brun dur provient du blé de la variété locale (Baladi) plantée dans quelques régions libanaises, alors que le boulgour blanc provient d'une variété importée (blé Salibi) plus répandue sur le marché (Figure 25).



**Figure 25.** Boulgour blanc dur (à gauche) et boulgour brun dur (à droite)

Le type de lait utilisé (lait de vache, de chèvre ou mélange des deux) dépend lui aussi des habitudes culinaires des consommateurs ainsi que du type d'élevage dominant dans la région: le lait de vache est surtout utilisé au Mont-Liban et au Nord du Liban, alors que le lait de chèvre est privilégié au Sud (Figure 26). En outre, certains producteurs au Nord du Liban utilisent les feuilles du pistachier trempées dans le yaourt comme condiments pour le kishk.

Le diagramme de production connaît aussi des fluctuations importantes entre les régions, surtout au niveau des conditions de fermentation et de séchage. Le ratio boulgour : yaourt varie entre 1:2 (Mont-Liban) et 1:4 (Sud), et la durée d'incubation initiale fluctue entre 1 et 3 jours. Contrairement à ce qui évoqué dans la littérature, le kishk libanais n'est pas uniquement fabriqué avec du yaourt (laban), mais aussi avec du yaourt égoutté (labneh) qui lui confère un goût distingué. Le labneh est ajouté quotidiennement au mélange boulgour-yaourt pendant 3 à 5 jours.



**Figure 26.** Variation des ingrédients utilisés dans la fabrication du kishk en fonction des régions libanaises

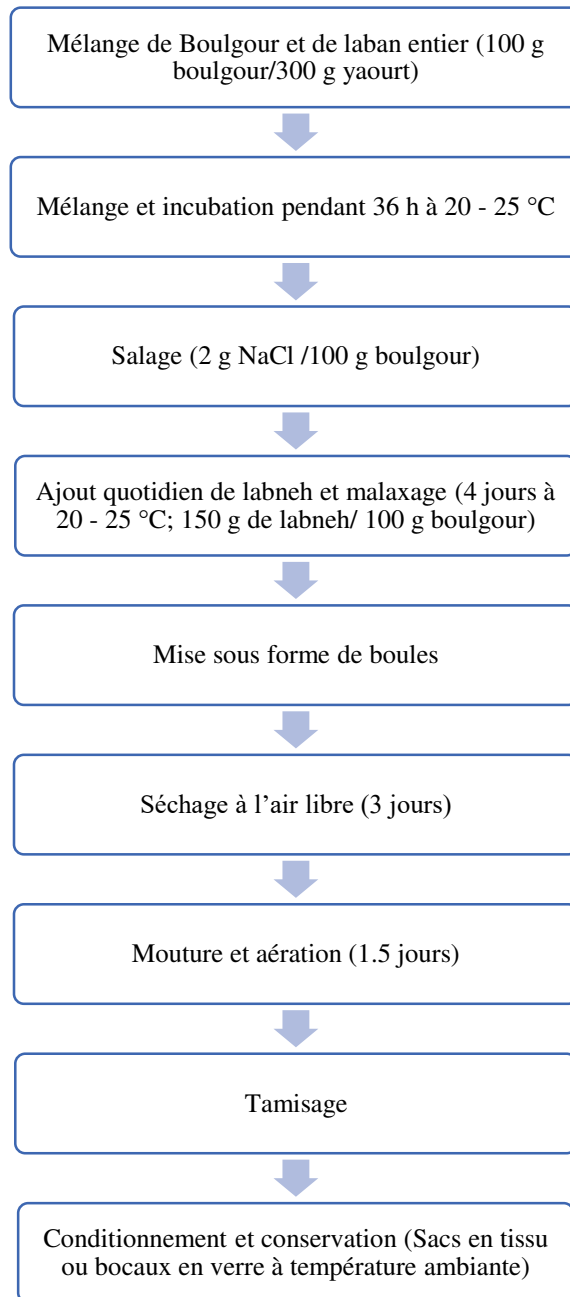
Traditionnellement, les boules de kishk sont laissées sécher à l'air libre sur des couvertures propres (Figure 27). La durée d'exposition au soleil varie entre 2 et 4 jours selon la région de production et les aléas climatiques. Toutefois, cette étape est cruciale dans la fabrication du kishk, et c'est surtout à ce stade-là que le risque de contamination microbienne ou physique existe. En effet, une forte contamination par *Staphylococcus aureus* et des bactéries anaérobies a été décelée dans les échantillons de kishk libanais (Salameh, 2012).



**Figure 27.** Séchage traditionnel des boules de kishk au soleil.



Toutes ces données présentées ont permis d'établir un schéma de fabrication standard du kishk (Salameh, 2012) (Figure 28). Ce dernier prend en considération les différentes versions existant au niveau des producteurs de kishk, et peut être proposé dans une démarche d'industrialisation.



**Figure 28.** Le diagramme de fabrication standard du kishk

- **Synthèse et positionnement de l'étude**

Les produits laitiers traditionnels constituent des richesses culinaires et culturelles pour les pays méditerranéens, et pour le Liban en particulier. Ainsi, les laits fermentés et fromages blancs traditionnels dérivent de méthodes de fabrication artisanales et ancestrales, et sont caractérisés par des qualités sensorielles typiques reflétant un savoir-faire particulier. Cependant, ces techniques de production artisanale induisent des risques sanitaires élevés, et compromettent la santé du consommateur. La nécessité d'améliorer la qualité sanitaire et nutritionnelle de ces produits traditionnels a abouti à une optimisation des techniques de fabrication et à une standardisation des procédés de plusieurs laits fermentés et fromages blancs (pasteurisation du lait, utilisation de ferments lactiques autochtones, conditionnement sous atmosphère modifiée, probiotiques, etc.).

Cependant, d'autres produits laitiers typiques, comme le kishk libanais, sont encore peu étudiés et moins valorisés. Les études sont limitées et ne mettent pas en valeur la variation des propriétés physico-chimiques, fonctionnelles, microbiologiques et sensorielles du kishk en fonction des méthodes artisanales utilisées pour sa préparation et des ingrédients mis en jeu. En outre, la qualité sanitaire de la poudre de kishk n'est pas maîtrisée, vu la méthode traditionnelle de séchage au soleil et les risques élevés de contamination microbiologique qui y sont liés.

Il était alors essentiel de caractériser la poudre de kishk traditionnel au niveau physico-chimique, microbiologique, rhéologique et sensoriel, et d'optimiser la technologie de sa transformation dans une démarche d'industrialisation. Cette dernière est primordiale afin de garantir un produit sain et stable, et d'améliorer sa compétitivité sur le marché libanais.

---

*Chapitre 2*

*Matériels et méthodes*

---

### 2.1. Echantillonnage

Vingt échantillons de kishk traditionnel ont été prélevés chez des producteurs répartis dans différentes régions libanaises (Béqaa, Mont Liban, Nord et Sud du Liban). La moitié des échantillons de kishk est fabriquée à base de lait de vache, et l'autre moitié est fabriquée soit à base de lait de chèvre (5 échantillons), soit à base d'un mélange de lait de vache et chèvre (5 échantillons). Quant au type de boulgour utilisé, deux échantillons sont préparés avec du boulgour brun, et le reste avec du boulgour blanc.

### 2.2. Composition chimique des poudres de kishk

La composition des échantillons de kishk (teneur en eau, cendres, protéines, lipides) est déterminée selon les méthodes de l'AOAC (Association of Official Analytical Chemists, 1995).

#### 2.2.1. Teneur en eau

La teneur en eau est mesurée par étuvage de 3 g de kishk à l'étuve à 105 °C jusqu'à stabilisation de la masse de l'échantillon, et par pesée suite au refroidissement dans un dessiccateur.

#### 2.2.2. Teneur en cendres

La teneur en cendres est mesurée après incinération de 3 g de kishk dans des creusets en porcelaine, placés dans un four à moufle à 550 °C jusqu'à l'obtention des cendres blanches et stabilisation de la masse.

#### 2.2.3. Teneur en protéines

La teneur en azote est déterminée selon la méthode Kjeldahl (Vapodest, Gerhardt GmbH & Co. KG, Königswinter, Allemagne), et convertie en teneur en protéines avec un facteur de conversion de 6,25, utilisé par Tamer *et al.* (2007) pour le tarhana, qui est un produit similaire au kishk, à base de yaourt et de farine.

#### 2.2.4. Teneur en lipides

La teneur en lipides a été calculée par différence de masse après extraction par la méthode Soxhlet, en utilisant un mélange de 1 : 1 (v:v) d'éther de pétrole et d'éther diéthylique comme solvant. Ensuite, le mélange de solvants est évaporé et les lipides extraits sont pesés.

### 2.2.5. Mesure du pH

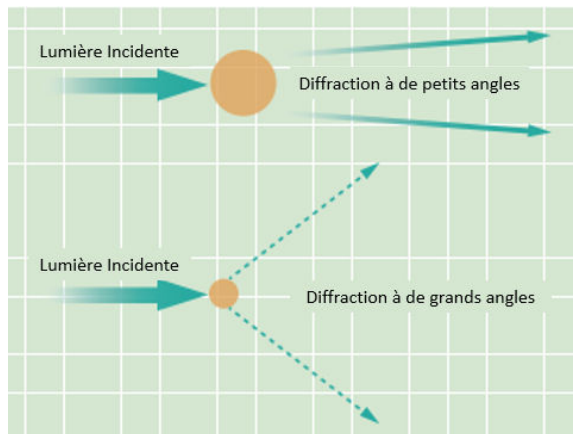
Enfin, le pH du kishk a été mesuré comme décrit par Ibanoglu *et al.* (1995) : 5 g de kishk sont mélangés avec 100 mL d'eau distillée pendant 3 minutes. La solution est filtrée à travers du papier filtre Whatman. Le pH de la solution obtenue a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre numérique (SI Analytics GmbH, Mayence, Allemagne).

### 2.3. Couleur

La couleur des poudres est évaluée en mesurant les paramètres  $L^*$  (luminance),  $a^*$  (balance rouge/vert) et  $b^*$  (balance jaune/bleu) définis dans le système CIELab, en utilisant un colorimètre (Datacolor international Microflash 2078S, Montreuil, France). Les échantillons de kishk sont répartis dans des boîtes de pétri transparentes. Après calibration de l'appareil, la cellule de mesure est directement positionnée sous la boîte de pétri contenant le kishk pour effectuer la mesure.

### 2.4. Distribution de taille de particules

Les distributions granulométriques des poudres sont déterminées à l'aide d'un granulomètre Mastersizer 3000 (Malvern Instruments, Worcestershire, Royaume Uni) en voie sèche (Aero S). Cet appareil est équipé d'un laser de type He/Ne d'une puissance de 5 mW et opérant à une longueur d'onde de 632,8 nm. Dans une mesure par diffraction laser, un faisceau laser traverse un échantillon de particules dispersées et l'intensité de la lumière diffusée est mesurée en fonction de variation angulaire. Une particule diffuse la lumière selon un angle inversement proportionnel à sa taille ; ainsi les grosses particules diffractent plus de lumière à de petits angles, et les petites particules diffusent moins de lumière à des angles plus importants (Figure 29).



**Figure 29.** Principe de fonctionnement du Mastersizer 3000

L'acquisition et l'analyse des données brutes sont réalisées à l'aide du logiciel de traitement spécifique à l'appareil. Les poudres sont dispersées sous 1,5 bar de pression. Les distributions de taille, le Span (Eq. 1) ainsi que les valeurs moyennes  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  et  $D_{90}$ , correspondant au diamètre moyen en volume, présenté par 10, 50 ou 90 % des particules, sont récupérées et analysées.

$$Span = \frac{D_{90} - D_{10}}{D_{50}} \quad \text{Eq. 1}$$

### 2.5. Microscopie électronique à balayage

La microstructure des poudres est déterminée par microscopie électronique à balayage (MEB), le rayon incident est formé d'un faisceau d'électrons accélérés sous une tension pouvant atteindre jusqu'à 30 kV. Les électrons rétrodiffusés et/ou secondaires sont recueillis en synchronisant la détection au balayage du faisceau incident, ce qui permet finalement d'obtenir une image de surface contrastée.

Les échantillons sont déposés sur une languette adhésive de carbone (EMS<sup>®</sup> 77825-12) à température ambiante et ensuite métallisés avec un alliage or/palladium pendant 100 s (Polaron SC7640, Thermo VG scientific, Angleterre), afin de rendre l'échantillon de poudre conducteur. Les observations ont été faites au MEB (Cambridge Stereoscan S240) à 5 kV et les photos ont été prises pour chaque échantillon à différents grossissements ( $\times 50$ ,  $\times 500$ ,  $\times 1500$ ;  $\times 4500$ ).

### 2.6. Isotherme de sorption d'eau par Sorption Dynamique de Vapeur (DVS)

Les isothermes de sorption des poudres sont déterminées en utilisant la technique de sorption dynamique de la vapeur DVS (Surface Measurement Systems, Londres, Royaume-Uni). C'est une technique gravimétrique pour la mesure des interactions des vapeurs avec les poudres, et qui est d'une grande importance dans les opérations de séchage, de stockage et de conservation des aliments.

L'appareil DVS, muni d'une microbalance à atmosphère contrôlée, mesure les capacités de sorption d'humidité des poudres en fonction de l'humidité relative (RH).

Environ 150 mg de poudre sont chargés sur la coupelle de quartz et déshydratés dans la chambre DVS. Ensuite, les échantillons sont soumis à un processus de réhydratation progressive avec des valeurs croissantes relatives d'humidité (HR) de 0 à 95 %. Les expériences sont réalisées à température constante (25 °C). Les temps d'équilibre à chaque HR sont fixés à 300 min pour les quatre premiers paliers (entre 0 % et 40 %), et de 600 minutes pour les 6 derniers paliers (40 % à

95 %). La masse ( $m$ ) des échantillons a été enregistrée toutes les 60 secondes. Ensuite, les propriétés et paramètres des monocouches et multicouches d'eau ont été calculées par les modèles de GAB et BET.

L'équation de Brunauer-Emmett-Tellet (BET) (Eq. 2) est utilisée pour modéliser les données de sorption d'eau, pour des  $a_w$  entre 0 et 0,5.

$$m = m_{0\text{ BET}} \frac{C_{\text{BET}} a_w}{(1-a_w)(1-a_w+C_{\text{BET}} a_w)} \quad \text{Eq. 2}$$

Avec

$a_w$ : activité d'eau

$m$ : teneur en eau du produit (g/100 g de matière sèche)

$m_0$  : teneur en eau correspondant à la monocouche (g/100 g de matière sèche)

$C_{\text{BET}}$  : constante d'énergie de liaison d'eau

L'équation de Guggenheim-Andersen-de Boer (GAB) (Eq. 3) est un modèle adapté du BET pour une plus grande gamme d' $a_w$  (de 0 à 0,7) et a été largement utilisé pour la modélisation des isothermes de sorption sigmoïde.

$$m = m_{0\text{ GAB}} \frac{C_{\text{GAB}} K_{\text{GAB}} a_w}{(1-K_{\text{GAB}} a_w)(1-K_{\text{GAB}} a_w+C_{\text{GAB}} K_{\text{GAB}} a_w)} \quad \text{Eq. 3}$$

Avec

$a_w$ : activité d'eau

$m$ : teneur en eau du produit (g/100 g de matière sèche)

$m_0$  : teneur en eau correspondant à la monocouche (g/100 g de matière sèche)

$C_{\text{GAB}}$  : constante d'énergie de liaison d'eau

$K_{\text{GAB}}$  : constante

En fait, BET est un cas spécifique du modèle GAB, avec  $K_{\text{GAB}}=1$

Le logiciel Origin® 7.5 (OriginLab, Etats Unis) est utilisé pour les calculs de régression et de paramètres des modèles de BET et GAB.

### 2.7. Rhéologie des poudres

L'évaluation des propriétés rhéologiques des poudres est fondamentale dans la compréhension de leur comportement. Le rhéomètre à poudres FT4 (Freeman Technology, Worcestershire, Royaume-Uni), testeur universel de poudres, permet à travers ses différents modules démontables

de déterminer plusieurs propriétés rhéologiques de la poudre (stabilité, compressibilité, perméabilité, etc.) et son aptitude à l'écoulement.

Dans notre étude, nous avons utilisé les programmes de mesure suivants : le test dynamique (stabilité et sensibilité à la vitesse d'écoulement), le test de compressibilité, la perméabilité de poudre à vitesse d'air constante, le test d'aération, et le test de cisaillement.

Afin de s'affranchir de l'historique du stockage et de l'influence des contraintes subies préalablement par la poudre, susceptibles d'affecter ses propriétés d'écoulement, le FT4 effectue avant chaque analyse une étape de conditionnement. Cette étape correspond à un passage de l'hélice à vitesse modérée à travers le lit de poudre

### 2.7.1. Test de stabilité et sensibilité à la vitesse d'écoulement

Le test de stabilité et sensibilité à la vitesse d'écoulement comprend une combinaison de cycles de conditionnement et de tests pour évaluer l'énergie de mélange du lit de poudre et vérifier que la poudre n'est pas dégradée lors de l'analyse (par agglomération, ségrégation, attrition, etc.).

Ce test est réalisé en utilisant la pale de 48 mm et la cuve de clivage composée de 2 parties amovibles : la cuve inférieure de volume 160 mL et la cuve supérieure de volume 85 mL, connectées par un anneau de clivage (Figure 30).



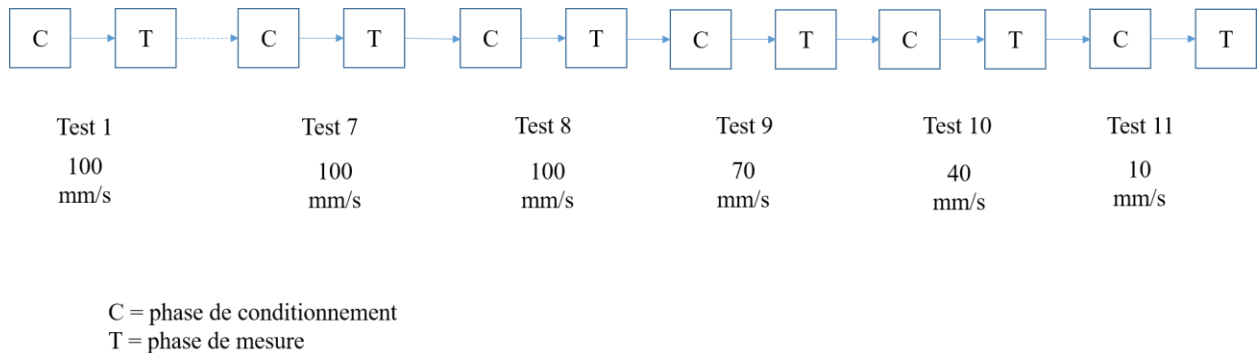
**Figure 30.** Assemblage de la cuve de clivage

Après l'assemblage de la cuve, le test (Figure 31) est lancé en choisissant le programme de test dynamique du FT4, qui comprend trois étapes.

- a- Clivage : après un cycle de conditionnement avec la pale de l'hélice, l'ensemble de la cuve est clivé au niveau de l'anneau pour avoir un volume final de 160 mL de poudre.



- b- Séquence de stabilité d'écoulement : Cette séquence comprend 7 cycles de mesure (T) de l'énergie de d'écoulement, à vitesse constante de pointe de la pale (100 mm/s), avec des cycles de conditionnement intermédiaires (C).
- c- Variation de la vitesse d'écoulement : cette séquence permet de mesurer l'énergie de l'énergie d'écoulement de base à quatre vitesses décroissantes de l'hélice (100, 70, 40, et 10 mm/s). Quatre mesures sont également réalisées avec des étapes de conditionnement intermédiaire.



**Figure 31.** Séquences successives de stabilité d'écoulement et de sensibilité à la vitesse d'écoulement

Plusieurs paramètres ont été calculés à partir de ce test dynamique. L'énergie d'écoulement de base, Basic Flow Energy (BFE, en mJ), correspondant à l'énergie nécessaire pour déplacer un échantillon de poudre conditionnée pendant le test vers le bas, a été calculée à partir du test 7.

L'indice de stabilité, Stability Index (SI), est défini comme le rapport entre les énergies d'écoulement des tests 1 et 7 (Eq. 4) :

$$SI = \frac{\text{Energie consommée au test 7}}{\text{Energie consommée au test 1}} \quad \text{Eq. 4}$$

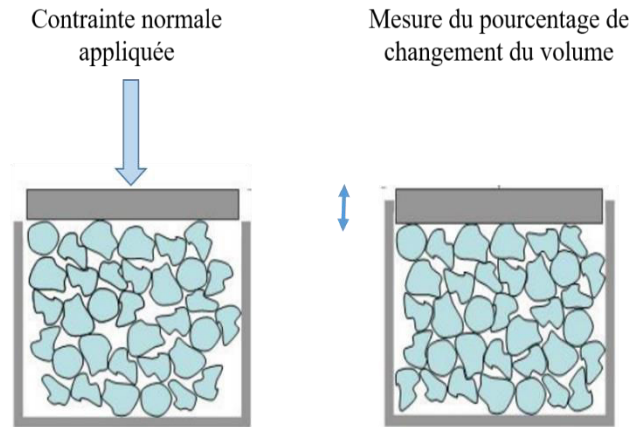
Enfin, l'indice de vitesse d'écoulement, Flow Rate Index (FRI), permet d'évaluer le changement de l'énergie d'écoulement lorsque la vitesse de pointe de la pale diminue d'un facteur de 10 (Eq.5).

$$FRI = \frac{\text{Energie au test 11 (10 mm/s)}}{\text{Energie au test 8 (100 mm/s)}} \quad \text{Eq. 5}$$

### 2.7.2. Test de compressibilité

Le test de compressibilité consiste à mesurer la variation de hauteur du lit de poudre lorsqu'on applique différentes valeurs de contraintes normales avec le piston ventilé. La compressibilité

correspond au pourcentage de changement du volume sous l'effet de la compression (Figure 32). Ce test permet d'imiter le compactage mécanique qui se produit lors de la manipulation, le stockage et le transport des poudres.



**Figure 32.** Principe de fonctionnement du test de compressibilité

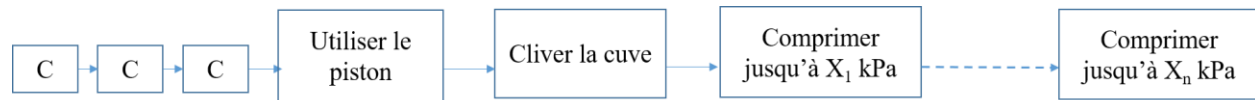
Ce test est réalisé en utilisant la pale de 48 mm et la cuve de clivage composée de 2 parties amovibles, chacune de volume 85 mL, et connectées entre elles par un anneau de clivage (Figure 33).



**Figure 33.** Montage réalisé pour le test de compressibilité

Après trois cycles de conditionnement, l'ensemble de la cuve est clivé au niveau de l'anneau pour avoir un volume final de 85 mL de poudre. La pale est ensuite remplacée par un piston ventilé, qui va comprimer le lit de poudre, avec des valeurs croissantes de contraintes normales (entre 0.5 et 15 kPa, en 9 étapes). Pour chaque étape de compression (Figure 34), la contrainte normale ( $\sigma$ ) est

maintenue constante pendant 60 s afin de permettre la stabilisation du lit de poudre, et le pourcentage de changement du volume après compression est calculé.

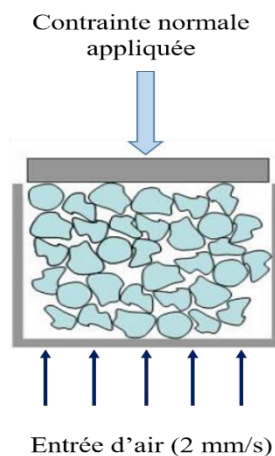


C = phase de conditionnement  
 T = phase de mesure  
 $X_1 = 0.5 \text{ kPa}$   
 $X_n = 15 \text{ kPa}$

**Figure 34.** Séquence du test de compressibilité

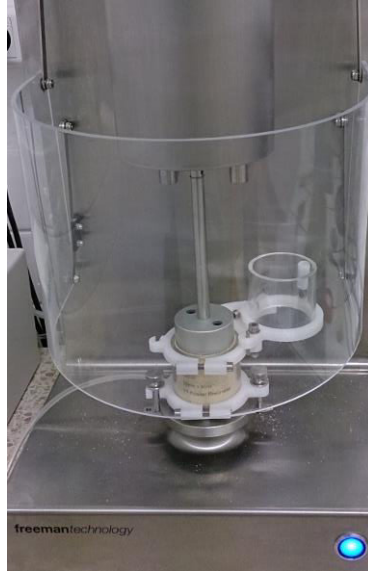
### 2.7.3. Test de perméabilité

Le test de perméabilité consiste à déterminer la perte de charge subie par l'air lorsqu'il circule à travers le lit de poudre à une vitesse constante de 2 mm/s, sous différents niveaux de contraintes normales (Figure 35). Plus la perte de charge est élevée, moins la perméabilité du lit de poudre est bonne, moins il y a de pores entre les particules permettant le passage de l'air.



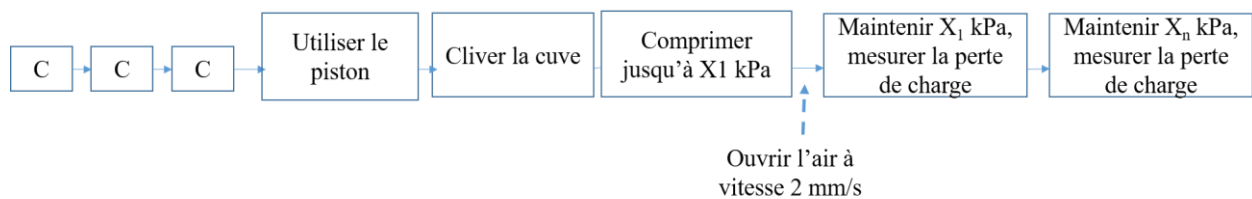
**Figure 35.** Principe de fonctionnement du test de perméabilité

L'assemblage ressemble à celui du test de compressibilité, sauf que la cuve inférieure de 85 mL est connectée à la base ventilée. Après trois cycles de conditionnement avec la pale de 48 mm, cette dernière est remplacée par un piston ventilé, et l'ensemble de la cuve est clivé pour enlever l'excès de poudre, et maintenu ouvert tout au long du test (Figure 36).



**Figure 36.** Montage réalisé pour le test de perméabilité

Ensuite, le lit de poudre est comprimé en utilisant le piston ventilé, et la valve d'air est ouverte pour atteindre une vitesse d'air de 2 mm/s. Des contraintes normales croissantes (de 1 à 15 kPa en 9 étapes) sont progressivement appliquées sur le lit de poudre (Figure 37), tout en maintenant une vitesse d'air constante (2 mm/s). Les pertes de charges (mBar) représentant la résistance au passage de l'air sont mesurées à différentes contraintes normales appliquées.

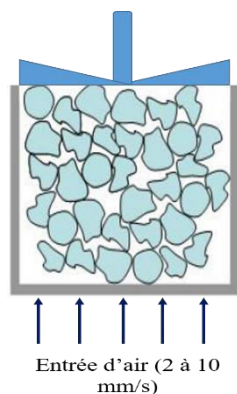


C = phase de conditionnement  
 T = phase de mesure  
 $X_1 = 1 \text{ kPa}$   
 $X_n = 15 \text{ kPa}$

**Figure 37.** Séquence du test de perméabilité

#### 2.7.4. Test d'aération

Le test d'aération correspond à la mesure de l'énergie de mélange sous l'effet du passage de de l'air à différentes vitesses à travers le lit de poudre (Figure 38). Ce test est réalisé en utilisant une cuve de 260 mL, utilisée avec la pale d'hélice de 48 mm et connectée à la base ventilée (Figure 39).



**Figure 38.** Principe de fonctionnement du test d'aération

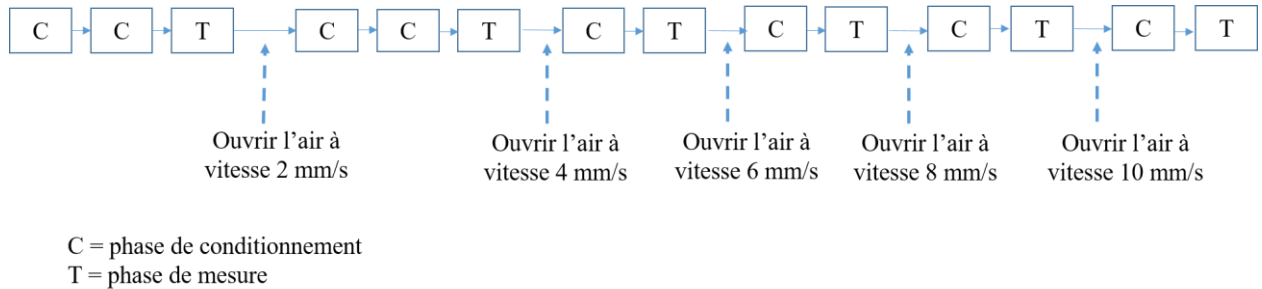
Après l'introduction de la poudre dans la cuve et le conditionnement initial, l'air est introduit dans la cuve à des vitesses croissantes (2, 4, 6, 8 et 10 mm/s), tout en maintenant une vitesse constante de la pointe de la lame (100 mm/s). Une étape de conditionnement est réalisée entre chaque étape de mesure correspondant à une vitesse d'air différente, sauf pour les premiers tests précédés de 2 cycles de conditionnement (Figure 40).



**Figure 39.** Montage réalisé pour le test d'aération

L'énergie d'écoulement a été enregistrée à chaque vitesse de l'air et le ratio d'aération, Aeration Ratio (AR) a été calculé en utilisant l'équation 6.

$$AR = \frac{\text{Energie enregistrée à la vitesse } 0 \text{ mm/s}}{\text{Energie enregistrée à la vitesse } 10 \text{ mm/s}} \quad \text{Eq. 6}$$



**Figure 40.** Séquence du test d'aération

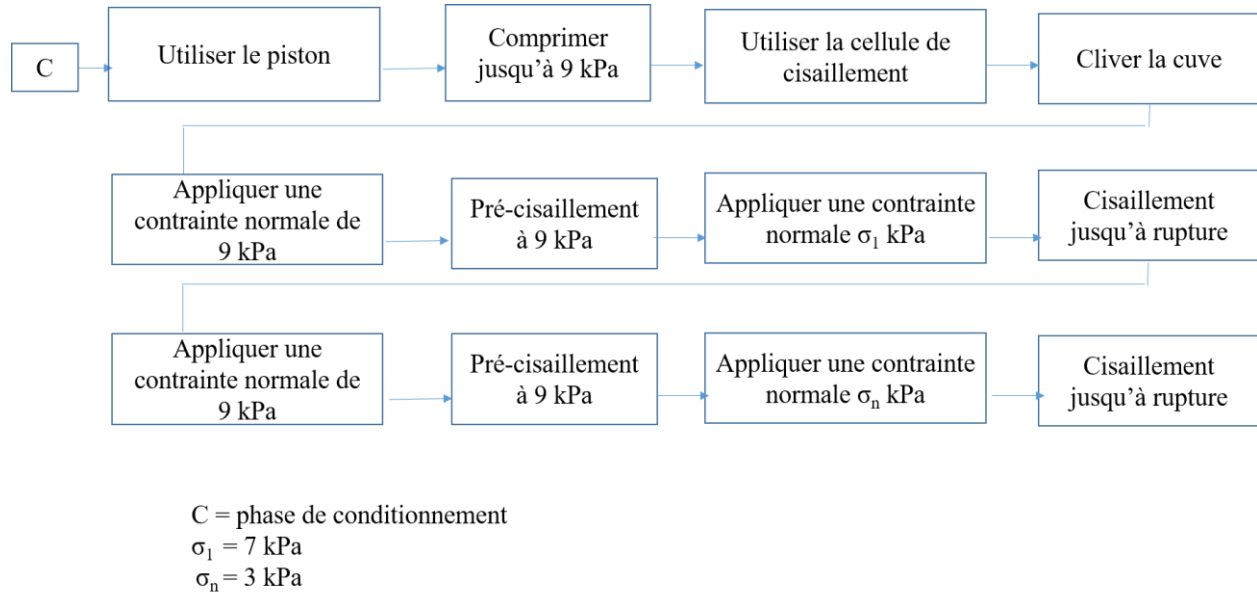
### 2.7.5. Test de cisaillement

Ce test consiste à appliquer une contrainte normale  $\sigma$  à un lit de poudre et à déterminer la contrainte de cisaillement  $\tau$  minimale pour laquelle il y a écoulement. Le montage est réalisé en utilisant la pale de 48 mm, et la cuve de clivage composée de 2 parties amovibles, chacune de volume 85 mL, et connectées entre elles par un anneau de clivage. Après un conditionnement initial de la poudre, la pale de 48 mm est remplacée par un piston ventilé, et le lit de poudre est alors comprimé à 9 kPa pendant 60 s. Le piston ventilé est ensuite remplacé par la cellule de cisaillement, et l'ensemble de la cuve est clivé (Figure 41).



**Figure 41.** Montage réalisé pour le test de cisaillement

Une contrainte normale de 9 kPa est appliquée pendant 60 s et suivie d'un pré-cisaillement (18°/min) avant chaque mesure de cisaillement (Figure 42). Les cycles de cisaillement sont effectués par la suite pour plusieurs contraintes normales (7, 6, 5, 4 et 3 kPa) à une vitesse de 18°/min. Le point de rupture est enregistré pour chaque contrainte normale étudiée.



**Figure 42.** Séquence du test de cisaillement

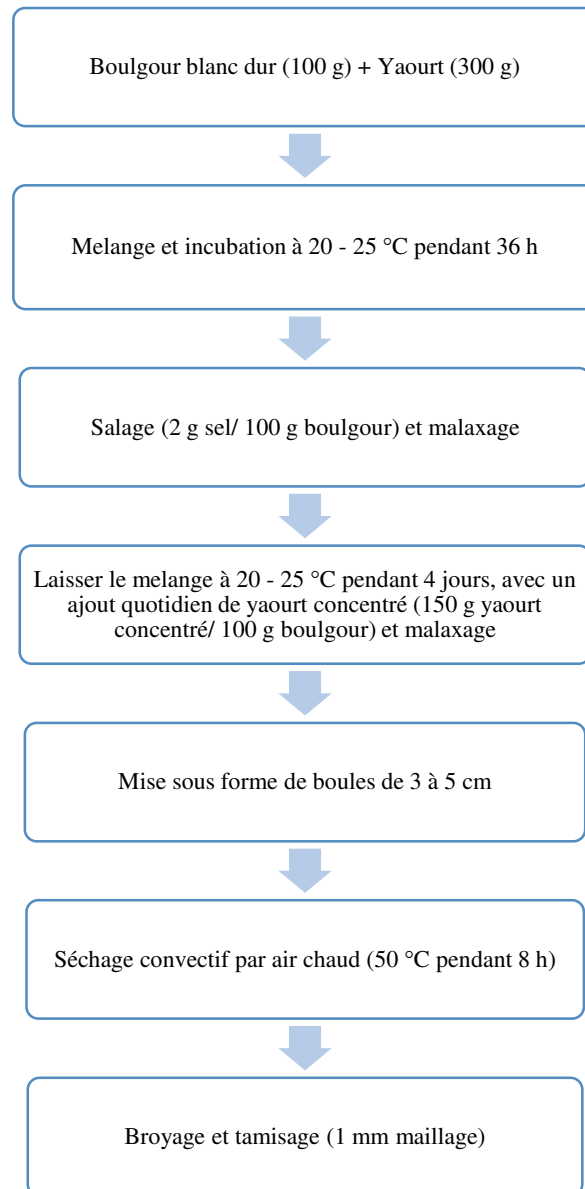
Les données obtenues sont analysées selon la représentation de Mohr ( $\sigma$ ,  $\tau$ ) et le critère de rupture de Coulomb pour en extraire le coefficient de friction interne ( $\mu$ ) et la cohésion ( $c$ ), d'après l'équation 7 qui relie la contrainte normale ( $\sigma$ ) et la contrainte de cisaillement ( $\tau$ ).

$$\tau = \mu\sigma + c \quad \text{Eq. 7}$$

La cohésion  $c$  du milieu est donnée par l'intersection de cette droite avec l'axe des ordonnées et le coefficient de friction interne  $\mu$  de la poudre est donné par la pente de celle-ci

## 2.8. Production du kishk au laboratoire

Afin de produire du kishk dans les conditions de laboratoire, le schéma de fabrication standard du kishk traditionnel (Figure 28) a été modifié en utilisant la technique de séchage convectif par air chaud, et présenté dans la Figure 43. La poudre de kishk ainsi produite a été analysée du point de vue physico-chimique, microbiologique, sensoriel et rhéologique, identiquement au kishk traditionnel. Les photos correspondantes sont présentées dans l'annexe 1.



**Figure 43.** Schéma de fabrication du kishk dans les conditions de laboratoire



## 2.9. Analyses microbiologiques par les méthodes classiques

### 2.9.1. Numérations de bactéries, levures et moisissures

Les échantillons de kishk (10 g) sont mis en suspension et homogénéisés dans 100 mL d'eau peptonée tamponnée, afin de réaliser une suspension mère ( $10^{-1}$ ). Une série de dilutions décimales allant de  $10^{-2}$  et  $10^{-6}$  sont préparées à partir des solutions initiales, et 0,1 mL des différentes dilutions sont étalés après enrichissement sur des milieux sélectifs pour le dénombrement des isolats (Settanni *et al.*, 2011).

Les différents milieux de culture utilisés correspondant aux microorganismes recherchés, et les conditions d'incubation sont présentés dans le tableau 15.

**Tableau 15.** Milieux de culture et conditions d'incubation des différents microorganismes recherchés

	Milieu de culture*	Conditions d'incubation	
		Temperature (°C)	Temps (h)
Coliformes	Violet red bile agar	37 °C	24 h
Coques thermophiles	M17 agar	40 °C	48 h
Coques mésophiles	M17 agar	30 °C	48 h
Lactobacilles thermophiles	Man, Rogosa and Sharpe agar	40 °C	48 h
Lactobacilles mésophiles	Man, Rogosa and Sharpe agar	30 °C	48 h
Levures et moisissures	Sabouraud dextrose agar	25 °C	48 h

\*Les milieux de culture ont été commercialisés par Scharlab S.L. (Barcelone, Espagne)

Après une incubation appropriée, des colonies distinctes avec des différences morphologiques (couleur, forme et taille) ont été prélevées et purifiées par sous-cultures successives sur des boîtes de pétri contenant le milieu d'isolement approprié.

### 2.9.2. Identification des bactéries lactiques

Les colonies provenant des milieux gélosés Man, Rogosa and Sharpe agar (MRS) et M17 sont examinées pour la morphologie des cellules, la coloration de Gram et l'activité catalasique, en transférant des colonies fraîches sur une lame de verre et ajoutant du peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

à 5 % (v/v). Les colonies de lactobacilles et de coques, Gram positives et catalase négatives, sont identifiées comme bactéries lactiques.

L'identification des souches est effectuée en fonction de leur capacité à fermenter des substrats glucidiques en utilisant les kits API 50 CHL (BioMérieux, Marcy l'Etoile, France), et les résultats sont interprétés à l'aide du logiciel APILAB PLUS (version 3.2.2, BioMérieux, Marcy l'Etoile, France).

### 2.9.3. Identification des levures

Une classification primaire des colonies provenant du milieu Sabouraud dextrose agar (SDA) est basée sur les caractéristiques de forme et de pigmentation. L'identification des souches de levures est effectuée en fonction de leur capacité à assimiler les substrats glucidiques en utilisant les kits API 20C AUX (BioMérieux, Marcy l'Etoile, France), et les résultats sont aussi interprétés à l'aide du logiciel APILAB PLUS.

## 2.10. Rhéologie de la soupe de kishk

Les profils de viscosité des soupes de kishk ont été étudiés afin de déterminer leur comportement en écoulement. Les mesures rhéologiques ont été réalisées sur un rhéomètre rotationnel (Kinexus, Malvern instrument, Orsay, France).

Les suspensions étudiées ont été reconstituées selon un protocole traditionnel à partir de poudres de kishk artisanales et expérimentales (type laboratoire). La poudre de kishk est mélangée à de l'eau distillée selon un ratio massique 1:4. Le mélange est porté jusqu'à ébullition sous agitation constante à 300 rpm (agitateur IKA ETS-D5) puis un échantillon est prélevé à la cuillère et placé sur le plan du rhéomètre pour une mesure rhéologique en écoulement à 25 °C.

Le module plan supérieur de 20 mm de diamètre est utilisé avec un gap de mesure fixé à 1 mm. Un couvercle permettant de limiter le dessèchement de l'échantillon est placé dès la descente du plan supérieur.

Un temps d'équilibre de 5 min à la température de 25 °C de l'échantillon fraîchement préparé est respecté avant toute mesure rhéologique. La variation de viscosité de l'échantillon en fonction de la vitesse de cisaillement croissante de 0,1 à 100 s<sup>-1</sup> est mesurée durant 15 minutes.

La linéarisation des courbes de viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement suit une loi de puissance (Eq. 8) :

$$\eta = k\dot{\gamma}^{n-1} \quad \text{Eq.8}$$

$\eta$  : viscosité (Pa.s)

$\dot{\gamma}$  : vitesse de cisaillement  $s^{-1}$

$k$  : indice de consistance en  $\text{Pa.s}^n$

$n$  : indice d'écoulement (sans unité) inférieur à 1, dans la majorité des cas, pour un fluide dit rhéofluidifiant ou pseudoplastique (Choplin et al., 2010; Scher, 2014)

### 2.11. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle, qui consiste à mettre en évidence et décrire les propriétés organoleptiques du kishk, a eu lieu avec la contribution d'un panel de 12 volontaires choisis aléatoirement.

#### 2.11.1. Le panel d'évaluation

Ainsi, la qualité sensorielle des échantillons de kishk est évaluée et appréciée par le jury formé de 12 consommateurs sur la base d'épreuves hédoniques. Les douze panélistes, âgés de 20 à 45 ans, consommateurs réguliers de soupe de kishk, sont invités à évaluer les soupes en termes de couleur, odeur, consistance, acidité, amertume, arrière-goût, texture en bouche et d'acceptabilité globale en utilisant une échelle hédonique allant de 1 à 9 (du plus faible au plus prononcé).

#### 2.11.2. Préparation de la soupe de kishk

Les soupes de kishk sont préparées en portant à ébullition un mélange de 20 g de poudre de kishk avec 80 mL de l'eau potable (ratio massique 1 :4), sous agitation continue, afin que l'aspect du produit soit semblable à celui consommé normalement.

#### 2.11.3. Déroulement des analyses

Les facteurs extrinsèques tels que la quantité de kishk offerte, la température de l'échantillon et la forme du conteneur sont homogènes pour tous les échantillons. Les échantillons sont marqués avec des codes numériques à trois chiffres. De l'eau potable est offerte pour les panélistes pour se rincer la bouche entre 2 échantillons testés. Chaque échantillon est analysé trois fois.

Un questionnaire concernant la consommation de kishk a été préparé pour cette analyse (Annexe 2).

### **2.12. Traitement statistique des données**

Toutes les analyses sont répétées trois fois, et les résultats sont exprimés en moyenne  $\pm$  écart-type de trois valeurs indépendantes pour chacune des mesures effectuées. L'ensemble des tests statistiques sont effectués à l'aide du logiciel SPSS (version 16.0), en utilisant l'analyse de variances (ANOVA), le test Tukey HSD et les t-tests pour déterminer les différences significatives entre les propriétés des poudres. Une corrélation simple de Pearson est utilisée pour établir le lien entre les paramètres de couleur mesurés et les étapes de fabrication du kishk. Le seuil de signification de 0,05 est retenu.

---

*Chapitre 3*

*Résultats et discussion*

---

### 3.1. Caractérisation physico-chimique et rhéologique de la poudre de kishk

Ce premier sous-chapitre de thèse vise d'une part à déterminer la composition chimique de la poudre du kishk libanais, et d'autre part à élucider ses propriétés fonctionnelles et rhéologiques encore non étudiées. L'évaluation des propriétés d'écoulement de la poudre de kishk est essentielle, parce que ces propriétés affectent le comportement du produit au cours de la manipulation et l'emballage, et contribuent à son agglomération indésirable.

Cette démarche de caractérisation physico-chimique et rhéologique est un préalable indispensable à l'optimisation de la production artisanale et au projet d'industrialisation de la poudre de kishk.

Afin de répondre à cet objectif, 20 échantillons de poudre de kishk libanais ont été collectés auprès de producteurs artisanaux dans différentes régions libanaises et leurs propriétés physico-chimiques, fonctionnelles et rhéologiques ont été étudiées.

Les résultats sont présentés dans la publication suivante :

**Salameh, C.**, Scher, J., Petit, J., Gaiani, C., Hosri, C., Banon, S., 2016. Physico-chemical and rheological properties of Lebanese kishk powder, a dried fermented milk-cereal mixture. *Powder Technol.* 292, 307–313.

Les résultats les plus significatifs montrent que le taux de matières grasses du kishk varie significativement en fonction du type de lait utilisé. L'exploration de la microstructure des poudres de kishk, par microscopie électronique à balayage a mis en évidence un réseau complexe de macroconstituants (protéines du lait et du blé, amidon) enchâssés dans une couche lipidique épaisse. Le mécanisme de réhydratation du kishk a été étudié en analysant les isothermes de sorption d'eau et observant les modifications morphométriques des particules de cette poudre soumise à différentes humidités relatives. Enfin, des différents tests rhéologiques effectués, le test de cisaillement a montré que le kishk se caractérise par une grande résistance au cisaillement et des paramètres élevés de cohésion, liés à sa teneur élevée en lipides servant de liant entre les particules.

## **Physico-chemical and rheological properties of Lebanese kishk powder, a dried fermented milk-cereals mixture**

Christelle Salameh, Joël Scher, Jeremy Petit, Claire Gaiani, Chadi Hosri, Sylvie Banon

### **3.1.1. Abstract**

Kishk is a traditional fermented milk-cereals mixture, widely consumed in Lebanon. Twenty Lebanese kishk powder samples were collected from artisanal producers in four Lebanese regions, in order to assess the effect of milk base and cereals on their physicochemical properties, functional and rheological properties. Milk type affected fat content and color parameters of kishk samples. Multi-scale exploration of kishk microstructure revealed a complex network of macroconstituents (milk protein and wheat starch) embedded in a thick layer of fat. The mechanism of kishk rehydration was then exploited by analyzing the water sorption isotherms and observing the morphometric changes in the particles of this powder subjected to different relative humidities. From powder rheology measurements, kishk showed an intermediate flowability behavior and cohesiveness, associated to its high fat content as a binder between the particles.

**Keywords:** kishk – powder - Lebanese – fermented milk – rheology-microstructure

### **3.1.2. Introduction**

Traditional fermented milk-cereal mixtures play an important role in the diet of many people in the Middle East, Asia, Africa and some parts of Europe, due to their high nutritive value and interesting organoleptic characteristics (Georgala, 2013; İbanoğlu *et al.*, 1999). One such product, kishk, is an old and popular fermented product, widely consumed in Lebanon, especially in rural areas. There are some other fermented milk-cereal mixtures similar to kishk, such as tarhana in Turkey, trahana in Greece and Cyprus (Georgala, 2013), thanu in Hungary, talkuna in Finland and atole in Scotland (Blandino *et al.*, 2003; Daglioğlu, 2000; Erten and Tanguler, 2010; Siyamoglu, 1961). Cereals and fermented milks are systematically the two main ingredients, but methods of preparation vary among countries and regions (Bilgiçli *et al.*, 2006).

Kishk is typically prepared by mixing yogurt, parboiled cracked wheat called “bulgur” (bulgur/yogurt ratio of ¼) and salt. Milks from different species (cow, goat, sheep, and buffalo) can be used for the production of kishk. The resulting dough is kneaded daily for up to 6-7 days at 35 °C in order to complete the fermentation and conditioning period. Afterward, the dough is shaped into

balls, sun-dried and ground into fine powder before storage in glass jars (Tamime *et al.*, 2000; Tamime and O'Connor, 1995). Kishk is usually consumed in the form of a thick soup after reconstitution with boiling water, similarly to tarhana (Sakin-Yilmazer, 2015) and other fermented milk-cereal mixtures (Bilgiçli *et al.*, 2006). It is non-hygroscopic and may be stored in jars for 1- 2 years without deterioration (Phelan *et al.*, 1999).

Kishk is a balanced food as minor constituents that are deficient in milk are supplemented by cereals and *vice versa* (Tamime and O'Connor, 1995). It also has a considerable dietary potential as a source of fibers, minerals (Fe and Mn), selenium, and amino acids (Tamime *et al.*, 1999b). Some researchers substituted bulgur in kishk formulation with oat, whole wheat meal, wheat flour and other cereals in order to enhance its nutritional properties. In particular, oat-based kishk was a good dietary source of  $\beta$ -glucan, fibers and unsaturated fatty acids (Tamime *et al.*, 1997b), whereas using whole wheatmeal enhanced the availability of Ca, Fe, Mg and Zn without undue effects on the acceptability of kishk (Toufeili *et al.*, 1999). On the other side, El-Nawawy *et al.* (El-Nawawy *et al.*, 2012) substituted buffalo milk with fermented soy milk in order to produce a healthier product called “vegi kishk”.

However, there is no available data about kishk functional and rheological properties. Evaluating the flow properties of kishk powder is essential, because these properties affect the behavior of this product during processing, handling and packaging, and contribute to its undesirable agglomeration and compaction.

Consequently, our study aims at characterizing this traditional Lebanese fermented product, by determining its chemical composition, and assessing its functional and rheological characteristics. This is a prerequisite to scale up kishk artisanal production to industrial applications, and optimize its manufacturing method in order to produce standard and stable kishk that can be stored without deterioration.

### **3.1.3. Material and methods**

#### **3.1.3.1. Sample collection**

Twenty kishk samples were collected from local markets in different Lebanese regions (Bekaa, Mount Lebanon, North and South). Ten samples were manufactured using cow's milk, five with goat milk and five with a mix of cow's and goat milks. Besides, two samples were prepared with



brown bulgur (with goat milk or with mixed goat and cow milks), while the remaining samples with white bulgur.

#### 3.1.3.2. Composition analysis

Chemical analysis of water, ash, protein, fat contents, and pH were performed according to the AOAC standard methods (Association of Official Analytical Chemists., 1995). All chemicals were of analytical-reagent grade and purchased from Sigma-Aldrich. All determinations were carried out in triplicate.

Water content was measured by weight loss after drying 3 g of each sample until reaching a constant weight in an air oven at 105 °C. Ash content was also obtained by weight loss after incinerating 3 g of each sample in a furnace at 550 °C until a constant weight was obtained.

Nitrogen content was determined according to Kjeldahl method (Vapodest, Gerhardt GmbH & Co. KG, Königswinter, Germany) and converted to protein content with a conversion factor of 6.25 used by (Tamer *et al.*, 2007) for tarhana powder that is similar to kishk, as made of yogurt and flour.

Fat content was calculated by performing solvent extraction of 3 g of each sample with the Soxhlet method using a mix of 1:1 (v:v) petroleum ether:diethyl ether.

Sample pH was determined as described by Ibanoglu *et al.* (Ibanoglu *et al.*, 1995), after blending 5 g kishk with 100 ml distilled water for 3 min and filtering the solution through Whatman 30 filter paper. The pH of obtained solution was measured using a digital pH meter (SI Analytics GmbH, Mainz, Germany).

#### 3.1.3.3. Colorimetry

Color of kishk samples was assessed by measuring L\* (luminance), a\* (green-red balance) and b\* (blue-yellow balance) parameters defined in the CIE L\*a\*b\* system, using a colorimeter (Datacolor International Microflash 2078S, Datacolor, Montreuil, France). Color measurements were carried out in triplicate.

#### 3.1.3.4. Scanning electron microscopy

The microstructure of kishk and bulgur was observed by scanning electron microscopy (SEM). Samples were deposited on a carbon adhesive tab (EMS<sup>®</sup> 77825-12) at room temperature and coated with a mixture of gold and palladium for 100 s (Polaron SC7640, Thermo VG Scientific,

England). Preparations were observed under SEM (Cambridge Stereoscan S240) operating at 5 kV and pictures were taken for each sample.

In order to determine modifications of size and microstructure of kishk according to water activity, samples were equilibrated for seven days at 25 °C, in hermetic vessels containing saturated salt solutions of known water activity ( $a_w$ ): 0.54 ( $Mg(NO_3)_2$ ), 0.75 (NaCl), 0.85 (KCl) and 0.97 ( $K_2SO_4$ ) (Murrieta-Pazos *et al.*, 2014).

### 3.1.3.5. Particle size distribution

The particle size distributions were determined using a laser granulometer in dry mode (Mastersizer 3000 Malvern Instruments, UK) that uses high-pressure air to disperse powder. Samples were analyzed by air dispersion at 1.5 bars (100% air pressure, 100% feed rate, 2 mm hopper length). Three measurements were conducted with each powder sample. Span values were calculated (Eq. 9) to evaluate the size distribution

$$\text{Span} = (D_{90} - D_{10}) / D_{50} \quad \text{Eq. 9}$$

where  $D_{50}$  is defined as the diameter where half of the population lies below this value. Similarly, 10 and 90 percent of the distribution lies below the  $D_{10}$  and  $D_{90}$ .

### 3.1.3.6. Flowing properties of kishk

Flowing ability of kishk were evaluated using the shear cell test of FT4 powder rheometer (Freeman Technology, Worcestershire, UK). Measurements were carried out in a 50 mm bore, borosilicate test vessel using 48 mm diameter blade. Samples were subjected to an initial conditioning cycle that involves gentle displacement of powder sample in order to aerate it and remove any packing (excess air entrapped in powder or pre-consolidated powder bed) (Freeman *et al.*, 2009). Then, sample is subjected for 60 s to a 9 kPa pre-consolidation stage carried out with ventilated piston moving vertically at a maximum speed of 0.08 mm.s<sup>-1</sup>. The pre-consolidated kishk sample was then subjected to a pre-shearing stage (60 s at 9 kPa normal stress) carried out with the 48 mm diameter rotational shear cell accessory. Shearing cycles were successively carried out at decreasing applied normal stresses (in the following order 7, 6, 5, 4 and 3 kPa) at 18 °/min rotational speed. Failure shear stress is recorded for each studied normal stress.

Shearing tests are analyzed according to Mohr's representation of the plane stress state ( $\sigma$ ;  $\tau$ ) and the Coulomb rupture criterions (friction coefficient and cohesion) (Freeman *et al.*, 2009). The shear stress ( $\tau$ ) plotted as a function of normal stress ( $\sigma$ ) according to Eq. (10) gave friction

coefficient ( $\mu$ ) as the slope and cohesion ( $c$ ) as the intercept (Hafsa *et al.*, 2015; Rondet *et al.*, 2013).

$$\tau = \mu\sigma + c \quad \text{Eq. 10}$$

### 3.1.3.7. Dynamic vapor sorption

Sorption isotherms of kishk were obtained with a Dynamic Vapor Sorption apparatus (DVS, Surface Measurement Systems Limited, London, UK) supplied with a controlled atmosphere microbalance. Approximately 150 mg powder were loaded onto the quartz sample pan and dehydrated in the DVS chamber. Then, samples were submitted to a progressive rehydration process with increasing relative humidity (RH) values from 0 to 95 %. Experiments were carried out at constant temperature (25 °C). Equilibration times of the samples at each RH were fixed at 300 min for the first four stages, i.e. between 0 % and 40 %, and 600 min for the last 6 stages, i.e. from 40 % to 95 %. Powder weight was acquired every 60 s (Murrieta-Pazos *et al.*, 2014; Oulkadi *et al.*, 2012).

The Brunauer-Emmett-Tellet (BET) equation (Eq. 11) was used to model water sorption data, from 0 to 0.5  $a_w$ .

$$m = m_{0\text{ BET}} \frac{C_{\text{BET}} a_w}{(1-a_w)(1-a_w+C_{\text{BET}} a_w)} \quad \text{Eq. 11}$$

Where  $a_w$  is the water activity,  $m$  the moisture content (g/100 g),  $m_{0\text{ BET}}$  the monolayer moisture sorption capacity (g/100 g) and  $C_{\text{BET}}$  a constant related to water binding energy to the primary binding sites (Oulkadi *et al.*, 2012).

The Guggenheim-Andersen-de Boer (GAB) equation (Eq. 12) is a model adapted from BET model for a larger  $a_w$  range (from 0 up to 0.7) and has also been extensively used for modeling the sigmoidal sorption isotherms.

$$m = m_{0\text{ GAB}} \frac{C_{\text{GAB}} K_{\text{GAB}} a_w}{(1-K_{\text{GAB}} a_w)(1-K_{\text{GAB}} a_w + C_{\text{GAB}} K_{\text{GAB}} a_w)} \quad \text{Eq. 12}$$

Where  $m_{0\text{ GAB}}$  is the monolayer moisture sorption capacity (g/100 g),  $C_{\text{GAB}}$  a dimensionless measure of the strength of water binding to the primary binding sites and  $K_{\text{GAB}}$  a constant. BET is actually a specific case of GAB, with  $K_{\text{GAB}} = 1$ .

The Origin® 7.5 (OriginLab, USA) software was used for regression and parameter calculations in the determination of BET and GAB models.

### 3.1.3.8. Statistical analysis

Analysis of variance was performed using the General Linear Model procedure of SPSS Software (version 16.0) to establish a relationship between milk type (cow, goat, or mixture of both) and kishk properties. Pearson correlations coefficients were also calculated in order to evidence correlations between employed ingredients and kishk color parameters. Calculations were performed considering statistical significance at 5 %.

### 3.1.4. Results

#### 3.1.4.1. Composition

The chemical composition of kishk samples (Table 16) was within the following ranges: moisture content (6.08 - 6.65 %), ash (6.27 - 7.33 %), protein (20.10 - 21.83 %), fat (16.90 - 20.36 %) and pH (4.18 - 4.27). Milk type affected fat content of kishk samples only ( $p < 0.05$ ): kishk produced from goat milk was significantly richer in fat than other samples. Similarly, goat milk-based strained yogurt had a higher fat content than the similar cow's milk-based product (Atamian *et al.*, 2014; Erkaya and Sengül, 2011). Tamime *et al.* (1999a) previously reported a moisture content in kishk samples between 6.8 and 10.8 % and an ash content varying between 4.1 and 9.3 %: this slight variation in moisture content is mainly related to the drying technique and to the ingredients composition used in kishk formulation (Erkan *et al.*, 2006; Temiz and Pirkul, 1991), whereas ash content is related to the used amount of salt (Tamer *et al.*, 2007). However, kishk samples had higher protein and fat contents compared to previous studies on kishk and similar products. Uçar and Pınar (2011) obtained protein contents between 9.7 and 17.3 % in tarhana, while Tamime *et al.* (2000) reported a fat content between 3.7 and 10.7 % in kishk. Protein content is dependent on yogurt type and composition, in addition to the cereals/yogurt ratio (Erkan *et al.*, 2006). Besides, fat content is mainly related to the quality of yogurt used (buttermilk or full-fat yogurt) (Tamime *et al.*, 1999a) and to the addition of strained yogurt that have a higher fat content (Atamian *et al.*, 2014).

**Table 16.** Kishk composition (g / 100 g kishk)

Milk type	Moisture	Ash*	Proteins*	Fat*	pH
Cow	6.08 <sup>a</sup> ± 0.34	6.27 <sup>a</sup> ± 0.65	21.83 <sup>a</sup> ± 1.10	16.90 <sup>a</sup> ± 1.54	4.27 <sup>a</sup> ± 0.16
Goat	6.65 <sup>a</sup> ± 0.30	7.33 <sup>a</sup> ± 0.24	21.03 <sup>a</sup> ± 0.71	20.36 <sup>b</sup> ± 1.04	4.18 <sup>a</sup> ± 0.12
Mixed goat and cow	6.55 <sup>a</sup> ± 0.56	6.71 <sup>a</sup> ± 1.44	20.10 <sup>a</sup> ± 1.24	17.13 <sup>a</sup> ± 1.92	4.21 <sup>a</sup> ± 0.14

\* Data calculated on dry-matter basis

Different letters within the same column indicate significant differences ( $p < 0.05$ ).

### 3.1.4.2. Color measurements

Significant differences on the color properties of kishk (Table 17) were observed when using different milk and cereal types. Samples were brighter (higher L values) when using goat milk, since it did not contain any  $\beta$ -carotene pigment (Gursoy *et al.*, 2013). Besides, incorporating brown bulgur for the preparation of kishk gave a significant lower L\* value ( $p < 0.05$ ). In addition, Pearson's correlation coefficient revealed a strong negative correlation (-0.92) between sun-drying duration and kishk luminance, so kishk became darker when exposed for longer time to the sun, consistent with the expected browning after thermal treatment and water evaporation by sun drying.

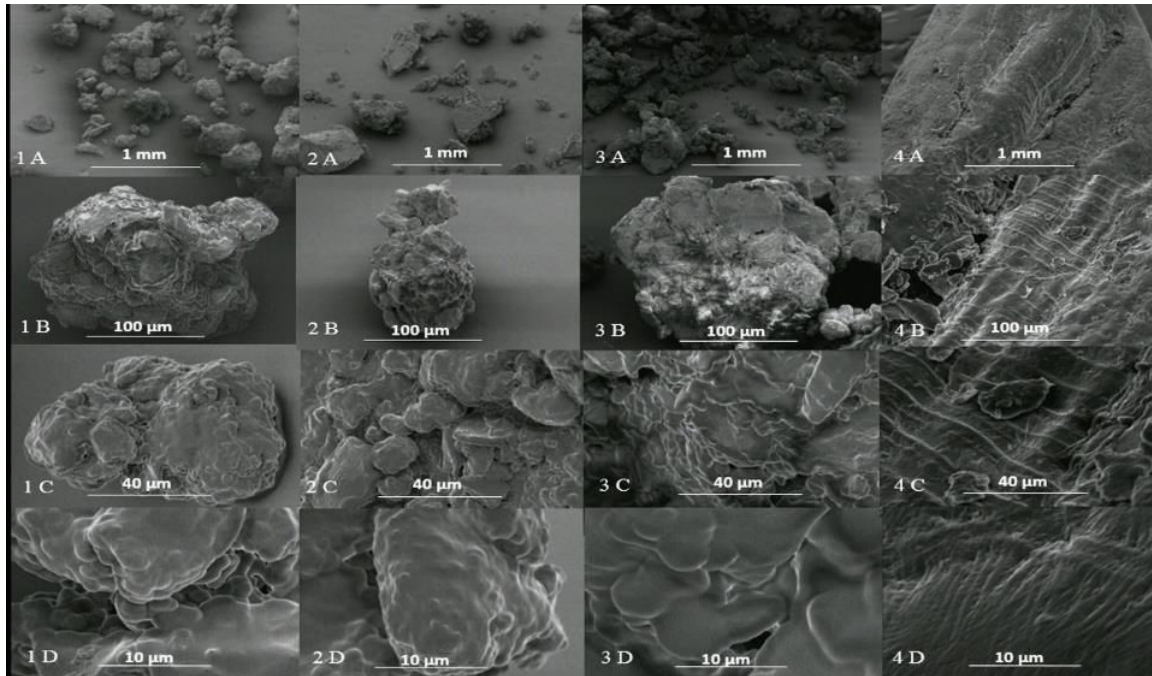
**Table 17.** Color properties of kishk according to employed milk and cereal types.

		L*	a *	b *
Milk type	Cow	73.02 <sup>a</sup> ± 1.98	3.56 <sup>a</sup> ± 0.76	18.03 <sup>a</sup> ± 1.11
	Goat	78.44 <sup>b</sup> ± 1.32	2.93 <sup>a</sup> ± 0.74	16.54 <sup>a</sup> ± 0.90
	Mixed goat and cow	75.36 <sup>a,b</sup> ± 0.71	3.17 <sup>a</sup> ± 0.77	17.34 <sup>a</sup> ± 0.90
Cereal type	Brown bulgur	68.82 <sup>a</sup> ± 3.02	6.42 <sup>a</sup> ± 1.73	19.21 <sup>a</sup> ± 0.73
	White bulgur	76.20 <sup>b</sup> ± 2.52	2.85 <sup>b</sup> ± 0.39	17.09 <sup>a</sup> ± 0.55

Different letters within the same column indicate significant differences ( $p < 0.05$ ).

### 3.1.4.3. Scanning electron microscopy

The SEM micrographs of kishk (Figure 44) revealed a large size distribution of kishk particles, independently of milk type. Small size particles (100  $\mu\text{m}$ ) with irregular shapes were mainly observed, in addition to large agglomerates resulting from the association of native kishk particles. At higher magnification, kishk appeared to be a complex network of macroconstituents (milk protein and wheat starch) embedded in a thick layer of fat.



**Figure 44.** SEM micrographs of kishks and bulgur

(1: kishk from cow's milk; 2: kishk from goat milk; 3: kishk from mixed cow's and goat milks; 4: bulgur grain).

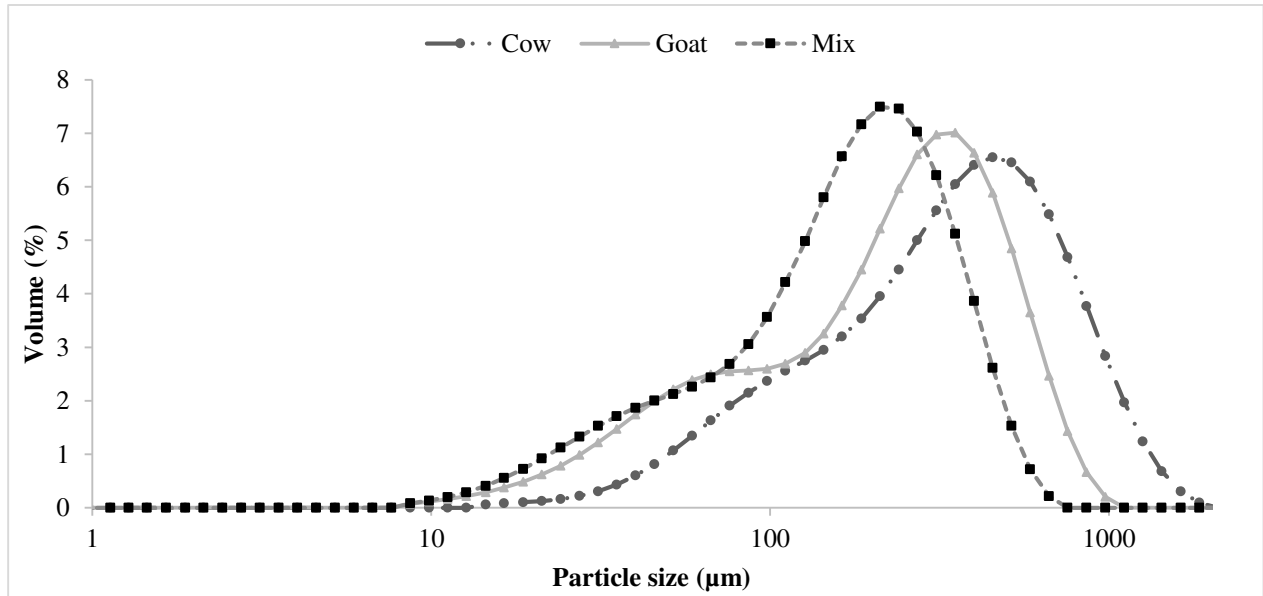
Magnifications: A:  $\times 50$ ; B:  $\times 500$ ; C:  $\times 1500$ ; D:  $\times 4500$ .

Do *et al.* (2011) reported similar results and showed that fat content influenced cocoa particle microstructure. Highly defatted cocoa powder are flaky, small and show some sharp edges, whereas fat cocoa particles are coated with a thin layer of fat covering the particle surface and thus hiding the internal porous network.

### 3.1.4.4. Particle size distribution

Regardless of kishk type, the width of particle size distributions (Figure 45) was large in agreement with marked discrepancies in particle size observed in scanning electron micrographs (Figure 44). Span values showed that particle size distribution for mixed goat and cow kishk (span = 1.89) was

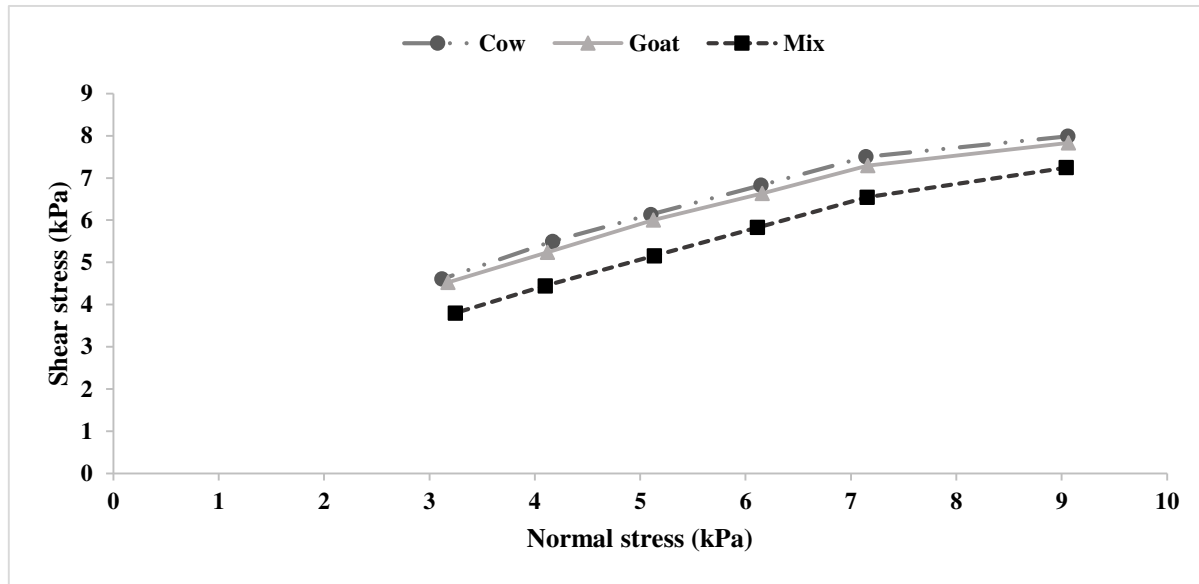
narrower than those of goat kishk (span = 2.02) and cow kishk (span = 2.13) ( $p < 0.05$ ). The  $D_{50}$  values for mixed cow and goat, goat and cow kishk were found at 183, 252 and 371  $\mu\text{m}$ , respectively.



**Figure 45.** Particle size distribution (in volume) of kishks

#### 3.1.4.5. Shear test

The yield loci of tested kishk were drawn from shear test data (Figure 46) and the corresponding shear parameters were calculated (Table 18). kishk prepared from a single milk (cow or goat) were significantly ( $p < 0.05$ ) more cohesive than kishk samples prepared with a mixture of goat and cow milks, reflected by their higher unconfined yield strength and cohesion values and lower friction coefficients.



**Figure 46.** Yield loci of kishks from FT4 shear cell test

According to the powders classification by Jenike (1964, 1961), a powder is cohesive if its friction coefficient ranges between 2 and 4 and very cohesive between 1 and 2. The cohesion of kishk could be attributed to the presence of fat at the surface of powder particles, consistently with observations performed by scanning electron microscopy (Figure 44). Our results were in agreement with those reported by Lapčík *et al.* (2015), where demineralized wheys showed free-flowing characteristics with a high friction coefficient (11.7), whereas classical whey powders exhibited lower values (3.3 as friction coefficient) in relation with their cohesiveness.

**Table 18.** Flowing parameters of kishk powders obtained from FT4 shear test.

Milk type	Cohesion (kPa)	Unconfined yield strength (kPa)	Major principal stress (kPa)	Friction coefficient (-)	Angle of internal Friction (°)
Cow	2.46 <sup>b</sup> ± 0.06	9.55 <sup>c</sup> ± 0.24	18.69 <sup>a</sup> ± 0.30	1.95 <sup>a</sup> ± 0.02	35.39 <sup>a</sup> ± 0.69
Goat	2.35 <sup>b</sup> ± 0.09	8.94 <sup>b</sup> ± 0.31	18.50 <sup>a</sup> ± 0.07	2.07 <sup>a</sup> ± 0.07	34.50 <sup>a</sup> ± 0.47
Mixed goat and cow	1.56 <sup>a</sup> ± 0.02	5.98 <sup>a</sup> ± 0.11	18.24 <sup>a</sup> ± 0.31	3.04 <sup>b</sup> ± 0.04	34.91 <sup>a</sup> ± 0.16

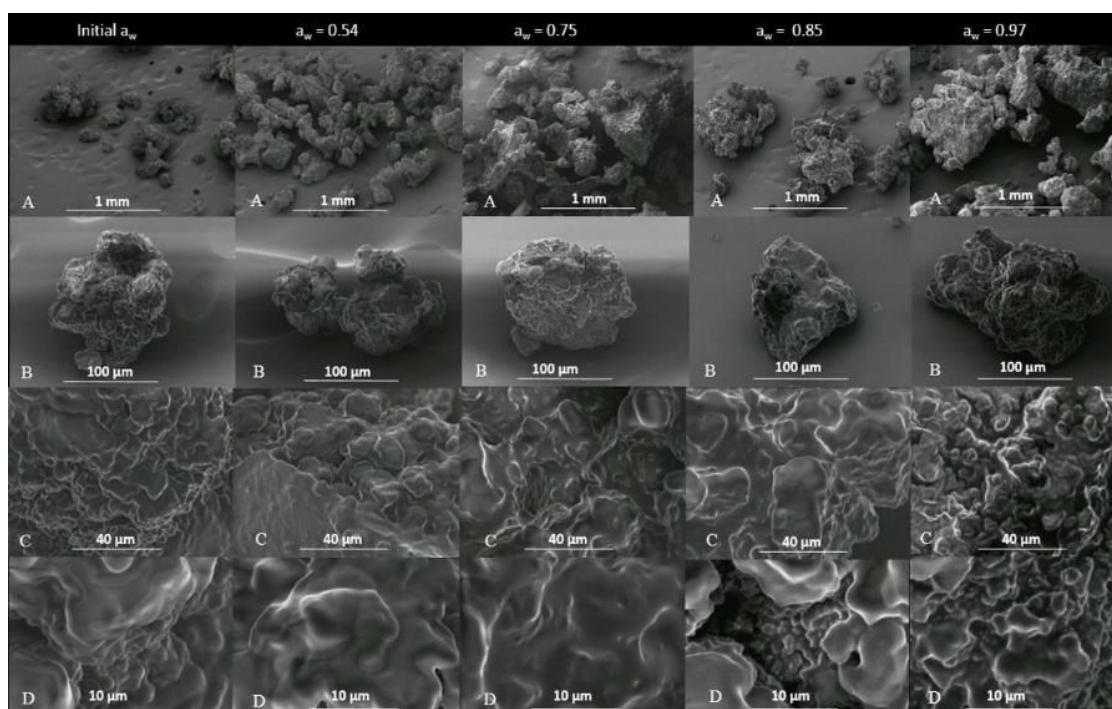
*Different letters within the same column indicate significant differences ( $p < 0.05$ ).*



However, while previous researches [19, 34, 35] reported that coarse powders exhibit lower yield locus and better flowing properties than fine powders, fine particles of mixed goat and cow kishk showed lower shear strength than other kishk types. Nevertheless, particle size cannot explain alone the behavior of kishk, which is a complex powder with irregularly shaped grains fully covered with fat: powders flow properties are also dependent on particle shape and particle size distribution (Fu *et al.*, 2012). Also, flowability is strongly dependent on particle surface composition, powder cohesion, fat and lactose content in addition to storage conditions (Fitzpatrick *et al.*, 2005), the latter being related to moisture content and component glass transition temperature, both playing a role in particle surface stickiness. Hence, it can be stated that particles of kishk formulated from a single milk (either cow's or goat) have more irregular shapes and/or more sticky surfaces than those coming from mixed milks ( $p < 0.05$ ).

#### 3.1.4.6. Effect of water uptake on kishk microstructure

Modifications affecting the microstructure of kishk equilibrated at different RH are displayed in Figure 47.



**Figure 47.** SEM micrographs showing the effect of water uptake on the microstructure of cow's kishk at different water activities.

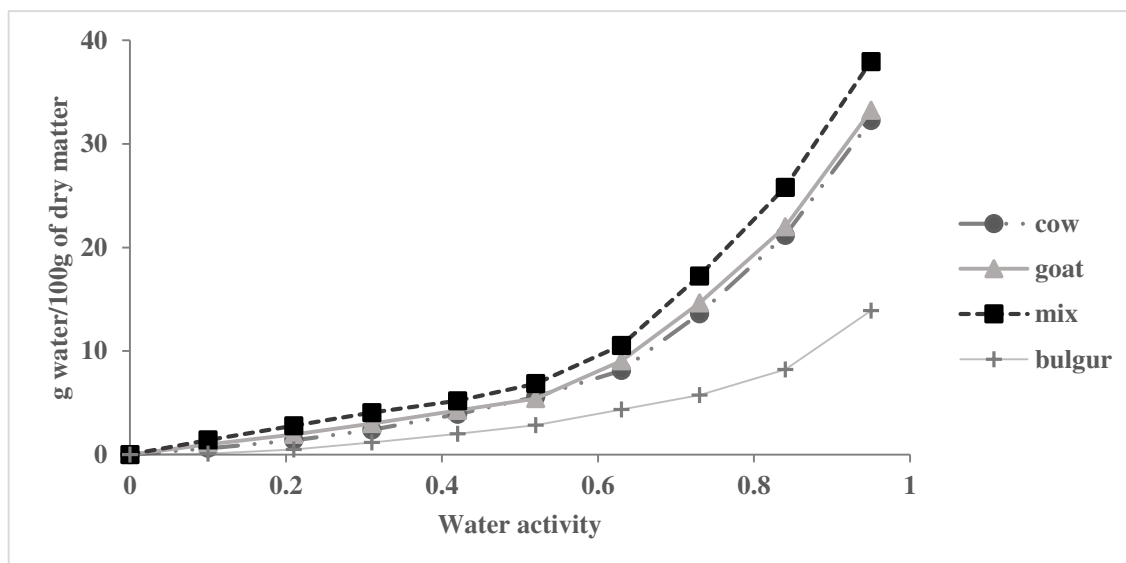
Magnifications: A:  $\times 50$ ; B:  $\times 500$ ; C:  $\times 1500$ ; D:  $\times 4500$ .

Changes in kishk surface structure could be observed starting from 0.75  $a_w$ , where average particle size increased ( $D_{50} > 1$  mm at 0.97  $a_w$ ) and agglomeration took place. Similar results were described by Murrieta-Pazos *et al.* (2014) where the size of semolina grains increased with water activity and bridges between particles formed leading to their agglomeration. Several grains (nuclei) can associate owing to surface rehydration by different physical mechanisms of adhesion and biochemical reactions affecting starch and proteins, explaining the apparent solid bridges between particles (Saad *et al.*, 2011).

This agglomeration may also be related to powder sensitivity to caking at high water activities; indeed, powder caking may be mainly attributed to the presence of fat at the powder surface (Murrieta-Pazos *et al.*, 2011), like for kishk that have high fat contents around 15 – 20 % (cf. table 16). Finally, at high  $a_w$ , the surface of kishk, initially smooth and regular, became more irregular and granular.

#### **3.1.4.7. Water sorption**

Understanding powder hydration properties leads to a better monitoring of storage conditions and powder conservation. The sorption isotherms of kishk at 25 °C are presented in Figure 48. Water content (g of water / 100 g dry matter) gradually increased up to 0.63  $a_w$  and over this value, its raise was even more pronounced. Water content values equal to 10.5 %, 9.0 % and 8.1 % for mixed-milk, goat and cow kishk were obtained at 0.63  $a_w$ . The maximal water content (37.95 %) was reached for mixed-milk kishk at 0.95  $a_w$ .



**Figure 48.** Sorption isotherms of kishks and bulgur.

According to Kaya *et al.* (1999), a water content increase at such high water activities may be related to the swelling of colloidal matter, thereby increasing the number of water-absorbent polar sites. Besides, particles of kishk prepared with mixed milks absorbed more water than single-milk kishk. Kaya *et al.* (1999) reported similar results, where lower particle size led to an increase in water sorption and hygroscopicity of tarhana powder, presumably owing to the increase in specific surface related to size decrease.

Monolayer moisture sorption capacity  $m_0$ , calculated according to the GAB and BET models for the three sorption curves at 25 °C, varied between 3.23 and 4.50 (BET) and 2.98 and 3.71 g / 100 g (GAB) (Table 19). Ibanoglu *et al.* (1999) reported similar values for tarhana (3.46 g / 100 g at 30 °C according to BET model) but larger with GAB model (8.54 g / 100 g at 30 °C). Water binding energy values  $C$  varied between 1.50 and 4.51 (BET), 1.91 and 4.84 (GAB). The sorption isotherms of kishk had intermediate shapes between type II and III, whereas literature showed that water sorption isotherms of semolina and flour fitted to type II (Hébrard *et al.*, 2003) and tarhana corresponded to type III (Kaya *et al.*, 1999).

**Table 19.** BET and GAB parameters of kishk determined from Dynamic Vapor Sorption measurements.

BET and GAB parameters	Mix	Cow	Goat
$m_0$ BET (g water /100 g kishk)	$3.80^b \pm 0.07$	$4.50^c \pm 0.05$	$3.23^a \pm 0.07$
$C_{BET}$	$4.51^c \pm 0.04$	$1.50^a \pm 0.10$	$3.64^b \pm 0.06$
$m_0$ GAB (g water /100 g kishk)	$3.35^b \pm 0.10$	$3.71^c \pm 0.14$	$2.98^a \pm 0.10$
$C_{GAB}$	$4.84^c \pm 0.12$	$1.91^a \pm 0.10$	$3.61^b \pm 0.27$
$K_{GAB}$	$1.09^b \pm 0.01$	$1.04^a \pm 0.06$	$1.08^b \pm 0.01$

*Different letters within the same row indicate significant differences ( $p < 0.05$ ).*

### 3.1.5. Conclusion

Evaluating the chemical composition and microstructure of Lebanese kishk showed that these powders have a surface rich in fat that could explain their intermediate flowability behavior and cohesiveness. Milk type affected fat content and color parameters of kishk samples. However, the variation of kishk properties may also be attributed to the cereals/yogurt ratio, the ingredients composition, the manufacturing process and drying technique. Water sorption isotherms allowed comparing kishk behavior under different water activities in order to understand its stability during storage. Further work will focus on understanding the effect of water activity and temperature on the rheological properties of kishk before and after rehydration for consumption.

#### *Conclusion partielle*

En conclusion, les résultats les plus significatifs de cette partie montrent que le kishk préparé à base de lait de chèvre est plus riche en matières grasses que les autres types de kishk. La couleur de la poudre de kishk est significativement influencée par le type de lait et de céréales utilisés. L'utilisation du boulgour brun se traduit par une diminution de la luminance de la poudre, et l'utilisation du lait de chèvre donne une poudre plus claire liée à l'absence du pigment de bêta-carotène. Les résultats de la microscopie électronique à balayage montrent que les particules de kishk sont revêtues d'une épaisse couche de lipides, recouvrant un réseau complexe protéines et d'amidon. La distribution de tailles des particules de kishk est très large, avec présence simultanée de fines particules et d'agrégats de grande taille. L'agglomération de ces particules a lieu à partir d'une  $a_w$  de 0.75 et leur taille augmente ( $D_{50} > 1$  mm à une  $a_w$  de 0.97). La poudre de kishk présente des isothermes de sorption intermédiaires entre les types II et III. C'est une poudre cohésive avec une grande résistance au cisaillement, expliquée par sa teneur élevée en lipides et ses particules irrégulières.

### **3.2. Evolution des propriétés chimiques et microbiologiques du kishk durant la fermentation**

Les laits fermentés traditionnels sont généralement fabriqués dans des conditions insuffisantes d'hygiène, ce qui peut affecter la qualité finale des produits et compromettre la santé du consommateur. Toutefois, le développement de la technologie laitière a abouti à une optimisation du processus de fabrication de ces laits fermentés, et à l'obtention de produits standardisés exempts de contamination microbienne, grâce à l'utilisation de ferments lactiques bien connus.

Néanmoins, la substitution des souches indigènes de ces laits fermentés par des ferments lactiques commerciaux, a entraîné une perte des propriétés sensorielles typiques de ces produits, devenus trop standardisés et trop identiques. Le défi majeur serait donc de maîtriser et d'améliorer la qualité hygiénique de ces produits traditionnels, tout en préservant leurs propriétés organoleptiques uniques. Il est donc indispensable d'étudier les écosystèmes microbiens autochtones de ces laits fermentés, et de sélectionner les souches technologiquement intéressantes, en vue d'une formulation de ferments lactiques indigènes préservant la particularité de chaque produit.

C'est dans ce contexte de maîtrise de la production du kishk, à travers la sélection de souches autochtones au potentiel technologique intéressant, que s'inscrit cette partie de la thèse. Après avoir étudié les propriétés physicochimiques et rhéologiques de la poudre de kishk traditionnel, l'enjeu de ce sous-chapitre est d'étudier la biodiversité de la flore lactique du kishk et son évolution au cours de la fermentation.

Cette étude a permis d'étudier la microflore prédominante associée à la production et au stockage de la poudre de kishk. Les bactéries lactiques thermophiles et mésophiles, ainsi que les levures et les coliformes ont été dénombrés à partir de dix échantillons de kishk. Une forte contamination par des levures a été décelée dans les échantillons de kishk emballés dans des sacs en tissu à température ambiante. Seize souches de levure ont été isolées et identifiées à partir de ces échantillons. Contrairement à ce qui était prévu, aucune croissance de bactéries lactiques n'a été enregistrée, en raison de la forte compétition pour les nutriments existant entre les levures et les bactéries, ainsi que d'autres facteurs inhibant la prolifération bactérienne.

Parallèlement, l'évolution des propriétés chimiques et microbiologiques du kishk a été étudiée au cours de la fermentation, et les microorganismes prédominants responsables de cette fermentation ont été également isolés et identifiés.

Ce travail réalisé au Liban est présenté sous forme de publication en cours de préparation.

## Changes in chemical and microbiological characteristics of kishk dough during fermentation

Christelle Salameh, Chantal Abou Jaoude, Sylvie Banon, Anne-Marie Revol, Chadi Hosri, Joël Scher

### 3.2.1. Abstract

In order to improve the quality of Lebanese kishk, a popular fermented milk product prepared from yogurt and bulgur, a study was conducted to elucidate the predominant microflora associated with its production and storage. Ten kishk samples were collected from different Lebanese regions for analysis. Total thermophilic and mesophilic lactic acid bacteria (LAB), yeasts and coliforms were enumerated, and the predominant microorganisms responsible of kishk fermentation were also isolated and identified.

High levels of yeasts contamination ( $5.04 \log_{10}$  CFU/mL) were encountered in kishk samples packed in cloth bags at ambient temperature. Unexpectedly, no LAB growth was recorded in traditional kishk, owing to the competition for nutrients between LAB and yeasts, and other factors inhibiting bacteria proliferation. No coliforms or molds were found. Sixteen yeast isolates were isolated and identified from these samples: *Candida krusei* (43.75 %), followed by *Candida lusitania* (25.00 %), *Candida famata* (12.50 %), *Saccharomyces cerevisiae* (12.50 %), and other unidentified species (6.25 %).

Besides, a total of 24 lactic acid bacteria (LAB) isolates and 6 strains of yeasts were isolated during kishk fermentation, and identified by API identification kits. The LAB species were identified as *Lactobacillus plantarum* (58.40 %), *Lactobacillus pentosus* (29.10 %), and *Streptococcus thermophilus* (12.50 %).

**Keywords:** kishk, lactic acid bacteria, yeasts, Lebanese fermented milk.

### 3.2.2. Introduction

Fermentation is one of the oldest preserving techniques used all around the world. It is an inexpensive and accessible technology to improve the nutritional value and the organoleptic profile of food products (Bhattarai *et al.*, 2016; Kohajdová *et al.*, 2007). Fermented milks were developed in many countries in order to preserve milk, prevent its spoilage, and provide essential nutrients for people during scarcity period (Salameh *et al.*, 2016a). They have a high nutritional value and can include probiotic strains that improve the balance of beneficial bacteria in the intestinal tract

and enhance the immune system (Yildiz, 2010). Fermented milk products vary among regions, depending essentially on the use of indigenous microorganisms that reflect the climatic conditions of the area, the type of milk used and the manufacturing technique (Savadojo *et al.*, 2004; Thonart *et al.*, 2013).

Traditional fermented milks are generally manufactured under inadequate hygienic conditions, which may affect the final quality of the products and reduce their shelf-life (Quero *et al.*, 2014). Nowadays, most dairy industries use commercial starter cultures in order to optimize the manufacturing process, and obtain safe fermented milks with standard and desirable technological properties. Nevertheless, using these standardized starter cultures has conferred a certain degree of uniformity to the fermented milks, due to the replacement of complex native microbiota with a defined starter culture, and resulted in a loss of their unique sensory properties and autochthonous microflora (Leroy and De Vuyst, 2004; Rai V and Bai, 2014). Therefore, the main challenge in developing starter cultures is to improve the safety of traditional fermented products, while preserving their typical sensory quality (Beganović *et al.*, 2014).

Consequently, preserving autochthonous strains is of a major interest; their presence is a must to achieve the desired fermentation parameters for a specific product type, and to preserve the identity and typicality of fermented milks (Erkkilä *et al.*, 2001; Settanni and Moschetti, 2014). These native microorganisms involved in fermentation process, represent a natural reservoir for starter cultures, and a great opportunity to preserve endogenous products characteristic flavor. Recent studies have analyzed the effects of using autochthonous strains as starters or adjunct cultures on the chemical, microbiological and sensory characteristics of dairy products, and reported promising results (Frau *et al.*, 2014; Pourahmad and Assadi, 2007; Quero *et al.*, 2014). Therefore, using autochthonous strains will lead to a more reliable reproduction of fermented products with their typical characteristics in the context of industrialized production (Feng *et al.*, 2016).

Kishk is a popular fermented milk product in many parts of the Middle East, used for long time to preserve the excess of milk (Damir *et al.*, 1992). It is traditionally prepared from yogurt, bulgur (ratio bulgur: yogurt 1:4), and salt, mixed together and fermented for 6 days at 35 °C. After fermentation, the mixture is shaped into balls and sun dried for up to 7 days. Finally, the dried mixture is ground and sieved to obtain kishk powder that can be stored in glass jars or cloth bags for 2 years without deterioration. kishk is usually reconstituted with boiling water and served as a hot soup (Tamime *et al.*, 1999a; Tamime and O'Connor, 1995).

Recent works (Salameh *et al.*, 2016b; Salameh and Hosri, 2015) investigated the physico-chemical and rheological properties of traditional kishk, and evaluated its hygienic quality. However, no information is published on the autochthonous microflora responsible of Lebanese kishk fermentation. In fact, the ingredients and production techniques used differ significantly among regions. This leads to a high diversity of the microflora and adversely affects the nutritional value and organoleptic properties of the final product (Herken and Çon, 2014; Salameh and Hosri, 2015; Uçar and Pınar, 2011). Therefore, kishk fermentation must be monitored in order to develop suitable autochthonous starter cultures with good technological characteristics, for a controlled and optimized kishk production, while maintaining its typical traits.

Consequently, the scope of this work was to isolate and identify the dominant microorganisms in traditional Lebanese kishk, and to evaluate chemical and microbiological changes during laboratory kishk manufacturing, in order to isolate autochthonous microflora.

### **3.2.3. Material and methods**

#### **3.2.3.1. Sample collection**

Ten samples of traditionally prepared kishk, packed in cloth bags or glass jars, were collected randomly from producers in different Lebanese regions. Each sample was taken in a sterile container separately and brought to the laboratory at 4 °C.

#### **3.2.3.2. Enumeration and isolation of microorganisms**

Samples of kishk (10 g) were dispersed in 100 mL peptone water solution and homogenized using a stomacher 400 circulator lab blender (Thomas Scientific, Swedesboro, USA). Further tenfold serial dilutions ranging from  $10^{-2}$  to  $10^{-6}$  were prepared, and 0.1 mL from the different dilutions were plated onto selective media for enumeration of isolates.

The counts of coliforms were determined using violet red bile agar (VRBA) incubated aerobically at 37 °C for 24 h. Counts of mesophilic rod and coccus LAB were determined on Man, Rogosa and Sharpe agar (MRS) and M17 agar, respectively, incubated anaerobically at 30 °C for 48 h.

Thermophilic rod and coccus LAB were determined on MRS and M17 agar, respectively, incubated anaerobically at 40 °C for 48 h. Finally, total yeasts counts were determined on Sabouraud dextrose agar (SDA), incubated aerobically at 25 °C for 48 h (Settanni *et al.*, 2011).

All media were purchased from Scharlab S.L. (Barcelona, Spain). Counts were carried out in triplicate. After appropriate incubation, distinct colonies with morphological differences (color,



shape and size) were picked and purified by successive sub-culturing on fresh agar plates of the isolation medium followed by microscopic examination.

#### **3.2.3.3. Identification of lactic acid bacteria**

Colonies from the MRS and M17 agar plates were examined for cell morphology, Gram stain, and catalase reaction by transferring fresh colonies to a glass slide and adding H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 5 % (v/v). Gram-positive, catalase-negative rods and cocci were identified as LAB.

Further classification was done according to the ability to ferment carbohydrate substrates using the API 50 CHL (BioMérieux, Marcy l'Etoile, France) kits according to the manufacturer instructions, and interpreted using APILAB PLUS software (version 3.2.2, BioMérieux, Marcy l'Etoile, France).

#### **3.2.3.4. Identification of yeasts**

Primary classification of colonies from SDA plates was based on colony characteristics (pigmentation and shape). Similarly, the API 20C AUX (BioMérieux, Marcy l'Etoile, France) system of carbohydrate assimilation profiles and the APILAB PLUS software were used to identify the yeast isolates to species level.

#### **3.2.3.5. Laboratory-based production of kishk**

Kishk laboratory-based production was carried out, as described by Salameh (2012), in order to study changes in microbial numbers, water content and pH during fermentation. Briefly, kishk was produced as follows: white bulgur was mixed with yogurt at a ratio of 1:3 (w/w) and incubated at 25 °C for 36 h. Salt (2 %, w/w) was added to the yogurt/bulgur mixture, in addition to strained yogurt at a ratio of 1:1.5 (w/w). The latter was incorporated daily in small proportions for up to 4 days and the mixture kneaded to facilitate fermentation. Kishk dough was then cut into small balls, spread over stainless steel trays and dried in an air oven at 50 °C for 8 hours. The resulting dry product was ground in a mill, sieved through 1 mm screen and stored in glass jars at 4 °C until tested.

Kishk samples were taken daily during 6 days of production and changes in chemical properties (pH and water content) and microbiological counts (lactic acid bacteria, yeast and mold, coliforms) of kishk were determined. The pH was measured, after blending 5 g kishk with 100 mL distilled water for 3 min and filtering the solution through Whatman 30 filter paper (Ibanoglu *et al.*, 1995),

using a pH meter (SI Analytics GmbH, Mainz, Germany). Water content was calculated by drying the samples at 103 °C in an air oven until obtaining a constant mass.

#### **3.2.3.6. Statistical analysis**

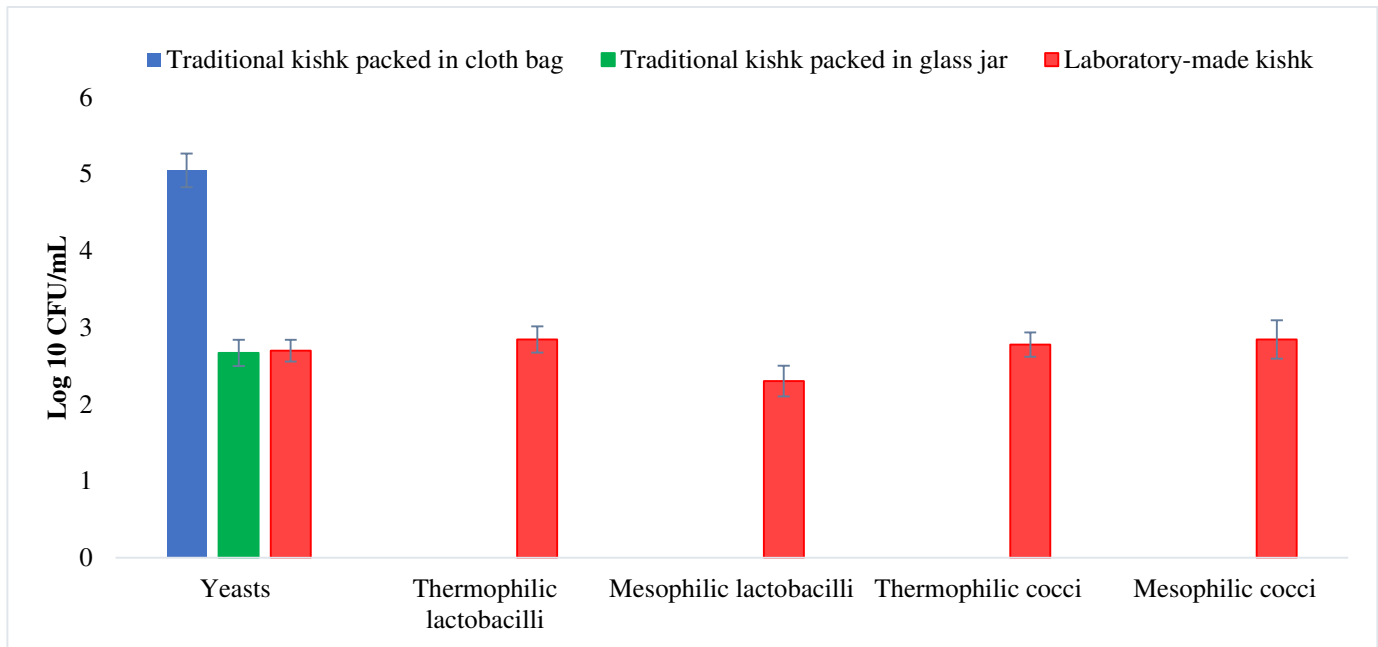
All chemical and microbiological analysis were made in triplicate. Microbial counts were analyzed after using logarithmic ( $\log_{10}$ ) transformation. Statistical calculations were performed by SPSS Statistical Software (version 16.00), and based on one-way analysis of variance. Statistically significant differences were considered at the level of  $p < 0.05$ .

### **3.2.4. Results**

#### **3.2.4.1. Enumeration of microorganisms**

The mean counts of LAB, yeasts and molds, and coliforms in the traditionally and laboratory-made kishk are shown in Figure 49. High counts of yeasts ( $5.04 \log_{10}$  CFU/mL) were recovered from kishk samples packed in cloth bags, whereas yeasts counts obtained from samples packed in glass jars ( $2.66 \log_{10}$  CFU/mL) and laboratory-made samples ( $2.69 \log_{10}$  CFU/mL) were significantly ( $p < 0.05$ ) lower. In fact, the growth of microorganisms during storage is affected by the type of container and packaging material (Kaur *et al.*, 2013; Mashak *et al.*, 2014). Therefore, the high contamination of Lebanese kishk with yeasts is strongly related to the traditional method of storage in cloth bags at ambient temperature (25 °C) that promotes yeasts growth, unlike glass jars that seem to be more suitable for storage.

Yeasts are generally the major contaminants encountered in fermented milks, owing to their ability to grow at low temperatures, pH and water activities, their resistance against high salt concentrations, their capacity of assimilation/fermentation of lactose and organic acids like succinic, lactic and citric acid, and finally their lipolytic and proteolytic activities (Ahmed *et al.*, 2014; Viljoen, 2001).



**Figure 49.** Microbial counts of traditional and laboratory-made kishk

Several studies evaluated the occurrence of yeasts in traditional fermented dairy products. Akabanda *et al.* (2010) reported yeasts counts ranging from 1.22 to 6.63 log<sub>10</sub> CFU/mL in nunu, a Ghanaian traditional fermented milk product. Also, Ahmed *et al.* (2014) evaluated the hygienic quality of some Egyptian dairy products (yogurt, labneh, raieb and butter milk ) and found similar values ranging from 3.36 to 4.62 log<sub>10</sub> CFU/mL.

As for the mean counts of thermophilic and mesophilic LAB recovered from laboratory-made kishk, they were quite analogous and ranged between 2.30 and 2.84 log<sub>10</sub> CFU/mL. Our results were lower than previous studies (Abdelgadir *et al.*, 2001; Savadogo *et al.*, 2004; Yu *et al.*, 2011), where higher LAB counts were reported in traditional fermented milks from Sudan, Burkina Faso and Mongolia. These variations can be explained by the use of raw milk rich in indigenous microorganisms, and the absence of the drying step that reduces the microbiota diversity in the case of kishk.

Conversely, no LAB growth was recorded in any traditional kishk sample, though it is a fermented milk and must generally contain lactic acid microflora. The predominance of yeasts in kishk and the absence of LAB is mainly attributed to the competition for nutrients that exists between LAB and yeasts, and also to the toxic compounds secreted by yeasts during their growth (Osborne and Edwards, 2007). Furthermore, lactic acid bacteria are responsible for the secretion of organic acids lowering pH, and stimulating indirectly the competitiveness of yeast population in the immediate

environment. Similar findings were reported by Erbaş *et al.*(2005) where LAB counts decreased continuously during the storage period of tarhana, a Turkish wheat flour-yoghurt dried mixture, due to the restricting factors such as temperature, pH, acid content, osmotic pressure and water activity. Finally, no molds or coliforms were recovered from any kishk sample from our study.

#### **3.2.4.2. Changes in microbial numbers and some chemical parameters during fermentation**

The changes in microbial counts, pH and water content during fermentation of kishk are shown in Figure 50. The pH value of kishk dough declined sharply from 4.58 to 4.29 after 36 h of fermentation. Then, it decreased gradually throughout the production to reach 4.19 at the end of drying process. Patterns of changes in pH were in agreement with previous findings (Erbaş *et al.*, 2005; Magala *et al.*, 2013), where a sharp pH decrease was reported during the fermentation of tarhana, owing to the production of organic acids by lactic acid bacteria and yeasts.

Besides, the initial water content of kishk dough was 34.6 % before fermentation, then it decreased to 30.5 % after 36 h of incubation. At the end of manufacturing period (including the drying step), as expected, water content decreased sharply from 22 to 6.16 %, due to the drying process and the increased surface area of kishk dried particles. Similar values were reported by Karagozlu *et al.*(2008) where tarhana final water content reached 5.8 % at the end of drying process, which is suitable for long-term storage without deterioration (Gurbuz *et al.*, 2010).

At the beginning of the fermentation, initial counts of yeasts were lower ( $4 \log_{10}$  CFU/mL) than thermophilic and mesophilic LAB counts. Then, they increased to  $6.79 \log_{10}$  CFU/mL within the first 36 hours of fermentation, and remained fairly constant throughout the production. Finally, a sharp decrease was observed during the drying step ( $2.69 \log_{10}$  CFU/mL).

The counts of mesophilic rods and cocci increased steadily ( $p < 0.05$ ) to 7.82 and  $7.99 \log_{10}$  CFU/mL, respectively. Similarly, thermophilic LAB counts increased to 7.96 and  $7.93 \log_{10}$  CFU/mL, respectively. Mesophilic and thermophilic LAB counts continued to increase in a parallel way throughout kishk production, with the daily incorporation of strained yogurt. Drying of kishk resulted finally in a decrease of all LAB counts of several log units, owing to the decreasing moisture content of the product (Sengun *et al.*, 2009). No mold growth was recorded during fermentation.

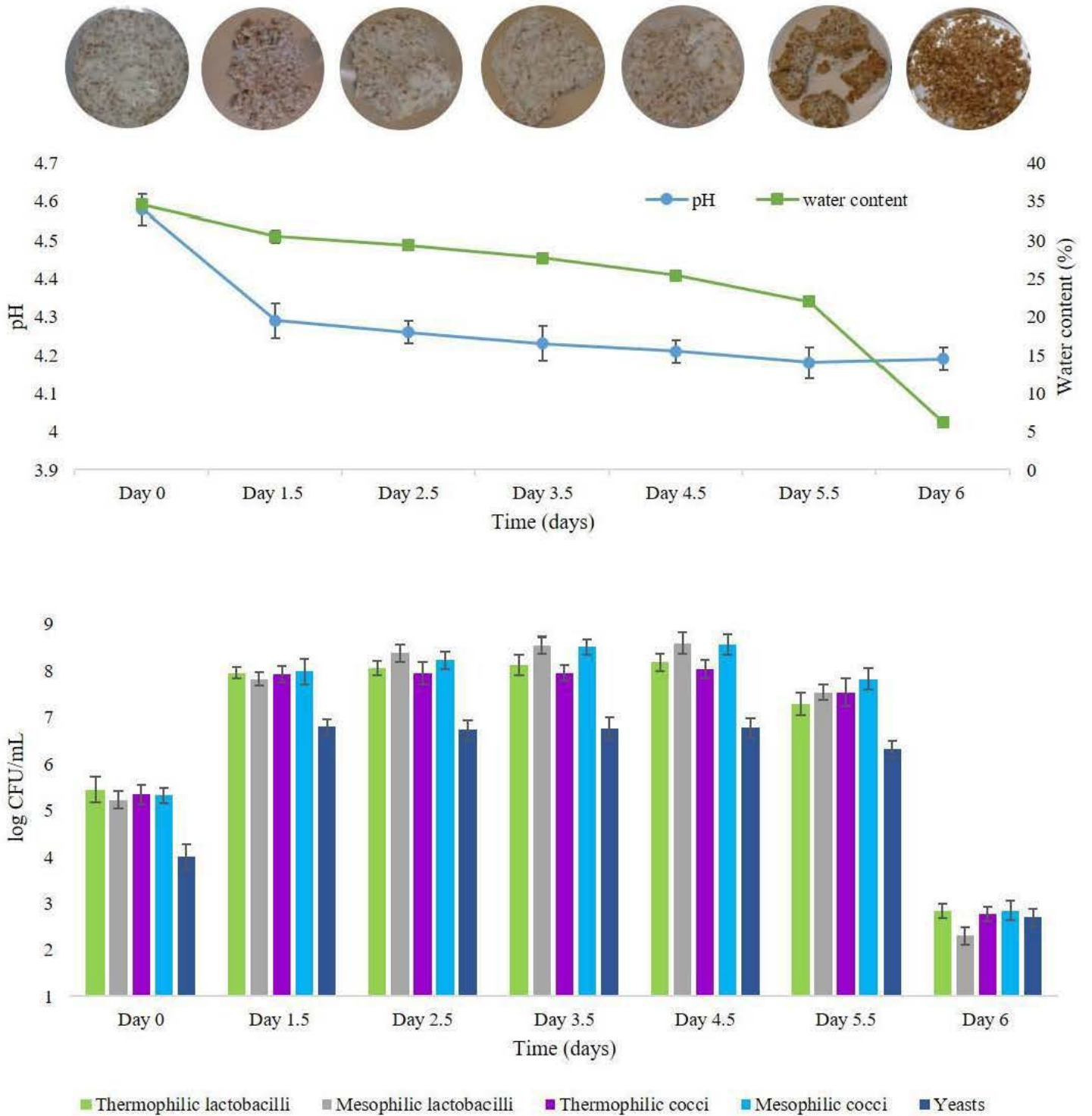
These results are not in agreement with previous studies on tarhana, where microbial populations of samples increased only during the first day of fermentation, and then decreased gradually in the

following days due to the increase in acid content and formation of components such as carbon dioxide, hydrogen peroxide, diacetyl, ethanol and bacteriocins (Erbaş *et al.*, 2005; İbanoğlu *et al.*, 1999). This decrease can be explained by the absence of any additional substrate (yogurt or strained yogurt) in tarhana fermentation, whereas during kishk production, strained yogurt was added daily to the dough and certainly contributed to the increase of microbial populations.

No coliforms were recovered from during fermentation, indicating no contamination occurred from environment and raw materials. The low pH, as a result of the production of organic acids (e.g. lactic acid), had an antimicrobial effect on several pathogens and caused the suppression of coliform population (Herken and Çon, 2014; İore *et al.*, 2005).

Consequently, kishk fermentation appears to be mainly a lactic acid bacterial one, where LAB populations are the predominant micro-organisms compared to yeasts. However, the presence of yeasts suggests that kishk is a complex ecosystem of mixed populations, where interactions may occur between LAB and yeasts and influence product characteristics and quality (Lefoka, 2009).

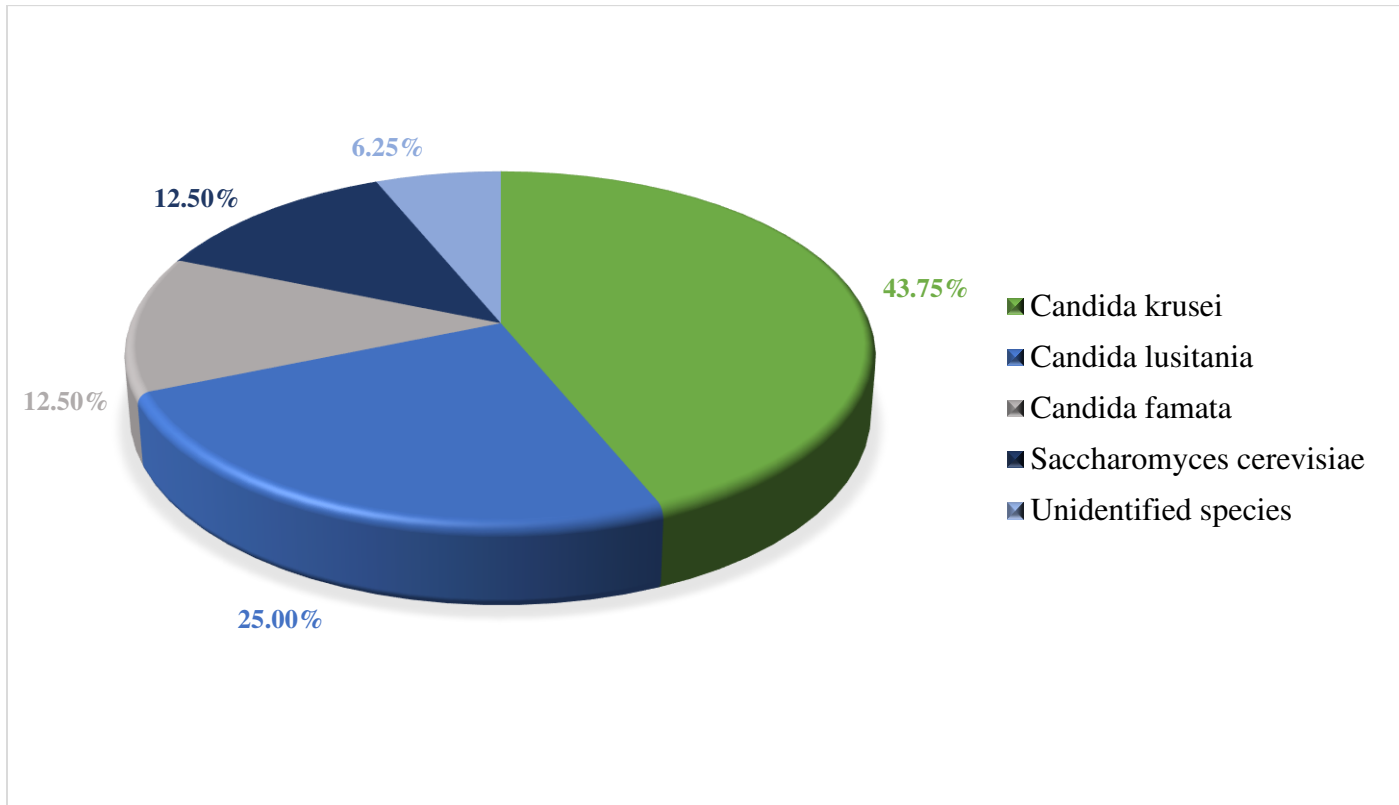
These interactions were elucidated in the case of Kefir, a traditional fermented milk in the Caucasus region; lactic acid bacteria and yeasts cohabited in a natural polysaccharide and protein matrix and constituted a unique symbiotic association (Gadaga *et al.*, 2001; Garofalo *et al.*, 2015).



**Figure 50.** Changes in average microbial numbers, pH and water content during kishk fermentation

### 3.2.4.3. Identification of microorganisms from traditional kishk

Out of several colonies developed on agar plates, and based on the carbohydrate assimilation and other biochemical criteria (Table 20), 16 yeast isolates were identified from traditional kishk samples. Out of these species, *Candida krusei* was the most frequently isolated from traditional kishk (Figure 51), followed by *Candida lusitania*, *Candida famata*, *Saccharomyces cerevisiae* and other unidentified species.



**Figure 51.** Percentage distribution of yeasts species isolated from traditional kishk samples

*Candida* species and *Saccharomyces cerevisiae* were often reported as major contaminants of fermented milks. For instance, *Candida lusitaniae* and *Candida krusei* were the predominant yeasts strains isolated from yogurt (Deak, 2007). *Candida famata*, *Candida krusei*, and *Saccharomyces cerevisiae*, were isolated from traditional African fermented milks such as rob in Sudan (Abdelgadir *et al.*, 2001), kwerionik in Uganda (Nakavuma *et al.*, 2011), suusac and amabere amaruranu (Ilore *et al.*, 2005; Nyambane *et al.*, 2014) both in Kenya. Finally, *Saccharomyces cerevisiae* was the most dominant yeast isolated from nunu, a Ghanaian traditional fermented milk product (Akabanda *et al.*, 2013), from tarhana in Turkey (Settanni *et al.*, 2011), and from Dooina, a Kurdish traditional fermented milk similar to kishk (Darvishi *et al.*,

2012). Though *Saccharomyces cerevisiae* is unable to ferment and assimilate lactose, it has the capacity to utilize the trace amounts of glucose and galactose in milk (Abdelgadir *et al.*, 2001).

**Table 20.** Phenotypical and biochemical characteristics of yeasts isolated from kishk

Characteristics	Number of strains				
	7	2	4	2	1
Colony color	White	White	Cream	Cream	White
Colony shape	Elongated to ovoid	Ovoid	Ovoid	Ovoid	Ovoid
D-Glucose	+	+	+	+	+
Glycerol	+	-	+	+	-
2-Keto-D-gluconate	-	-	+	+	-
L-arabinose	-	-	-	+	-
D-Xylose	-	-	-	+	-
Adonitol	-	-	+	+	-
Xylitol	-	-	-	+	-
D-Galactose	-	+	-	+	+
Inositol	-	-	-	-	-
D-Sorbitol	-	-	+	+	-
$\alpha$ -Methyl-D-glucoside	-	-	-	+	-
N-Acetylglucosamine	+	-	+	+	-
D-Cellobiose	+	-	+	+	-
D-Lactose	-	-	-	-	-
D-Maltose	-	+	+	+	-
D-Saccharose	-	+	+	+	+
D-Trehalose	-	-	+	+	-
D-Melezitose	-	-	+	+	+
D-Raffinose	-	+	-	+	+
Identity	<i>Candida krusei</i>	<i>Saccharomyces cerevisiae</i>	<i>Candida lusitania</i>	<i>Candida famata</i>	Unidentified



#### 3.2.4.4. Identification of LAB and yeasts during kishk fermentation

Based on the carbohydrate fermentation for LAB (Table 21) and assimilation for yeasts, and other biochemical criteria, 24 LAB and 6 yeast isolates were identified from the laboratory-made kishk samples. The most frequently isolated LAB species were *Lactobacillus plantarum* (58.40 %), *Lactobacillus pentosus* (29.10 %) and *Streptococcus thermophilus* (12.50 %), whereas *Saccharomyces cerevisiae* was the prevalent yeast during fermentation. These results confirm that LAB are the predominant microorganisms identified during kishk fermentation, and they play a major role in the generation of aromatic compounds typical for the final product (Ibanoglu *et al.*, 1995). *Lactobacillus plantarum* is widely used as starter culture in different fermentation processes contributing to the organoleptic properties, flavors, and texture as well as food safety (Ray and Montet, 2014). It has been found in a wide variety of fermented foods such as dairy products (fermented milk and cheeses), vegetable fermented foods, meat and fish sausages (Melgar-Lalanne *et al.*, 2012). In particular, it was associated with traditional fermented milks in Mongolia (Yu *et al.*, 2011) and tarhana in Turkey (Settanni *et al.*, 2011). *Streptococcus thermophilus* and *Lactobacillus plantarum* were identified together in laban rayib, a fermented milk in Chad (Doutoum *et al.*, 2013) and in amabere amaruranu, a Kenyan fermented milk (Nyambane *et al.*, 2014). *Lactobacillus pentosus* was isolated from Sameel milk, a traditional fermented milk product consumed mostly in nomadic areas of Saudi Arabia (Al-Otaibi, 2012). Finally, *Streptococcus thermophilus* was found in laban, a Lebanese fermented milk (Chammas *et al.*, 2006b) and in dahi, an indigenous fermented milk of Nepal (Bhattarai *et al.*, 2016).

Finally, *Saccharomyces cerevisiae* was found to be the predominant yeast species in labneh, owing to its high acid content and the limited access of air in the containers during cold storage, which encourage a special habitat that is most suitable for the growth of yeasts. Its predominance is attributed to the traditional method of manufacturing in cloth bags, and to its ability to ferment/assimilate glucose, galactose and lactic acid (Kavas *et al.*, 2006; Yamani and Abu-Jaber, 1994).

**Table 21.** Phenotypical and biochemical characteristics of LAB isolated from kishk

Carbohydrate	Number of strains		
	14	7	3
Glycerol	+	+	-
Erythritol	-	-	-
D-Arabinose	-	-	-
L-Arabinose	+	+	-
D-Ribose	+	+	+
D-Xylose	-	+	-
L-Xylose	-	-	-
D-Adonitol	-	-	-
$\beta$ -Methyl-D-xiloside	-	-	-
D-Galactose	+	+	-
D-Glucose	+	+	+
D-Fructose	+	+	+
D-Mannose	+	+	-
L-Sorbose	-	-	-
L-Rhamnose	-	+	-
Dulcitol	-	-	-
Inositol	-	-	-
D-Mannitol	+	+	-
D-Sorbitol	+	+	-
$\alpha$ -Methyl-D-mannoside	+	+	-
$\alpha$ -Methyl-D-glucoside	+	-	-
N-Acetylglucosamine	+	+	-
Amygdalin	+	+	-
Arbutin	+	+	-
Esculin	+	+	-
Salicin	+	+	-
D-Cellobiose	+	+	-
D-Maltose	+	+	-
D-Lactose	+	+	+
D-Melibiose	+	+	-
D-Saccharose	+	+	+
D-Trehalose	+	+	+
Inulin	-	-	-
D-Melezitose	+	-	-
D-Raffinose	-	+	-
Starch	-	-	-

Glycogen	-	-	-
Xylitol	-	-	-
$\beta$ -Gentiobiose	+	+	-
D-Turanose	-	-	-
D-Lyxose	-	-	-
D-Tagatose	+	+	-
D-Fucose	-	-	-
L-Fucose	-	-	-
D-Arabitol	-	-	-
L-Arabitol	-	-	-
Gluconate	-	+	-
2-Ketogluconate	-	-	-
5-Ketogluconate	-	-	+
Identity	<i>Lactobacillus plantarum</i>	<i>Lactobacillus pentosus</i>	<i>Streptococcus thermophilus</i>

Key: + positive reaction; - negative reaction

### 3.2.5. Conclusion

The main objective of this study was to isolate and identify the predominant micro-organisms involved during the production and fermentation of kishk, a Lebanese traditional fermented milk product. The results have shown that kishk is an interesting microbial ecosystem combination of autochthonous LAB and yeasts interacting together and influencing product characteristics and quality. The most frequently isolated microorganisms were *Lactobacillus plantarum*, *Lactobacillus pentosus*, *Streptococcus thermophilus* and *Saccharomyces cerevisiae*. However, yeasts populations prevailed during the storage of kishk powder, due to the low water content and pH, unfavorable conditions for bacterial growth and survival. *Candida krusei* was found to be the predominant yeast species recovered from traditional kishk.

Our work provides a strain resource for further studies through a new molecular approach, using rapid and accurate genotyping techniques, to select the most appropriate species for starter culture development. Consequently, the identified and isolated LAB and yeast species can be used as possible starter for a controlled and optimized kishk production.

### ***Conclusion partielle***

En conclusion, les résultats les plus significatifs de cette partie montrent que la poudre de kishk est fortement contaminée par des levures appartenant en majorité au genre *Candida* et à l'espèce *Saccharomyces cerevisiae*. Cette prévalence de levures est favorisée par la méthode traditionnelle de conservation du kishk dans des sacs en tissu à une température favorable à la croissance des levures, et par une forte compétition pour les nutriments existant entre les levures et les bactéries lactiques. De plus, l'évolution des propriétés chimiques et microbiologiques du kishk a été étudiée au cours de la fermentation. La teneur en eau et le pH diminuent progressivement pour atteindre 6.16 % et 4.19, respectivement, à la fin du séchage du kishk. Les teneurs moyennes en bactéries lactiques et levures augmentent tout au long de la production du kishk grâce à l'incorporation de yaourt concentré et diminuent significativement suite au séchage. Les bactéries lactiques prédominantes durant la fermentation sont *Lactobacillus plantarum*, *Lactobacillus pentosus* et *Streptococcus thermophilus*, et la levure *Saccharomyces cerevisiae* a aussi été isolée.

### **3.3. Caractérisation physico-chimique, rhéologique et sensorielle du kishk en poudre et du kishk réhydraté selon deux procédés de fabrication traditionnel et standardisé**

Après avoir caractérisé la poudre de kishk traditionnel du point de vue physico-chimique, rhéologique et microbiologique, une démarche d'optimisation du procédé de fabrication artisanale de la poudre de kishk est proposée. La connaissance de ces propriétés est en effet indispensable pour innover, améliorer la qualité du produit fini et contrôler sa constance au niveau industriel.

Traditionnellement, le kishk est séché au soleil, ce qui induit un risque élevé de contamination microbienne et physique. Le schéma de fabrication standard du kishk (Figure 28) a donc été modifié et adapté à une production industrielle, en utilisant la technique de séchage convectif par air chaud, afin de produire du kishk de meilleure qualité microbiologique.

Ainsi, l'objectif de cette étude est de caractériser au niveau physico-chimique, rhéologique et sensoriel le kishk en poudre et le kishk réhydraté, produits selon deux procédés de fabrication traditionnels et standardisés.

Le rhéomètre à poudre FT4 a été utilisé afin de mesurer d'une part les propriétés d'écoulement de ces deux types de poudres soumises à différents tests (test dynamique, compressibilité,

perméabilité, aération et cisaillement), et d'autre part de les comparer à celles de la farine de blé et de la poudre de lait entier.

Ces travaux ont fait l'objet de la rédaction d'un article soumis à Journal of Food Engineering :

Salameh, C., Petit, J., Banon, S., Gaiani, C., Hosri, C., Scher, J. Effect of process conditions on the physicochemical, rheological and sensory properties of Lebanese kishk, a dried fermented milk-cereal mixture. Soumis à Journal Food of Engineering

Les deux poudres de kishk présentent des propriétés d'écoulement quasi similaires, ce qui prouve que les conditions de production et de séchage n'ont pas modifié la structure de la poudre de kishk et son comportement rhéologique. La poudre de kishk semble être un matériau cohésif et compressible avec une faible aptitude à l'écoulement, due à sa richesse en matières grasses et à une distribution bimodale de taille de ses particules de formes irrégulières.

### **Effect of process conditions on the physicochemical, rheological and sensory properties of Lebanese kishk, a dried fermented milk-cereal mixture**

Christelle Salameh, Jeremy Petit, Sylvie Banon, Claire Gaiani, Chadi Hosri, Joël Scher

#### **3.3.1. Abstract**

In this study, the physical and flow properties of traditional and laboratory-made kishk powders, a Lebanese dried fermented milk-cereal mixture, were investigated in order to understand how processing affected the flowability of these powders. Besides physicochemical properties (composition, particle size, and microstructure), powder flow properties were measured using the FT4 powder rheometer and compared with the flow characteristics of wheat flour and whole milk powder. The  $D_{50}$  values of laboratory-made and traditional kishks were found at 302 and 426  $\mu\text{m}$ , respectively. Traditional and laboratory-made kishks were constituted of irregularly shaped particles with a rough surface and exhibited similar flow properties, proving that processing did not alter kishk powder structure and flow behavior. Kishk powders were shown to be cohesive and highly compressible materials with poor flow properties, in accordance with their irregularly shaped particles, high fat content, and bimodal particle size distribution. Kishk soups prepared from traditional and laboratory-made powders exhibited a non-Newtonian shear thinning behavior, and received similar scores for acceptability and the sensory attributes analyzed.

**Keywords:** kishk, flow properties, rheological, sensory, FT4 rheometer, process conditions.

### 3.3.2. Introduction

Food powders, ranging from raw materials and ingredients such as flours and spices, to processed products like instant coffee or milk powders, play an important role in the food industry (Barbosa-Cánovas *et al.*, 2005). They present many advantages such as easier transport, handling, storage, and long term biological stability (Chen and Li, 2009; Cuq *et al.*, 2011). Many factors contribute to the diversity of food powders, such as the various sources of agricultural raw materials and the complexity of their chemical composition, the heterogeneity of native structures (either crystalline, semi-crystalline, or amorphous) of the product, and finally powder reactivity according to water content and temperature (Cuq *et al.*, 2011). Food powders are complex systems, distinct by their composition, microstructure, particle size distribution, chemical and physical properties, and functionalities (Barbosa-Cánovas *et al.*, 2005). Therefore, characterizing food powders and understanding their flow behavior is essential to deliver a final product of optimum quality, both in physicochemical, technofunctional, as well as nutritional terms (Barbosa-Cánovas *et al.*, 2005; Chen and Li, 2009; Cuq *et al.*, 2011).

However, the flow behavior of powders is complex and multifactorial; it is not an inherent property of a material, but results from the combined influence of its physicochemical properties and of environmental and processing factors (Prescott and Barnum, 2000). Powder flowability, defined as the capacity to flow under a specified set of stress conditions, depends on powder bulk properties (particle size and shape distributions, density, moisture content, composition, surface chemistry), which are influenced by handling, air relative humidity, temperature, and storage conditions (Ambrose *et al.*, 2016; Bian *et al.*, 2015a).

A large number of scientific works has been conducted to investigate the flow properties of food powders. Benković *et al.* (2013) evaluated the flow properties of industrial flour, sugar, cocoa, maize semolina, and skim milk powders. The flow properties of maize, wheat, and potato starches were also investigated by Stasiak *et al.* (2013); cereal and potato starches were found to markedly differ in morphological and mechanical features. Varghese and Pandey (2015) formulated a new fermented milk powder in India, i.e. a freeze-dried lassi powder, and studied its flowability: the product exhibited good flowability, aeration, and compressibility characteristics.

Fitzpatrick *et al.* (2007, 2005, 2004b) also studied the flowability of different dairy powders and found that the major factors affecting flow properties were moisture, amorphous lactose, fat content, particle size, and storage conditions (temperature and air relative humidity). Bian *et al.*,

2015a investigated the effects of contents in moisture and chaff, a common impurity in bulk wheat, on the flow characteristics of wheat: flowability decreased as moisture and chaff contents increased, and this is expected to strongly influence the discharge of wheat from hoppers and storage vessels.

Thus, previous research on powder flow properties has essentially been focused on food powders used as raw materials (sugar, wheat flour, cereal starches, etc.), whereas little is known about the flowability of complex powder products (cheese, dried fermented milk, cereal-based fermented food powders, etc.). Kishk powder is a dried fermented milk-cereal mixture, widely consumed in Lebanon. It is traditionally manufactured using yogurt, bulgur (parboiled cracked wheat), and salt. Usual recipes involve the following steps. Yogurt and bulgur are mixed together in a ratio of 4:1 and salt is added. The obtained dough undergoes a fermentation stage at 35 °C lasting up to 6 days and the mixture is kneaded daily. Then, kishk dough is shaped into small balls and sun-dried. Dried kishk is finally milled into a powder at granaries and stored in glass jars or cloth bags (Tamime *et al.*, 2000; Tamime and O'Connor, 1995). It is usually consumed in the form of a thick soup after reconstitution with boiling water. However, one of the crucial steps in the traditional production of kishk is sun drying, where a high risk of microbial and physical contamination exists (Sengun and Karapinar, 2012). Recent studies (Salameh and Hosri, 2015; Zouhairi *et al.*, 2010) reported an unacceptable amount of contaminants in traditional kishk samples and suggested producing kishk at industrial scale using modern drying techniques, with a view to protect consumers health and produce a standard and stable product. Therefore, the objective of this study was to compare the physicochemical properties and flow behavior of traditional and laboratory-made kishk powder, and to evaluate the effect of processing on the sensory and rheological properties of kishk soup.

### **3.3.3. Material and methods**

#### **3.3.3.1. Material**

The ingredients used in kishk preparation were purchased from local markets in Keserwan, Lebanon. Commercial white coarse bulgur, full fat yogurt made from whole cow's milk (11 % dry matter, 3.5 % fat), strained yogurt (26 % dry matter, 10 % fat), and salt were used. Traditional kishk was obtained in a village in Mount Lebanon. Granulated whole milk powder (Lactalis, Laval, France; 3.3 % moisture, 26 % fat, and 27 % proteins) and wheat flour (Francine, Ivry sur Seine,

France; 14.9 % moisture, 1.2 % fat, and 12.9 % proteins) were used as powder models for comparison purposes.

### 3.3.3.2. Kishk production

The production method of kishk in laboratory conditions was based on a previous study (Salameh and Hosri, 2015) that proposed a modified flow diagram for kishk suitable for industrial production according to traditional practices. White coarse bulgur (100 g) was mixed with yogurt (300 g) and the resulting mixture was left to ferment in an incubator at 20 - 25 °C for 36 h. Salt was added to the yogurt/bulgur mixture (2 g salt for 100 g bulgur). Strained yogurt (150 g total) was also added in small amounts during 4 days and the mixture was kneaded daily to encourage fermentation. At the end of the fermentation, kishk dough was cut into small balls of 3 - 5 cm diameter, placed into stainless steel trays, and dried in a convection oven at 50 °C for 8 h. The resulting dry product was ground in a mill and sieved through a 1-mm screen. Kishk powder was stored in glass jars at 4 °C until analysis.

### 3.3.3.3. Chemical composition

Protein, fat, ash, moisture of different types of kishks were determined using the methods of the AOAC (Association of Official Analytical Chemists., 1995). Moisture was determined by weight loss after drying 3 g of each sample until constant weight in an air oven at 105 °C. Ash content was also measured by incinerating 3 g of sample at 550 °C in a furnace until constant weight. Protein was determined according to Kjeldahl method with a conversion factor of 6.25. Fat was calculated by performing solvent extraction of 3 g of sample with the Soxhlet method using a mix of 1:1 (v:v) petroleum ether : diethyl ether. Sample pH was determined as described by (Ibanoglu *et al.*, 1995), after blending 5 g kishk with 100 mL distilled water for 3 min and filtering the solution through Whatman 30 filter paper. The pH of obtained solution was measured using a digital pH meter (SI Analytics GmbH, Mainz, Germany). All chemicals were of analytical-reagent grade and purchased from Sigma-Aldrich.

### 3.3.3.4. Particle size and microstructure

Particle size distribution of the four powders was determined by laser diffraction using Mastersizer 3000 instrument (Malvern Instruments, Worcestershire, UK) equipped with a dry powder disperser unit Aero S operating at 1.5 bars (100 % air pressure, 100 % feed rate, 2 mm hopper length). The particle size distribution was characterized by the mean particle size  $D_{50}$  and span (Eq. 13), where



$D_{50}$  is defined as the diameter in volume for which half of the population lies below this value. Similarly, 10 % and 90 % of the distribution lies below the  $D_{10}$  and  $D_{90}$ , respectively.

$$Span = \frac{(D_{90} - D_{10})}{D_{50}} \quad \text{Eq. 13}$$

The microstructure of all powders was analyzed by scanning electron microscopy (SEM). Samples were mounted onto stubs using a carbon adhesive tab and coated with a layer of gold and palladium for 100 s (Polaron SC7640, Thermo VG Scientific, UK). Preparations were observed under SEM (Cambridge Stereoscan S240) at an acceleration voltage of 5 kV.

### 3.3.3.5. Flow properties

The powders flow properties were characterized using the FT4 powder rheometer (Freeman Technology, Worcestershire, UK), through stability and variable flow rate, compressibility, permeability, aeration, and shear tests, with the 50 mm geometry. Detailed descriptions of this equipment and its use in powder characterization can be found elsewhere (Bian *et al.*, 2015b; Freeman, 2007; Leturia *et al.*, 2014; Ludwig and Miller, 2015). All experiments were repeated in triplicate.

- **Stability and variable flow rate test**

This FT4 standard test includes a combination of conditioning and test cycles to evaluate if the powder flow behavior is affected (by agglomeration, segregation, attrition, etc.) by successive analyses.

160 mL sample, placed in a 50 mm borosilicate cylindrical vessel, was prepared for analysis by a conditioning cycle performed by gentle displacement of the blade in the powder bed, in order to establish a uniform and reproducible state of the powder, independent from the previous stress-time history. Then, the powder was forced to flow over seven tests at a constant blade tip speed (100 mm/s) with intermediate conditioning cycles. The flow energy required for the blade to pass through the bed was measured for each test and the stability index (SI) was calculated (Eq. 14).

$$SI = \left( \frac{\text{Total energy consumed at test number 7}}{\text{Total energy consumed at test number 1}} \right) \quad \text{Eq. 14}$$

The basic flow energy (BFE), corresponding to the energy required to move a conditioned powder sample during downwards testing, was also calculated from the results obtained at 100 mm/s tip speed (test 7). Then, the flow energy was measured at four reduced blade tip speeds (100, 70, 40,

and 10 mm/s), in order to evaluate powder sensitivity to flow rate (tests 8 to 11) by calculating the flow rate index (FRI) (Eq. 15) (Bian *et al.*, 2015b; Leturia *et al.*, 2014; Ludwig and Miller, 2015).

$$FRI = \frac{\text{Flow energy of test 11 (10 mm/s blade tip speed)}}{\text{Flow energy of test 8 (100 mm/s blade tip speed)}} \quad \text{Eq. 15}$$

- **Compressibility**

The compressibility test evaluates the ability of powders to consolidate under a given normal stress, which allows mimicking the mechanical compaction that occurs during handling, storage, and transportation (Bian *et al.*, 2015b; Fu *et al.*, 2012). During the test, 85 mL sample was placed in a 50 mm cylindrical vessel and preconditioned using the 48 mm blade. Then, the blade was changed to a vented piston that compressed the powder sample under increasing normal stresses (from 0.5 to 15 kPa in 9 steps). For each compression step, the normal stress ( $\sigma$ ) was held constant for 60 s in order to allow the powder bed to stabilize and the percentage change in volume after compression was calculated (Bian *et al.*, 2015b; Leturia *et al.*, 2014).

- **Permeability**

The permeability test measures how easily a material can transmit air through its bulk (Fu *et al.*, 2012). Same as for compressibility test, 85 mL sample was placed in a 50 mm cylindrical vessel and preconditioned. Then, the powder bed was compressed using a vented piston, before being consolidated at increasing normal stresses (from 1 to 15 kPa in 9 steps) at 2 mm/s air flow velocity. The resistance to air flow at different applied normal stresses was measured as air pressure drops (mbar) when passing through the powder bed (Bian *et al.*, 2015b; Freeman, 2007; Fu *et al.*, 2012).

- **Aeration test**

The aeration test evaluates the ability of powders to fluidize, by measuring the change in flow energy according to air velocity through the powder bed. 160 mL sample was first placed in a 50 mm vessel fitted with a porous plate and conditioned to reach a stable and reproducible state. After initial conditioning, the velocity of air passing through the sample was gradually increased (2, 4, 6, 8 and 10 mm/s) while maintaining a constant blade tip speed (100 mm/s). The flow energy at each air velocity was recorded and the aeration ratio (AR) was consequently calculated using the following equation (Bian *et al.*, 2015b; Freeman, 2007; Ludwig and Miller, 2015).

$$AR = \frac{\text{Flow energy at 0 mm/s air velocity}}{\text{Flow energy at 10 mm/s air velocity}} \quad \text{Eq. 16}$$

- **Shear cell measurements**

Shear cell test provides an indication of how easily a powder, initially at rest, can pass from a static state to dynamic flow (Freeman, 2007). 85 mL sample was initially conditioned by a pass-through of a 48 mm dynamic blade in order to produce a homogeneous initial state (Freeman *et al.*, 2009). Then, a pre-consolidation stage (at 9 kPa for 60 s) was carried out using the vented piston moving vertically at a maximum speed of  $0.08 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ , allowing any entrained air to escape easily. A pre-shearing step with the rotational shear head was essential to over-consolidate the sample at a maximum normal stress (60 s at 9 kPa) prior to shearing. Shearing cycles were successively carried out at decreasing applied normal stresses (7, 6, 5, 4 and 3 kPa) at  $18^\circ/\text{min}$  rotational speed. The shear stress ( $\tau$ ) required to cause failure and create flow is recorded for each applied normal stress ( $\sigma$ ) and each data point was plotted to construct the yield loci.

Shear tests were analyzed according to Mohr's representation of the plane stress state ( $\sigma$ ;  $\tau$ ) and the Coulomb rupture criterions (friction coefficient and cohesion) (Freeman *et al.*, 2009). The friction coefficient ( $\mu$ ) and cohesion ( $c$ ) were calculated according to Eq. 17 (Freeman, 2007; Hafsa *et al.*, 2015; Leturia *et al.*, 2014; Ludwig and Miller, 2015; Rondet *et al.*, 2013).

$$\tau = \mu\sigma + c \quad \text{Eq. 17}$$

### 3.3.3.6. Rheological measurements of kishk soup

Kishk soups viscosity profiles were studied to determine their flow behavior. Rheological measurements were performed using a rotational rheometer (Kinexus, Malvern Instrument, Orsay, France). The studied suspensions were prepared from artisanal and laboratory-made kishk powders (laboratory type) using a traditional protocol. Kishk powder is mixed with distilled water in a weight ratio of 1: 4. The mixture is heated to boiling with constant stirring at 300 rpm (Shaker IKA ETS-D5) and a sample is immediately transferred for rheological flow measurement at  $25^\circ \text{C}$ . The upper module (20 mm diameter) is used with a measurement gap set to 1 mm. A cover is placed upon the descent of the upper module to limit the sample drying. An equilibration time of 5 minutes at  $25^\circ \text{C}$  of the freshly prepared sample is respected before any rheological measurement. The variation of sample viscosity is measured for 15 minutes as a function of increasing shear rate from  $0.1$  to  $100 \text{ s}^{-1}$ . Linearizing the viscosity curves as a function of the shear rate follows a power law:

$$\eta = k\dot{\gamma}^{n-1}$$

$\eta$  : viscosity (Pa.s)

$\dot{\gamma}$  : shear rate ( $s^{-1}$ )

$k$  : consistency index (Pa.s<sup>n</sup>)

$n$  : flow index (dimensionless), less than 1 in most cases for a shear thinning or pseudoplastic fluid (Choplin et al., 2010; Scher, 2014)

#### **3.3.3.7. Sensory evaluation**

A panel of 12 subjects, between 20 and 45 years old, evaluated the sensory properties of kishk soups, and gave scores for color, smell, consistency, acidity, bitterness, aftertaste, mouth-feel, and overall acceptability on a hedonic scale from 1 to 9. Kishk soups were prepared by mixing and heating 20 g of Kishk powder with 80 mL water with constant stirring until boiling. The samples were labeled randomly with three digit numerical codes. The cooked samples were served to the panelists in ceramic bowls. Water was provided to the panelists to rinse their mouths between samples.

#### **3.3.4. Statistical analysis**

Measurements were performed in triplicate for each sample and mean values and standard errors were reported. Statistical analyses were carried out using SPSS software (version 16.0). One-way analysis of variance (ANOVA) and Tukey HSD test were used to establish the significance of differences among the powders. Calculations were performed considering statistical significance at 5 %.

#### **3.3.5. Results and discussion**

##### **3.3.5.1. Composition**

The compositions of laboratory-made and traditional kishk samples are given in Table 22. Significant differences in protein and fat contents were found among kishk powder samples, whereas pH, moisture, and ash contents were not significantly affected by processing. Fat and protein contents of laboratory-made kishk (20.24 and 22.14 %, respectively) were higher than those of traditional product, which was expected to be due to the higher amount of yogurt and strained yogurt used in the formulation of kishk (Figure 1).

Moisture content, ash, and pH value of laboratory-made kishk were in agreement with previous findings for kishk (Salameh *et al.*, 2016b; Tamime *et al.*, 1999a) and tarhana, a Turkish wheat flour-yoghurt mixture (Karagozlu *et al.*, 2008). The composition of kishk powder is strongly dependent on employed ingredients (yogurt, strained yogurt, and bulgur), their ratio, and bulk composition, as well as on the milk type and the fermentation conditions (Erkan *et al.*, 2006; Salameh *et al.*, 2016b; Tamime and O'Connor, 1995).

**Table 22.** Composition of laboratory-made and traditional kishks (g / 100 g)

Milk type	Moisture	Ash*	Proteins*	Fat*	pH
Laboratory-made kishk	6.15 <sup>a</sup> ± 0.12	6.46 <sup>a</sup> ± 0.45	22.14 <sup>b</sup> ± 0.46	20.24 <sup>b</sup> ± 0.35	4.19 <sup>a</sup> ± 0.16
Traditional kishk	6.40 <sup>a</sup> ± 0.08	6.67 <sup>a</sup> ± 0.38	20.25 <sup>a</sup> ± 0.86	18.15 <sup>a</sup> ± 0.54	4.24 <sup>a</sup> ± 0.14

\* Data calculated on dry-matter basis

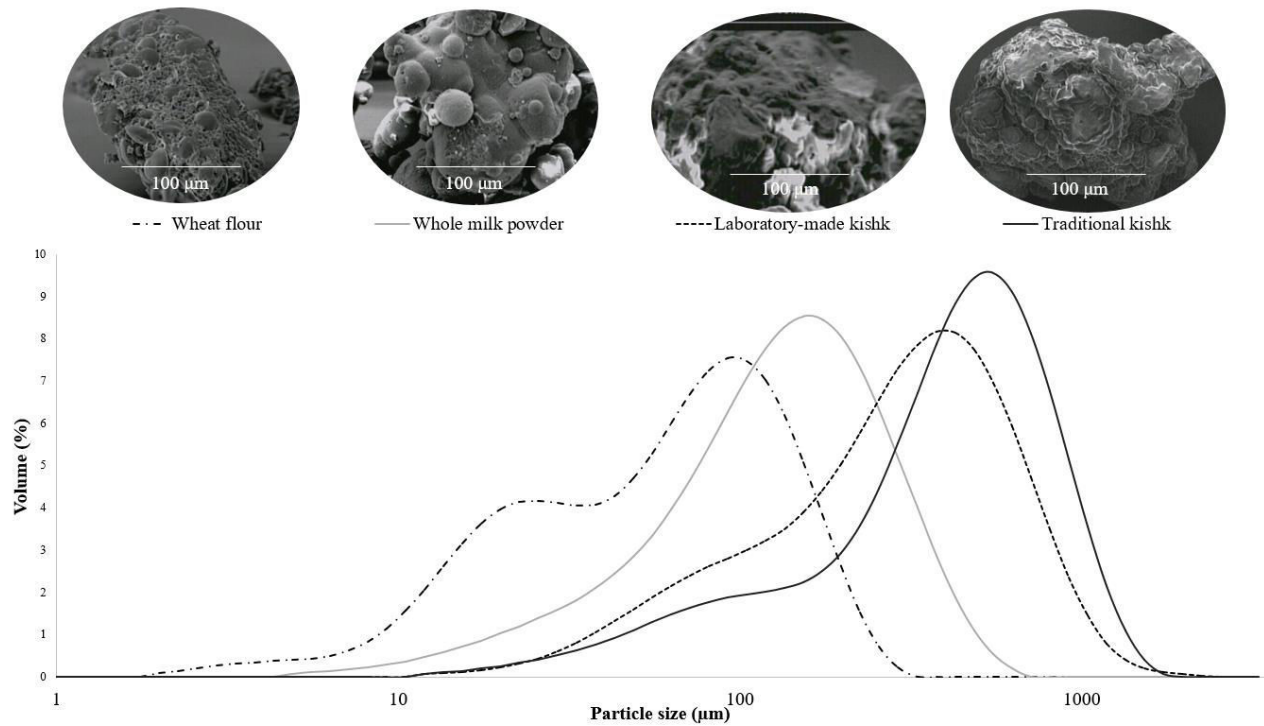
*Different letters within the same column indicate significant differences (p < 0.05).*

### 3.3.5.2. Particle size distribution and microstructure

The particle size distributions and microstructures of wheat flour, whole milk powder (WMP), traditional and laboratory-made kishk powders are shown in Figure 52. Size distribution curves for all materials were not similar in shape.

WMP displayed a monomodal size distribution (span = 1.98), whereas wheat flour, laboratory-made, and traditional kishk powders displayed a bimodal one (span = 2.20, 2.06, and 1.82, respectively).

The D<sub>50</sub> values for wheat flour, WMP, laboratory-made and traditional kishks were found at 62, 132, 302 and 426 μm, respectively. Both kishk powders were considered as relatively coarse materials, with high D<sub>50</sub> values; this discrepancy in mean particle size may be related to the milling and sieving of kishk powder.



**Figure 52.** Particle size distribution (in volume) and SEM micrographs ( $\times 500$  magnification) of the different powders.

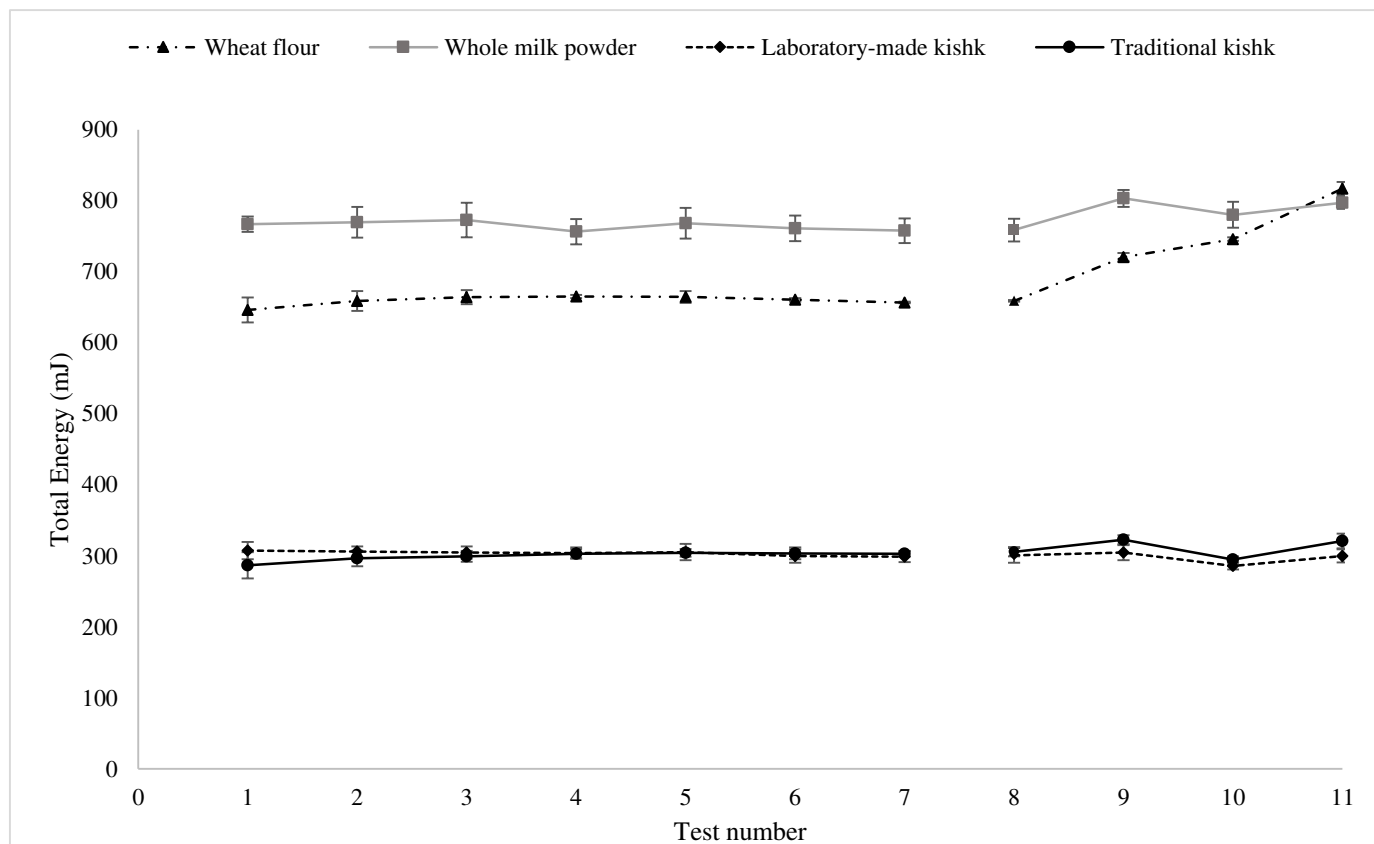
The SEM micrographs shown in Figure 52 correlate well with the particle size distribution: laboratory-made and traditional kishk particles were large and irregularly shaped with a rough surface, covered with fat. Wheat flour particles were the smallest ( $D_{50} < 100 \mu\text{m}$ ) with an irregular shape and a rough surface, whereas WMP particles were relatively spherical with a smoother surface.

### 3.3.5.3. Flow properties

- **Stability and variable flow rate test**

The flow energy measurements, for seven identical tests followed by variable flow rate tests at reducing blade tip speeds, are presented in Figure 53. The high levels of repeatability of the initial 7 tests for all tested powders show that they have a stable rheology (Ludwig and Miller, 2015), ensuring relevance of flow parameters determined and calculated by the FT4 instrument. Different parameters such as Basic Flowability Energy (BFE), Stability Index (SI) and Flow Rate Index (FRI) were determined from this test and presented in Table 23. BFE is a key parameter in

characterizing powder flow property: it is the energy required to move a powder in a conditioned and stabilized state (Phan *et al.*, 2015).



**Figure 53.** Dynamic flow energy measurements at fixed and variable blade speeds.

The four samples generated significantly different BFE values. WMP displayed the highest BFE value (757.86 mJ) followed by wheat flour (656.80 mJ), while the BFE values of laboratory-made and traditional kishk were very close ( $\approx 300$  mJ). In fact, BFE value depends on the size of the flow zone - the number of particles moving at any instant as the blade rotates - ahead of and around the rheometer blade and also on the compressibility of the powder bed. Thus, compressible powders will have a relatively small flow zone and consequently a smaller BFE value, whereas relatively large amounts of powder sample are entrained in the case of less cohesive materials, resulting in a higher BFE (Freeman and Cooke, 2006a, 2006b).

The amount of energy did not change significantly as a result of repeated conditioning for all powders, therefore all measured stability indices (SI) were close to 1 (Table 23) with no significant difference among samples. Powders with stability index values close to unity are considered to be

physically stable, they do not segregate or agglomerate as a result of forced flow (Ludwig and Miller, 2015; Phan *et al.*, 2015).

The flow rate index (FRI) was also close to 1 for all powders. However, wheat flour had the highest FRI value, reflecting a more cohesive powder that requires greater flow energy at lower flow rates, and thus exhibits a higher resistance to flow (Freeman, 2007). The closer the FRI is to 1, the less sensitive a powder is to changes in blade tip speed (Phan *et al.*, 2015). A low FRI is more advantageous, as it indicates that it is not necessary to apply more force to move the powder at a lower flow rate (Freeman, 2007).

**Table 23.** Dynamic flow properties of tested powders

	Basic flow energy (mJ)	Stability index (-)	Flow rate index (-)	Bulk density (g/mL)
Wheat flour	656.80 <sup>b</sup> ± 0.92	1.02 <sup>a</sup> ± 0.01	1.24 <sup>b</sup> ± 0.05	0.72 <sup>c</sup> ± 0.01
Whole milk powder	757.86 <sup>c</sup> ± 17.35	0.99 <sup>a</sup> ± 0.02	1.05 <sup>a</sup> ± 0.04	0.52 <sup>a</sup> ± 0.02
Laboratory-made kishk	299.00 <sup>a</sup> ± 7.92	0.97 <sup>a</sup> ± 0.01	1.00 <sup>a</sup> ± 0.01	0.67 <sup>b</sup> ± 0.01
Traditional kishk	302.88 <sup>a</sup> ± 3.53	1.06 <sup>a</sup> ± 0.05	1.05 <sup>a</sup> ± 0.03	0.65 <sup>b</sup> ± 0.03

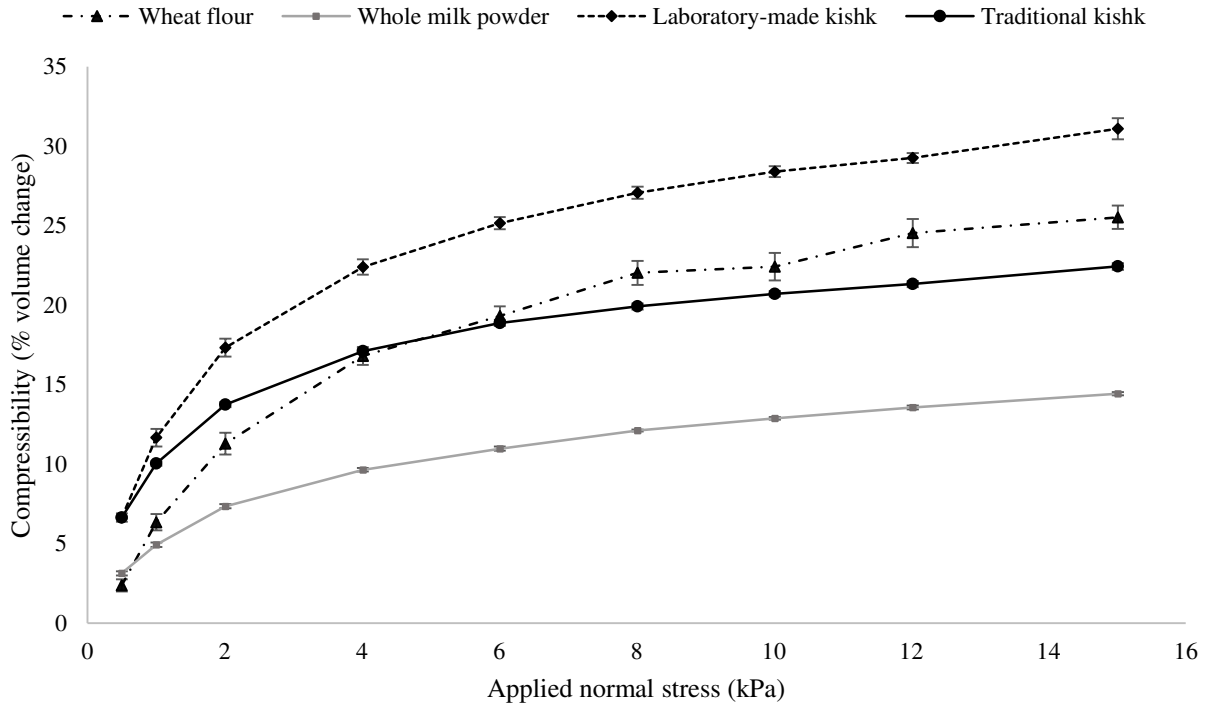
*Different letters within the same column indicate significant differences (p < 0.05).*

Wheat flour was characterized by the highest bulk density (0.72 g/mL), whereas WMP displayed the lowest density. No statistically significant difference in bulk density of laboratory-made and traditional kishks was noted. Our results were in agreement with the findings of Szulc *et al.* (2016), who reported that bulk density of powders strongly depends on their granulometry. Higher particle size reduces bulk density; the smaller size of wheat flour particles led to higher bulk density values. As for WMP, its low bulk density can be explained by its high fat content, due to the lower density of milk fat relatively to protein and lactose, reducing the overall density of the powder (Szulc *et al.*, 2016).

- **Compressibility**

The variation of powder compressibility according to normal stress is shown in Figure 54. This test is not a direct evaluation of a powder flowability, but it is a useful indicator of whether a powder is cohesive or free flowing, by revealing the strength of adhesive forces between particles (Crawford *et al.*, 2016; Freeman and Fu, 2008).





**Figure 54.** Compressibility of all powders at various normal stress values.

The results showed that, for all powders, the percent change in volume logically increased with the applied pressure. Laboratory-made kishk was by far the most sensitive powder to compression (31.08 % at 15 kPa) with density changes significantly higher than other three materials. Wheat flour and traditional kishk powders exhibited nearly identical compressibilities (25.52 and 22.44 %, respectively), whereas whole milk powder was the least compressible (14.43 % at 15 kPa), mainly due to the spherical shape of its particles. Chikosha *et al.* (2014) found that particle morphology had a significant effect on the compressibility percentage of different titanium powders, where spherical particles showed the least compressibility compared to angular and spongy ones.

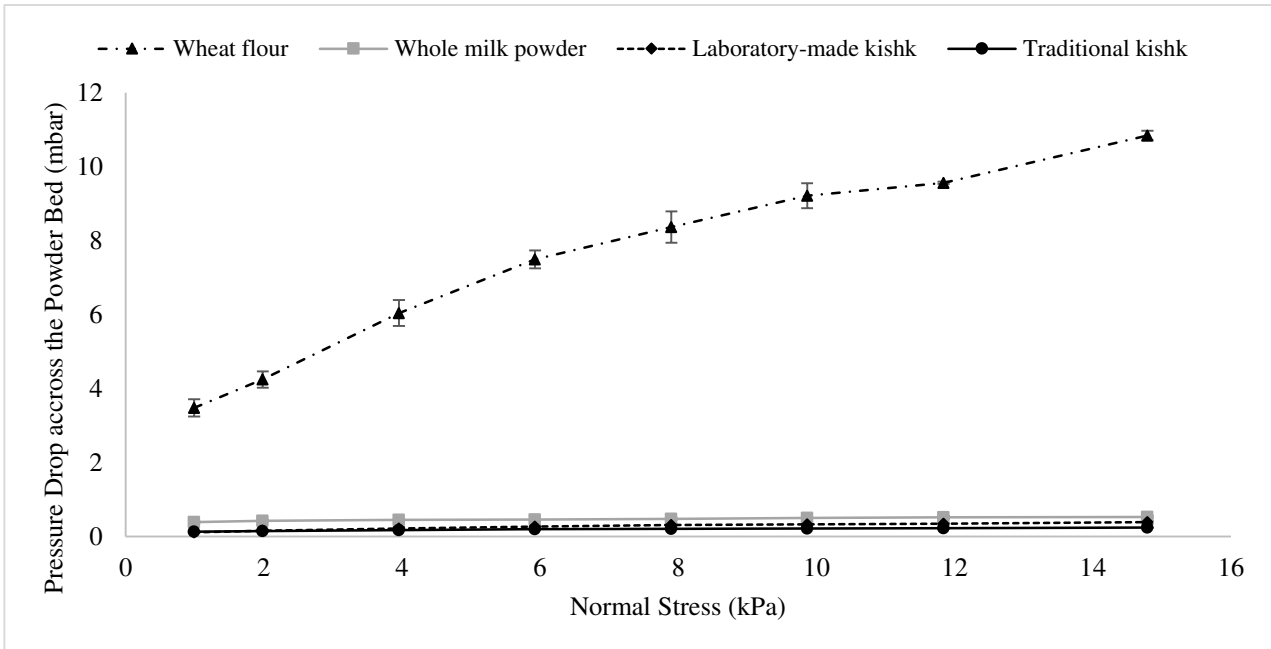
Compressibility percentages of wheat flour and kishks were comparable to values reported in previous studies. Potato starch and wheat flour exhibited high compressibilities (22 - 30 %) owing to their small particle size and high cohesiveness (Bian *et al.*, 2015b; Stasiak *et al.*, 2013). In fact, cohesive powders tend to contain relatively large amounts of air and are far more easily compressed (Freeman and Cooke, 2006b). Similar values were also reported for talcum and limestone powders, both having fine particle size (< 20  $\mu\text{m}$ ) (Freeman, 2007).

However, the high compressibility of laboratory-made and traditional kishks could not be attributed to their particle size ( $D_{50} > 300 \mu\text{m}$ ). Many factors such as the particle size distribution, cohesiveness, particle shape, and surface texture have a considerable impact on powder compressibility (Bian *et al.*, 2015b). In fact, the broad bimodal distribution of kishk particles led to a rearrangement of small particles that occupied the void spaces between the large particles under compaction, increasing therefore the material compressibility (Barbosa-Cánovas and Juliano, 2005; Crawford *et al.*, 2016; Fasina, 2006). For instance, Bian *et al.* (2015a) reported that the presence of a high amount of chaff reduced the interparticulate void space between large wheat particles and increased powder compressibility. Therefore, wheat flour, traditional and laboratory-made kishk powders were expected to flow poorly, owing to their higher compressibility (Leturia *et al.*, 2014).

- **Permeability test**

Permeability measures the ability of the powder to transmit air through its bulk at various levels of applied normal stress (Freeman and Fu, 2008; Phan *et al.*, 2015). The air pressure difference required to maintain a constant air flow of 2 mm/s across the powder bed, under consolidation at increasing normal stresses is shown in Figure 55.

The pressure drop increased in wheat flour with compaction, indicating low permeability, while little effect was observed for the three other powders, due to their greater particle size. Wheat flour generated the highest pressure drop (10.84 mbar at 15 kPa) and was therefore the least permeable powder. Fine particles are generally less permeable to air than coarse or heavier particles (Marinelli, 2005).



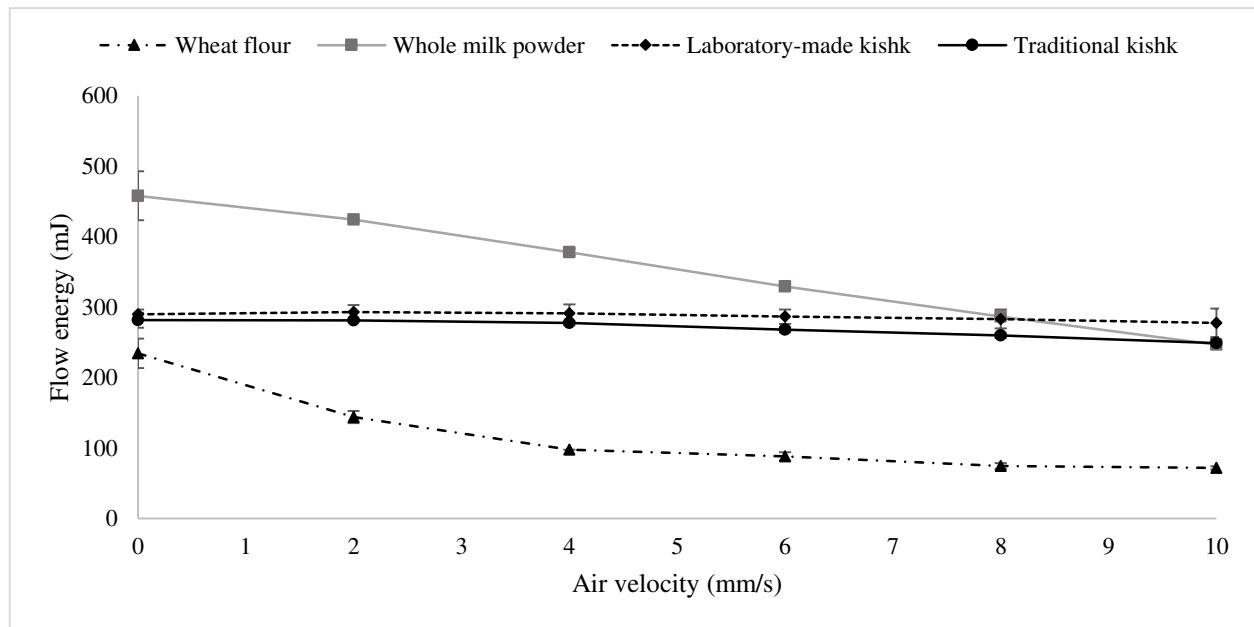
**Figure 55.** Influence of applied normal stress on pressure drop through powder bed at a constant 2 mm/s air velocity

Unsurprisingly, traditional and laboratory-made kishks were more permeable due to their large particles of irregular shape, leading to a relatively large porosity, with a pressure drop of 0.24 and 0.39 mbar, respectively. The high permeability of whole milk powder, also revealed by its very low pressure drop (0.53 mbar at 15 kPa), was expected due to the spherical shape of its particles. (Freeman and Fu, 2008) reported that fine angular particles of tungsten powder were highly resistant to the passage of air (15.3 mbar at 15 kPa), and on the contrary, aluminum powder with larger and irregular particles, and glass powder with spherical particles were more permeable and exhibited weaker interparticulate bonding. Freeman and Cooke (Freeman and Cooke, 2006b) also found that finely milled lactose exhibited high pressure drop ( $\approx 20$  mbar) and is significantly less permeable than spray-dried, coarsely milled, or sieved lactose.

Powder permeability is affected by many physical properties such as particle size and distribution, porosity, surface texture, cohesiveness, particle stiffness, shape, and bulk density (Freeman and Fu, 2008; Hickey and Ganderton, 2016). Generally, cohesive powders are less permeable, whereas powders of high mean particle size are typically more permeable and will have lower pressure drop (Freeman and Fu, 2008).

- **Aeration**

The flow energies, measured at increasing air velocity, of the different powder samples are represented in Figure 56. Whole milk powder, as well as laboratory-made and traditional kishks, were almost insensitive to airflow in the tested air velocity range (from 0 to 10 mm/s), as evidenced by their low aeration ratios (1.86, 1.05, and 1.13 respectively) Bulk wheat, a porous material containing intergranular spaces filled with air, exhibited comparable aeration ratio (Bian *et al.*, 2015a).



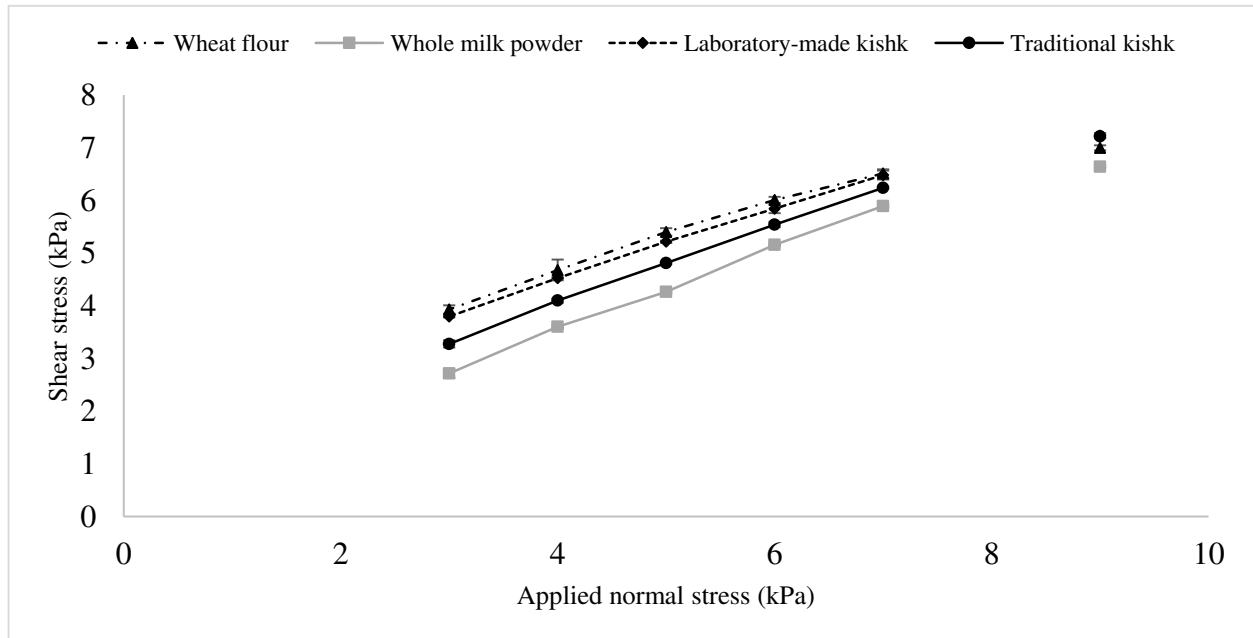
**Figure 56.** Impact of air velocity on the flow energy of aerated powder samples.

The flow energy of wheat flour decreased when the air velocity was increased from 0 to 4 mm/s and minimal changes in energy were observed above this value. Similarly, Bian *et al.* (2015b) found that a minimum of 6 mm/s of air velocity was necessary to break the interparticulate cohesive forces existing among flour particles.

- **Shear test**

The yield loci obtained for all tested materials are shown in Figure 57. Wheat flour, laboratory-made and traditional kishks exhibited higher shear strengths than whole milk powder, showing that the latter tends to flow more freely. Both kishk powders were considered as cohesive materials, whereas wheat flour was considered a very cohesive one, according to the powders classification

(Jenike, 1964, 1961), revealed by their low friction coefficients ( $< 4$ ), high unconfined yield strength and cohesion values given in Table 24. These results correlate well with the compressibility values, the least compressible powder flows better.



**Figure 57.** Yield loci of powder samples: influence of applied normal stress on shear stress.

As expected, the fine particles of wheat flour were the most cohesive; their smaller particle size led to an increased surface area per unit mass of powder, stronger intermolecular forces and more resistance to flow (Fitzpatrick *et al.*, 2004a, 2004b; Landillon *et al.*, 2008; Ludwig and Miller, 2015). Fitzpatrick *et al.* (2004a) reported that powders with smaller particle size (e.g. corn starch, cocoa, wheat flour, soy flour) tend to have a smaller flow index. Particle size is one of the most important physical properties which affect the flowability of powders; it is generally considered that powders with particle sizes larger than 200  $\mu\text{m}$  are free flowing, while fine powders are subject to cohesion and their flowability is more difficult (Teunou *et al.*, 1999).

Nevertheless, the cohesiveness of both traditional and laboratory-made kishk powders, which are complex powders with large and irregularly shaped grains, cannot be attributed to the particle size (Salameh *et al.*, 2016b). Other physical characteristics including particle shape, size distribution and surface properties also significantly affect powder flowability. In particular, the bimodal particle size distribution of both kishk types (Figure 57) favored the cohesion between particles,

since smaller particles tend to fill the intergranular spaces between larger particles and increase the contact area between particles (Bian *et al.*, 2015b).

Besides, surface roughness and structure have a major impact on powder flowability: irregularities on particles surface can induce their physical interlocking, restricting therefore their aptitude to flow (Bian, 2014). The rough and irregular surface of wheat flour and kishk particles, in contrast to the smooth and spherical milk particles, played an essential role in their cohesiveness and resulted in a poorer flowability (Ambrose *et al.*, 2016; Landillon *et al.*, 2008; Oshima *et al.*, 1995). Spray-dried lactose exhibited a similar behavior to WMP and was also considered as a free flowing material ( $ff_c > 10$ ) owing to its spherical shaped particles (Freeman, 2007).

The high cohesiveness of wheat flour can also be linked to its higher moisture content (Teunou *et al.*, 1999). In fact, increasing the moisture content of a powder affects its flowability and caking properties, as it leads to a greater stickiness of particles surface resulting in particle adhesion and a poorer flowability (Abdullah and Geldart, 1999; Janjatović *et al.*, 2012). The water adsorbed onto the surface of a particle has also been supposed to dissolve soluble components and form liquid bridges between particles, leading to their agglomeration and resulting in a more difficult flow (Fitzpatrick *et al.*, 2004b; Landillon *et al.*, 2008).

Although previous studies (Fitzpatrick *et al.*, 2007, 2004b; Szulc *et al.*, 2016) reported that fat content has a major influence on powder cohesiveness, WMP (26 % fat) was unexpectedly less cohesive than kishk powders (18.15 – 20.24 % fat) despite its higher fat content. However, Kim *et al.* (2005) showed that milk powder cohesiveness is not only dependent on fat content, but also on the fat distribution within the powder particle (fat located at the surface or in the inner part of the particle will not result to similar flow properties) that strongly depends on the employed drying process (Kim *et al.*, 2009). Finally, Fitzpatrick *et al.* (2004b) proved that reducing the mean particle size of a whole milk powder significantly affected its cohesiveness, by reducing the flow index from over 10 (free flowing) to just below 2 (very cohesive).

**Table 24.** Flowing parameters of powders obtained from FT4 shear test

Material	Cohesion (kPa)	Unconfined yield strength (kPa)	Major principal stress (kPa)	Flow factor (-)	Angle of internal Friction (°)	Flow classification
Laboratory-made kishk	1.84 <sup>c</sup> ± 0.03	6.88 <sup>c</sup> ± 0.08	17.94 <sup>b,c</sup> ± 0.14	2.61 <sup>a</sup> ± 0.05	33.70 <sup>a</sup> ± 0.36	Cohesive
Traditional kishk	1.12 <sup>b</sup> ± 0.07	4.42 <sup>b</sup> ± 0.24	18.70 <sup>c</sup> ± 0.14	4.00 <sup>b</sup> ± 0.15	36.33 <sup>a,b</sup> ± 0.42	Cohesive
Whole milk powder	0.38 <sup>a</sup> ± 0.05	1.56 <sup>a</sup> ± 0.24	17.37 <sup>b</sup> ± 0.45	11.35 <sup>c</sup> ± 0.91	38.31 <sup>b</sup> ± 0.87	Free flowing
Wheat flour	2.08 <sup>d</sup> ± 0.15	7.67 <sup>c</sup> ± 0.56	14.14 <sup>a</sup> ± 0.09	1.92 <sup>a</sup> ± 0.23	32.86 <sup>a</sup> ± 0.14	Very cohesive

*Different letters within the same column indicate significant differences (p < 0.05).*

#### 3.3.5.4. Rheological measurements of kishk soup

Consistency index (k) and flow index (n) values were calculated according to a power law and presented in Table 25. Laboratory-made kishk soup exhibited higher consistency and flow index values ( $p < 0.05$ ) than the traditional one, reflecting a more dense and viscous product, while the lower flow index indicated a shear thinning product, knowing that a Newtonian fluid would have a flow index equal to 1.

**Table 25.** Consistency index (k) and flow index (n) of kishk soups

Kishk type	Consistency index (k) (Pa. s <sup>n</sup> )	Flow index (n)
Traditional kishk	37.88 ± 5.18	0.32 ± 0.07
Laboratory-made kishk	200.50 ± 27.66	0.21 ± 0.03

The texture of laboratory-made kishk soup was smoother and thicker than that of traditional kishk, presumably due to a greater water uptake by the fine powder particles (302 µm) of the former, compared to traditional kishk particles (426 µm). These differences of particle size and rehydration behavior are mainly attributed to the mechanical grinding of kishk powder rather than its ingredients composition (bulgur or yogurt). İbanoğlu and İbanoğlu (1999) reported similar results

for tarhana, a Turkish fermented milk-cereal mixture similar to kishk, and indicated that consistency and flow index of tarhana soups were dependent on the type of flour used and the particle size of tarhana powder. Also, Muir *et al.* (2000) demonstrated the effect of cereal type and size (wheat flour vs. bulgur) on the final appearance of kishk soup: kishk made from wheat flour was more sticky and slimy, while that from bulgur was more chalky.

Finally, the decrease in viscosity with increasing shear rate reflected the non-Newtonian shear thinning behavior of both kishk soups, also in accordance with the findings previously reported for tarhana soup (Çelik *et al.*, 2010; Erbaş *et al.*, 2005; İbanoğlu and İbanoğlu, 1999). The decrease in viscosity reveals structural changes, such as the breakage of initial aggregates into smaller particles with increasing shear rate, or the alignment of non-spherical particles under flow (Choplin *et al.*, 2010; Scher, 2014).

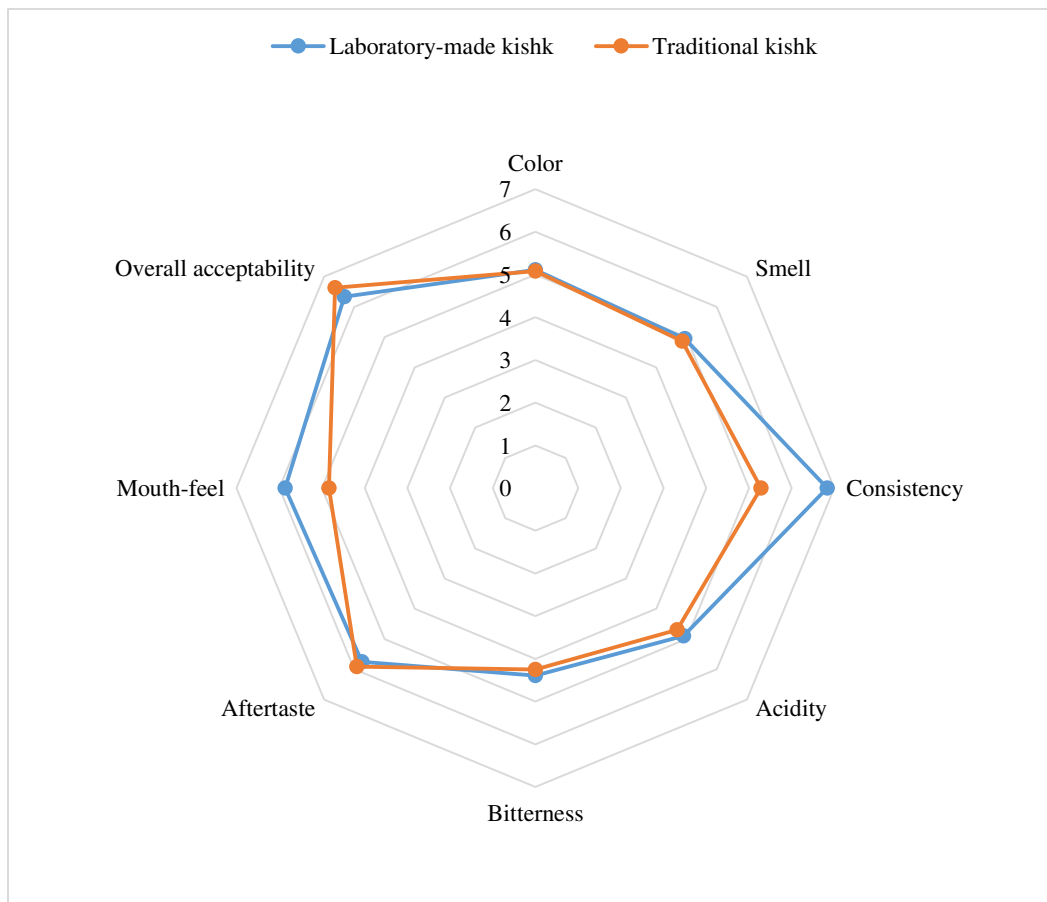
#### **3.3.5.5. Sensory evaluation of kishk soup**

Evaluating the sensory properties of laboratory-made kishk was essential to evaluate the success of using modern drying techniques to produce kishk, and to identify the weaknesses to resolve in order to get closer to the traditional product.

The average scores given by the jury for traditional and laboratory-made kishk soups are presented in Figure 58. The latter was significantly more consistent and thick, with a viscous and sticky mouthfeel ( $p < 0.05$ ), unlike the traditional soup that was more heterogeneous and fluid with the presence of particles in suspension. These results were in accordance with the rheological measurements that highlighted significant differences concerning the texture of traditional and laboratory-made kishk soups.

However, differences in scores for color, smell, acidity, bitterness, aftertaste and overall acceptability were insignificant. Both kishk soups were well appreciated by the evaluation panel, despite a slight preference for the traditional kishk ( $p > 0.05$ ). The acceptability results of laboratory-made kishk are promising; nevertheless they require a better adaptation of the ratio kishk / water to improve the consistency and mouthfeel of kishk soup.





**Figure 58.** Sensory properties of traditional and laboratory-made kishk

### 3.3.6. Conclusion

The aim of this research was to compare the physicochemical and flow properties of traditional and laboratory-made kishk powders, and to evaluate the sensory and rheological properties of the resulting soups. Though the particle size, fat and protein contents of both kishk powders were different, their flow behavior was similar, as powder flowability is multidimensional and depends also on particle shape, surface roughness and structure, size distribution, and moisture content. According to their flow functions, traditional and laboratory-made kishks were classified as cohesive powders with poor flowability and high compressibility, presumably owing to their high fat content and irregularly shaped particles. Furthermore, these powders are physically stable and highly permeable, but not sensitive to aeration.

Kishk soup exhibited a non-Newtonian shear thinning behavior, however laboratory-made kishk soup was smoother and thicker than traditional one, with a sticky and viscous mouth-feel. Despite these differences, both kishk soups were well appreciated by the evaluation panel and received similar scores for acceptability and other sensory attributes. Therefore, our results are promising and show that the processing and drying techniques used to produce kishk in this study are suitable for an industrial application, and can be a great alternative of the traditional sun drying method. Nevertheless, the reconstitution ratio of kishk powder (kishk/water) must be controlled in order to improve the consistency and mouth-feel of kishk soup.

### ***Conclusion partielle***

En conclusion, les résultats les plus significatifs de cette partie montrent que la technique de séchage convectif par air chaud n'a pas changé la structure de la poudre de kishk et ses propriétés rhéologiques. Les deux poudres de kishk présentent des propriétés d'écoulement proches, malgré des différences significatives au niveau de la composition chimique et la taille des particules. Ces poudres sont caractérisées par une faible aptitude à l'écoulement, en raison de leur richesse en matières grasses et de la distribution bimodale de taille des particules. Les deux soupes de kishk présente un comportement non-Newtonien rhéofluidifiant, où la viscosité apparente diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente. Au niveau sensoriel, la soupe du kishk standardisé est plus épaisse et consistante que la soupe traditionnelle, sans dépréciation notable de l'acceptabilité globale.

---

*Chapitre 4*

*Discussion générale*

---

L'objectif général de cette thèse était de caractériser les propriétés de la poudre de kishk libanais, et d'optimiser la technologie de transformation de ce produit traditionnel pour mieux répondre d'une part aux attentes des consommateurs libanais et d'autre part standardiser un process industriel. Ce travail s'est donc articulé autour de deux volets principaux. Le premier décrit les caractéristiques physico-chimiques, microbiologiques, et rhéologiques du kishk traditionnel, et le second étudie l'effet des conditions de production optimisée sur ces propriétés, dans une démarche d'industrialisation.

Les analyses physico-chimiques montrent que la teneur en lipides du kishk varie significativement en fonction du type de lait utilisé, le kishk préparé à base de lait de chèvre étant plus riche en matières grasses que les autres types. Cependant, d'autres facteurs de production tels que le rapport boulgour : yaourt, la composition des ingrédients utilisés, les conditions de fermentation et la technique de séchage, peuvent aussi influencer la composition biochimique du kishk.

En revanche, les analyses granulométriques d'une part et par microscopie électronique à balayage d'autre part montrent que, quel que soit le type de lait utilisé, la distribution des particules de kishk est très large, avec présence simultanée de fines particules et d'agrégats de grande taille. Les particules de poudre sont revêtues d'une épaisse couche de lipides, recouvrant un réseau complexe de macroconstituants (protéines du lait et amidon de blé).

Cette présence de matières grasses en surface des particules de kishk et l'irrégularité de leur forme observée sur les micro-photos confèrent un caractère cohésif à cette poudre (coefficient de friction inférieur à 4) et une grande résistance au cisaillement. Ce comportement est aussi lié à d'autres facteurs intrinsèques de la poudre, tels que la distribution de taille des particules, leur morphologie et structure de surface, leur teneur en eau, et les conditions de stockage.

Parallèlement, la poudre de kishk présente des isothermes de sorption intermédiaires entre les types II et III, et sa teneur en eau augmente peu jusqu'à 63% d'humidité relative (HR) à 25 °C. Cette connaissance des propriétés de sorption d'eau a permis de mieux comprendre le comportement du kishk en fonction de l'humidité relative, et de fixer des limites maximales des conditions de stockage (25 °C ; 63 % HR), en vue d'une meilleure conservation des poudres.

Ensuite, les analyses microbiologiques ont révélé une forte contamination de la poudre de kishk par des levures, face à une absence de bactéries lactiques. Cette contamination est surtout favorisée par la méthode traditionnelle de stockage dans des sacs en tissu à température ambiante (25 °C), qui est une température optimale pour la croissance des levures. En effet, une compétition pour les nutriments existe au sein de l'écosystème microbien du kishk, entre les bactéries lactiques et les levures. Ces dernières sont capables de proliférer à des températures basses et à de faibles valeurs de pH et d'activité d'eau, facteurs limitants pour la multiplication des bactéries lactiques. Les espèces de levures isolées et identifiées appartiennent en majorité au genre *Candida*, en plus de l'espèce *Saccharomyces cerevisiae*, qui sont d'ailleurs considérées comme les majeurs contaminants des laits fermentés.

Parallèlement, l'évolution des propriétés chimiques et microbiologiques du kishk a été étudiée au cours de la fermentation. La teneur en eau et le pH diminuent progressivement pour atteindre 6.16 et 4.19, respectivement, à la fin du séchage du kishk ; ces valeurs sont bien adaptées pour une longue conservation de la poudre sans détérioration. Les teneurs moyennes en bactéries lactiques et levures augmentent tout au long de la production du kishk, grâce à l'incorporation quotidienne de yaourt concentré, et diminuent significativement suite au séchage convectif par air chaud. Les bactéries lactiques prédominantes sont *Lactobacillus plantarum*, *Lactobacillus pentosus* et *Streptococcus thermophilus* ; *Saccharomyces cerevisiae* a aussi été isolée durant la production de kishk. Toutefois, les résultats tirés de cette partie de la thèse doivent être approfondis au moyen des techniques de la biologie moléculaire pour mieux identifier les espèces, en vue de développer des ferments lactiques spécifiques au kishk.

Le second volet de ce projet de recherche traite de l'effet de l'optimisation de la production du kishk, en utilisant la technique de séchage convectif par air chaud, sur la qualité du produit fini. Il est donc nécessaire d'étudier les propriétés physico-chimiques et rhéologiques de la poudre de kishk issue de cette production, ainsi que les propriétés sensorielles et rhéologiques de la soupe, afin de mesurer le degré de réussite de cette démarche d'optimisation. Les résultats montrent que cette technique de production et de séchage n'a pas modifié la structure de la poudre de kishk et son comportement rhéologique. En effet, les deux poudres de kishk présentent des propriétés d'écoulement quasi similaires, malgré de légères différences au niveau de la composition chimique et la taille des particules. Elles sont toutes les deux compressibles et cohésives à faible aptitude à

l'écoulement, en raison de leur richesse en matières grasses et à la distribution bimodale de taille de ses particules de forme irrégulière.

La soupe de kishk présente un comportement non-Newtonien rhéofluidifiant, quelle que soit la méthode de production, où la viscosité apparente diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente. Au niveau sensoriel, des différences significatives au niveau de la texture en bouche et de la consistance de la soupe de kishk ont été signalées. La soupe du kishk standardisé préparée selon le ratio massique 1:4 est plus épaisse et consistante que la soupe traditionnelle, et il sera nécessaire d'ajuster la quantité d'eau pour la réhydratation du kishk sans altérer son goût.

Toutefois, il faut noter que l'acceptabilité de la soupe de kishk et ses propriétés rhéologiques ne sont pas uniquement liées à la méthode de production et de séchage, mais aussi au type de lait et à la région de production (Annexe 3). Au niveau sensoriel, l'acceptabilité et la couleur de la soupe de kishk est intimement liée à la région de production. Le kishk produit dans la région Sud du Liban est moins apprécié à cause de sa couleur plus sombre que celle des autres soupes. En effet, la majorité des producteurs de kishk du Sud du Liban utilisent le boulgour brun dur, provenant du blé de la variété locale (Baladi), au lieu du boulgour blanc dur, ce qui va nécessairement se traduire par une intensification de la couleur de la soupe. D'autre part, le kishk à base de lait de chèvre est caractérisé par une odeur et une amertume plus prononcées que celle des autres soupes, ce qui induit une préférence des consommateurs pour le kishk à base de lait de vache seul ou à base d'un mélange de lait de vache et chèvre au goût plus équilibré.

En résumé, l'utilisation d'un schéma standardisé de production, couplée au séchage convectif par air chaud, s'avère donc une alternative prometteuse au séchage traditionnel au soleil. La poudre de kishk issu de cette production est semblable à la poudre traditionnelle de kishk sur de nombreux critères (Figure 59), ce qui a permis au panel d'évaluation d'apprécier le goût de cette soupe et de l'accepter en général.

**Kishk traditionnel**

**Kishk standardisé**



Teneur en lipides variable en fonction du type de lait utilisé

Teneur en protéines et lipides plus élevées que celles du kishk traditionnel

Distribution granulométrique large

Distribution granulométrique large

Grandes particules revêtues d'une couche lipidique et à forme irrégulière

Grandes particules revêtues d'une couche lipidique et à forme irrégulière

Poudre compressible et cohésive; à faible aptitude à l'écoulement

Poudre compressible et cohésive; à faible aptitude à l'écoulement

Flore lactique influencée par les conditions de séchage et de stockage

Flore lactique mieux contrôlée par le séchage convectif par air chaud et stockage dans des récipients en verre

Soupe à comportement non-Newtonien rhéofluidifiant

Soupe à comportement non-Newtonien rhéofluidifiant

Soupe plus fluide

Soupe plus épaisse et visqueuse

Propriétés sensorielles variables en fonction de la région et du type de lait

Propriétés sensorielles mieux contrôlées

Soupe bien appréciée auprès des consommateurs

Soupe bien appréciée auprès des consommateurs

**Figure 59.** Comparaison générale des caractéristiques physico-chimiques, microbiologiques, rhéologiques et sensorielles du kishk libanais, en fonction de la méthode de production

---

## *Conclusion et perspectives*

---



Cette étude a été menée dans le but de valoriser la poudre du kishk libanais, un produit laitier traditionnel, et d'optimiser son schéma de fabrication afin de maîtriser la qualité hygiénique et organoleptique du produit fini. Cela semble impératif dans le cadre d'une production industrielle que nous proposons à l'issue de ce travail de recherche.

En premier lieu, l'étude des propriétés physicochimiques, fonctionnelles et rhéologiques de la poudre de kishk traditionnel a permis de montrer et de mieux comprendre l'effet de quelques facteurs de production (composition et type du lait et du boulgour utilisés, ajout de yaourt concentré, conditions du séchage, etc.) sur la qualité du kishk. De plus, la compréhension des propriétés d'hydratation de la poudre du kishk s'est avérée indispensable pour un meilleur contrôle des conditions de stockage et de conservation de ce produit.

Ensuite, nous avons évalué la signature microbienne du kishk traditionnel, en isolant et identifiant seize souches de levure à travers les techniques classiques de microbiologie. La prédominance de levures est dépendante des conditions de stockage, et de la forte compétition pour les nutriments qui existe au sein de l'écosystème microbien complexe du kishk. Parallèlement à cet objectif, nous avons suivi l'évolution des flores microbiennes au cours de la fermentation du kishk et nous sommes parvenus à l'identification des principales bactéries lactiques et levures autochtones. C'est, à notre connaissance, la première étude qui met en évidence la diversité microbiologique de ce produit traditionnel.

Enfin, nous avons étudié l'effet du mode de séchage par air convectif et du schéma de fabrication standard sur la qualité de la poudre de kishk, et sur l'acceptabilité de la soupe par un panel de consommateurs libanais. Bien que la taille des particules, la teneur en matières grasses et en protéines soient significativement différentes entre le kishk traditionnel et le kishk produit au laboratoire, leurs propriétés d'écoulement se sont avérées relativement proche. Par conséquent, cette démarche d'optimisation de la production de kishk semble appropriée pour une application industrielle, garantissant un produit fini stable, avec des propriétés physico-chimiques et rhéologiques bien définies. Les résultats concernant l'acceptabilité de la soupe semblent prometteurs au niveau du goût et de l'appréciation globale. Cependant, la soupe obtenue est plus

consistante et épaisse que la soupe de kishk traditionnel ; une mise au point d'un nouveau ratio (eau : kishk) de reconstitution de la poudre doit être proposé.

### **Perspectives**

En perspective, il serait intéressant de compléter l'étude physico-chimique de la poudre de kishk par d'autres analyses portant sur la qualité nutritionnelle du kishk (teneur en vitamines, minéraux, acides aminés, etc.). Il serait aussi utile d'identifier et de quantifier les composés aromatiques volatils (acides gras volatils, aldéhydes, cétones, etc.), responsables de l'arôme caractéristique et typique du kishk.

Ensuite, l'utilisation des nouvelles techniques de la biologie moléculaire, plus précises et significatives serait essentielle pour compléter et approfondir les résultats de l'étude microbiologique de la flore microbienne du kishk. Cela est indispensable pour sélectionner les espèces indigènes les plus appropriées pour le développement de ferments lactiques spécifiques au kishk, et mieux maîtriser le processus fermentaire. Les souches sélectionnées doivent être testées ultérieurement pour leurs caractères et intérêt technologique, et pour leur capacité à garantir des qualités organoleptiques constantes et identiques au produit traditionnel.

A l'issue de ce travail de recherche, notre procédé de fabrication standard du kishk libanais semble être maîtrisé au stade pilote. Néanmoins, les résultats obtenus devraient être validés et optimisés à l'échelle préindustrielle, avant d'envisager une production industrielle continue et la commercialisation du kishk. En outre, une étude globale du marché libanais serait primordiale, afin d'analyser les nouvelles tendances alimentaires, et de connaître les goûts et les préférences des consommateurs libanais, et leur aptitude à accepter des produits traditionnels industrialisés. La réalisation de ce projet nécessiterait sans doute une coopération avec des organisations non gouvernementales libanaises, responsables du développement rural et de la protection des produits de terroir.

---

## *Bibliographie*

---

- Abdelgadir, W.S., Hamad, S.H., Møller, P.L., Jakobsen, M., 2001. Characterisation of the dominant microbiota of Sudanese fermented milk. *Int. Dairy J.* 11, 63–70.
- Abd-El-Malek, Y., 1978. Traditional Egyptian dairy fermentations., in: *Global Impact of Food Microbiology (GIAM)—State of the Art: GIAM and Its Relevance to Development in Developing Countries*. University of Malaya Press, Kuala Lumpur, pp. 198–208.
- Abd El-Salam, M., 2003. Fermented milks: Middle East., in: *Encyclopedia of Dairy Sciences*. Academic Press, London, pp. 1041–1045.
- Abdullah, E.C., Geldart, D., 1999. The use of bulk density measurements as flowability indicators. *Powder Technol.* 102, 151–165.
- Abou-Donia, S.A., 2008. Origin, history and manufacturing process of Egyptian dairy products: An overview. *J. Food Sci. Technol.* 5, 51–62.
- Abou Donia, S.A., 2004. Recent developments in Zabady and Egyptian Labneh research. *Egypt. J Dairy Sci* 32, 1–15.
- Abou Donia, S.A., 1999. Importance of Fermented Milks and Related Cheese in the Egyptian Diet., in: *Proceedings of the Alexandria. Symposium on Starter Cultures and Their Use in Dairy Industry*. Alexandria.
- Abou-Donia, S.A., 1996. 5 - Manufacture of Egyptian, soft and pickled cheeses, in: TAMIME, R.K.R.Y. (Ed.), *Feta and Related Cheeses*, Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. Woodhead Publishing, pp. 160–208.
- Abou Jaoude, D., Olabi, A., Najm, N.E.O., Malek, A., Saadeh, C., Baydoun, E., Toufeili, I., 2010. Chemical composition, mineral content and cholesterol levels of some regular and reduced-fat white brined cheeses and strained yogurt (Labneh). *Dairy Sci. Technol.* 90, 699–706.
- Abu-Jdayil, B., Jumah, R.Y., Shaker, R.R., 2002. Rheological properties of a concentrated fermented product, Labneh, produced from bovine milk: effect of production method. *Int. J. Food Prop.* 5, 667–679.
- Addas, M., Hilali, M.E.-D., Rischkowsky, B., Kefalas, P., 2012. The Quality of Syrian Shanklish a Traditional Dairy Product. Presented at the Tropentag , Resilience of agricultural systems against crisis, Göttingen.
- Agency Laore Sardegna, 2009. *Cheeses of Sardinia*. Agency Laore Sardegna, Department for the multifunctionality of agricultural enterprises, rural development & agrifood chain, Sardegna.
- Ahmed, L.I., Morgan, S.D., Hafez, R.S., Abdel-All, A.A.A., 2014. Hygienic Quality of Some Fermented Milk Products. *Int. J. Dairy Sci.* 9, 63–73.

- Ahmed, N.H., El Soda, M., Hassan, A.N., Frank, J., 2005. Improving the textural properties of an acid-coagulated (Karish) cheese using exopolysaccharide producing cultures. *LWT - Food Sci. Technol.* 38, 843–847.
- Aissaoui Zitoun, O., Benatallah, L., 2011. Manufacture and characteristics of the traditional Algerian ripened bouhezza cheese. *J. Food Agric. Environ.* 9, 96–100.
- Aissaoui Zitoun, O., Pediliggieri, C., Benatallah, L., Lortal, S., Licitra, G., Zidoune, M.N., Carpino, S., 2012. Bouhezza, a traditional Algerian raw milk cheese, made and ripened in goatskin bags. *J. Food Agric. Environ.* 10, 289–295.
- Akabanda, F., Owusu-Kwarteng, J., Glover, R.L.K., Tano-Debrah, K., 2010. Microbiological characteristics of Ghanaian traditional fermented milk product, Nunu. *Nat. Sci.* 8, 178–187.
- Akabanda, F., Owusu-Kwarteng, J., Tano-Debrah, K., Glover, R.L.K., Nielsen, D.S., Jespersen, L., 2013. Taxonomic and molecular characterization of lactic acid bacteria and yeasts in nunu, a Ghanaian fermented milk product. *Food Microbiol.* 34, 277–283.
- Al-Dabbas, M.M., Saleh, M., Abu-Ghoush, M.H., Al-Ismaïl, K., Osaili, T., 2014. Influence of storage, brine concentration and in-container heat treatment on the stability of white brined Nabulsi cheese. *Int. J. Dairy Technol.* 67, 427–436.
- Alichanidis, E., Polychroniadou, A., 2008. Characteristics of major traditional regional cheese varieties of East-Mediterranean countries: a review. *Dairy Sci. Technol.* 88, 495–510.
- Al-Otaibi, M.M., 2012. Isolation and Identification of Lactic Acid Bacteria and Yeasts from Sameel Milk: A Saudi Traditional Fermented Milk. *Int. J. Dairy Sci.* 7, 73–83.
- Al Rabadi, N.I.S., 2009. Evaluation of microbial contents during manufacturing steps of nabulsi cheese using polymerase chain reaction technique in bacterial identification (Ph.D. Thesis). Faculty of Agriculture, Alexandria University, Alexandria, Egypt.
- Altay, F., Karbancıoğlu-Güler, F., Daskaya-Dikmen, C., Heperkan, D., 2013. A review on traditional Turkish fermented non-alcoholic beverages: Microbiota, fermentation process and quality characteristics. *Int. J. Food Microbiol.* 167, 44–56.
- Alwan, N., Saleh, I., Beydoun, E., Barbour, E., Ghosn, N., Harakeh, S., 2010. Resistance of *Brucella abortus* isolated from Lebanese dairy-based food products against commonly used antimicrobials. *Dairy Sci. Technol.* 90, 579–588.
- Ambrose, R.K., Jan, S., Siliveru, K., 2016. A review on flow characterization methods for cereal grain-based powders: A review on flow characterization methods for cereal grain-based powders. *J. Sci. Food Agric.* 96, 359–364.
- Anifanatkis, E., Georgala, A., Kandarakis, I., Vamvakaki, A., Moschopoulou, A., Miaris, C., 2004. An edition of the Greek Ministry of Agriculture.
- Anifantakis, E.M., Moatsou, G., 2006. Feta and Other Balkan Cheeses, in: Tamime, A. (Ed.), *Brined Cheeses*. Blackwell Science Ltd, pp. 43–76.

- Arja, R., Haddad, E., Mouawad, H., Serhan, H., 2001. La filière lait au Liban. *Options Méditerranéennes* 148–158.
- Arrizza, S., Ledda, A., Sarra, P.G., Dellaglio, F., 1983. Identification of lactic acid bacteria in “Gioddu”. *Sci. E Tec. Latt. Casearia* 34, 87–102.
- Association of Official Analytical Chemists., 1995. *Official methods of analysis of AOAC international*, 16th edition. ed. Cunniff, P., Washington, DC.
- Atamian, S., Olabi, A., Kebbe Baghdadi, O., Toufeili, I., 2014. The characterization of the physicochemical and sensory properties of full-fat, reduced-fat and low-fat bovine, caprine, and ovine Greek yogurt (Labneh). *Food Sci. Nutr.* 2, 164–173.
- Ayad, E.H.E., 2009. Starter culture development for improving safety and quality of Domiati cheese. *Food Microbiol.* 26, 533–541.
- Ayyash, M.M., Shah, N.P., 2011. The effect of substituting NaCl with KCl on Nabulsi cheese: Chemical composition, total viable count, and texture profile. *J. Dairy Sci.* 94, 2741–2751.
- Ayyash, M.M., Shah, N.P., 2010. Effect of Partial Substitution of NaCl with KCl on Halloumi Cheese during Storage: Chemical Composition, Lactic Bacterial Count, and Organic Acids Production. *J. Food Sci.* 75, C525–C529.
- Ayyash, M.M., Sherkat, F., Shah, N.P., 2012. The effect of NaCl substitution with KCl on Akawi cheese: Chemical composition, proteolysis, angiotensin-converting enzyme-inhibitory activity, probiotic survival, texture profile, and sensory properties. *J. Dairy Sci.* 95, 4747–4759.
- Bahnasawy, A., Shenana, M., 2004. A mathematical model of direct sun and solar drying of some fermented dairy products (Kishk). *J. Food Eng.* 61, 309–319.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Juliano, P., 2005. Compression and compaction characteristics of selected food powders. *Adv. Food Nutr. Res.* 49, 233–307.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., Yan, H., 2005. *Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality*. Springer Science & Business Media.
- Beal, C., Sodini, I., 2003. *Fabrication des yaourts et des laits fermentés*. Tech. Ing. Bioprocédés TII40.
- Beganović, J., Kos, B., Leboš Pavunc, A., Uroić, K., Jokić, M., Šušković, J., 2014. Traditionally produced sauerkraut as source of autochthonous functional starter cultures. *Microbiol. Res.* 169, 623–632.
- Benkerroum, N., 2003. Consumption of dairy products in the Mediterranean basin. Variability constraints and perspectives., in: *Prospects for a sustainable dairy sector in the Mediterranean*. Proceedings of the joint EAAP - CIHEAM - FAO Symposium on Prospects for a Sustainable Dairy Sector in the Mediterranean. Presented at the EAAP Publication No.99, Wageningen Academic Publishers, Hammamet, Tunisia, pp. 373–380.

- Benkerroum, N., Tamime, A.Y., 2004. Technology transfer of some Moroccan traditional dairy products (lben, jben and smen) to small industrial scale. *Food Microbiol.* 21, 399–413.
- Benković, M., Srećec, S., Špoljarić, I., Mršić, G., Bauman, I., 2013. Flow Properties of Commonly Used Food Powders and Their Mixtures. *Food Bioprocess Technol.* 6, 2525–2537.
- Benoit, G., Comeau, A., 2012. *A Sustainable Future for the Mediterranean: The Blue Plan's Environment and Development Outlook.* Routledge.
- Bhattarai, R.R., Gautam, N., Nawaz, M.A., Lal Das, S.K., 2016. Isolation and identification of dominant lactic acid bacteria from dahi: an indigenous dairy product of Nepal Himalayas. *J. Microbiol. Biotechnol. Food Sci.* 05, 358–363.
- Bian, Q., 2014. Bulk flow properties of wheat (Thesis). Kansas State University.
- Bian, Q., Ambrose, R.P.K., Subramanyam, B., 2015a. Effect of chaff on bulk flow properties of wheat. *J. Stored Prod. Res.* 64, Part B, 21–26.
- Bian, Q., Sittipod, S., Garg, A., Ambrose, R.P.K., 2015b. Bulk flow properties of hard and soft wheat flours. *J. Cereal Sci.* 63, 88–94.
- Bilgiçli, N., Elgün, A., Herken, E.N., SelmanTürker, Ertaş, N., İbanog˘lu, Ş., 2006. Effect of wheat germ/bran addition on the chemical, nutritional and sensory quality of tarhana, a fermented wheat flour-yoghurt product. *J. Food Eng.* 77, 680–686.
- Bintsis, T., Papademas, P., 2002. Microbiological quality of white-brined cheeses: a review. *Int. J. Dairy Technol.* 55, 113–120.
- Blandino, A., Al-Aseeri, M.E., Pandiella, S.S., Cantero, D., Webb, C., 2003. Cereal-based fermented foods and beverages. *Food Res. Int.* 36, 527–543.
- Borba, K.K.S., Silva, F.A., Madruga, M.S., de Cássia Ramos do Egipto Queiroga, R., de Souza, E.L., Magnani, M., 2014. The effect of storage on nutritional, textural and sensory characteristics of creamy ricotta made from whey as well as cow's milk and goat's milk. *Int. J. Food Sci. Technol.* 49, 1279–1286.
- Burny, P., 2005. Valorisation des produits du terroir : expérience de la Région wallonne de Belgique. Presented at the Conférence thématique "Les produits du terroir : outil de développement ?", Bourg-en-Bresse, France.
- Çardak, A.D., 2012. Microbiological and chemical quality of Çökelek cheese, Lor cheese and Torba (strained) yoghurt.
- Çelik, I., Isik, F., Yilmaz, Y., 2010. Chemical, rheological and sensory properties of tarhana with wheat bran as a functional constituent. *Akad. Gıda* 8, 11–17.
- Chammas, G., Saliba, R., Béal, C., 2006a. Characterization of the fermented milk "Laban" with sensory analysis and instrumental measurements. *J. Food Sci.* 71, S156–S162.

- Chammas, G., Saliba, R., Corrieu, G., Beal, C., 2006b. Characterisation of lactic acid bacteria isolated from fermented milk “laban.” *Int. J. Food Microbiol.* 110, 52–61.
- Chandan, R.C., 2002. Symposium: Benefits of Live Fermented milks: Present Diversity of Products., in: *Proceedings of International Dairy Congress*. Paris, France.
- Chandan, R.C., 1996. 7 - Cheeses made by direct acidification, in: TAMIME, R.K.R.Y. (Ed.), *Feta and Related Cheeses*, Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. Woodhead Publishing, pp. 229–252.
- Chandan, R.C., Kilara, A., 2013. *Manufacturing Yogurt and Fermented Milks*. John Wiley & Sons.
- Chen, X.D., Li, D., 2009. Food powder technology. *J. Food Eng., Food Powder Technology* 94
- Chikosha, S., Shabalala, T.C., Chikwanda, H.K., 2014. Effect of particle morphology and size on roll compaction of Ti-based powders. *Powder Technol.* 264, 310–319.
- Choplin, L., Marchal, P., Baravian, C., Langevin, D., 2010. Rhéologie et produits formulés complexes. *Tech. Ing. Référence J2145*, 1–23.
- Claps, S., Morone, G., 2011. *Développement de la Filière laitière et Fromagère en Algérie*. Ragusa, Italy.
- Cniel, 2013. *L'économie laitière en chiffres – édition 2013*.
- Crawford, N.C., Nagle, N., Sievers, D.A., Stickel, J.J., 2016. The effects of physical and chemical preprocessing on the flowability of corn stover. *Biomass Bioenergy* 85, 126–134. doi:10.1016/j.biombioe.2015.12.015
- Cuq, B., Rondet, E., Abecassis, J., 2011. Food powders engineering, between knowhow and science: Constraints, stakes and opportunities. *Powder Technol.* 208, 244–251.
- Daglioğlu, O., 2000. Tarhana as a traditional Turkish fermented cereal food. Its recipe, production and composition. *Food Nahr.* 44, 85–88.
- Damir, A.A., Salama, A.A., Mohamed, M.S., 1992. Acidity, microbial, organic and free amino acids development during fermentation of skimmed milk, Kishk. *Food Chem.* 43, 265–269.
- Darvishi, N., Darvishi, S., Moradi-BageHendi, S., 2012. Enumeration and identification of yeasts isolated from Kurdish traditional fermented food. *Adv. Environ. Biol.* 747–750.
- Deak, T., 2007. *Handbook of Food Spoilage Yeasts*, Second Edition. CRC Press.
- Dermiki, M., Ntzimani, A., Badeka, A., Savvaidis, I.N., Kontominas, M.G., 2008. Shelf-life extension and quality attributes of the whey cheese “Myzithra Kalathaki” using modified atmosphere packaging. *LWT - Food Sci. Technol.* 41, 284–294.
- Dib, H., Hajj Semaan, E., Nouredine, Z., 2008. Caractéristiques chimiques et microbiologiques des fromages Libanais issus d'industries locales. *Leban. Sci. J.* 9, 37.



- Di Pierro, P., Sorrentino, A., Mariniello, L., Giosafatto, C.V.L., Porta, R., 2011. Chitosan/whey protein film as active coating to extend Ricotta cheese shelf-life. *LWT - Food Sci. Technol.* 44, 2324–2327.
- Do, T.-A.L., Vieira, J., Hargreaves, J.M., Mitchell, J.R., Wolf, B., 2011. Structural characteristics of cocoa particles and their effect on the viscosity of reduced fat chocolate. *LWT - Food Sci. Technol.* 44, 1207–1211.
- Doutoum, A., Tidjani, A., Sylla, K., Tidjani, S., Alambedji, R., Balde, M., Abdelaziz Arada, I., Seydi, M., Toguebaye, B., 2013. Identification of lactic acid bacteria in traditional curd in the Sudanian zone of Chad. *Int. Res. J. Microbiol.* 4, 119–124.
- Duteurtre, G., 2009. La tradition laitière africaine : un héritage menacé, in: *Le Lait, Produit Moderne Ou Traditionnel ? l'Institut Leopold Sédar Senghor (CCF), Dakar.*
- El Balaa, R., 2009. Durabilité de la filière laitière des petits ruminants au Liban : analyse et signe de qualité label “Baladi.” Vandoeuvre-les-Nancy, INPL.
- El-Baradei, G., Delacroix-Buchet, A., Ogier, J.C., 2008. Bacterial biodiversity of traditional Zabady fermented milk. *Int. J. Food Microbiol.* 121, 295–301.
- El-Baradei, G., Delacroix-Buchet, A., Ogier, J.-C., 2007. Biodiversity of Bacterial Ecosystems in Traditional Egyptian Domiati Cheese. *Appl. Environ. Microbiol.* 73, 1248–1255.
- El Daher, J., 2010. Evolution de la composition durant l’affinage du fromage serdeleh dans deux fabrications artisanale et industrielle (Memoire pour l’obtention du diplome d’ingenieur agronome). Université Saint-Esprit de Kaslik, Kaslik.
- El Mayda, 2007. Manufacture of local cheese from raw milk in Syria, in: *Historical Cheeses of Countries around the Archipelago Mediterraneo. Thessaloniki, Greece*, pp. 55–64.
- El-Nawawy, M.A., Ibrahim, R., Al-Bonayan, A.M., El- Beialy, A.R., 2012. Development of Functional Food Products. *Int. J. Dairy Sci. Res.* 1, 12–17.
- Erbaş, M., Certel, M., Kemal Uslu, M., 2005. Microbiological and chemical properties of Tarhana during fermentation and storage as wet—sensorial properties of Tarhana soup. *LWT - Food Sci. Technol.* 38, 409–416.
- Erkan, H., Çelik, S., Bilgi, B., Köksel, H., 2006. A new approach for the utilization of barley in food products: Barley tarhana. *Food Chem.* 97, 12–18.
- Erkaya, T., Sengül, M., 2011. Comparison of volatile compounds in yoghurts made from cows’, buffaloes’, ewes’ and goats’ milks. *Int. J. Dairy Technol.* 64, 240–246.
- Erkkilä, S., Suihko, M.L., Eerola, S., Petäjä, E., Mattila-Sandholm, T., 2001. Dry sausage fermented by *Lactobacillus rhamnosus* strains. *Int. J. Food Microbiol.* 64, 205–210.
- Erten, H., Tanguler, H., 2010. Fermente Bitkisel Urunler [Fermented plant products]., in: *Food Biotechnology. Nobel Yayin Dagitim, Ankara, Turkey*, pp. 241–277.

- FAO, 2015. FAOSTAT 2015 <http://faostat3.fao.org>
- Fao, 1995. Le lait et les produits laitiers dans la nutrition humaine. Food & Agriculture Org.
- Fasina, O.O., 2006. Flow and physical properties of switchgrass, peanut hull, and poultry litter. *Trans. ASABE* 49, 721–728.
- Feng, Z., Huang, S., Ai, Z. w., Zhang, M., Zhai, S., Chen, X., 2016. Evaluation of autochthonous micrococcus strains as starter cultures for the production of Kedong sufu. *J. Appl. Microbiol.* 120, 671–683.
- Fitzpatrick, J., Barringer, S., Iqbal, T., 2004a. Flow property measurement of food powders and sensitivity of Jenike's hopper design methodology to the measured values. *J. Food Eng.* 61, 399–405.
- Fitzpatrick, J., Barry, K., Cerqueira, P.S.M., Iqbal, T., O'Neill, J., Roos, Y.H., 2007. Effect of composition and storage conditions on the flowability of dairy powders. *Int. Dairy J.* 17, 383–392.
- Fitzpatrick, J., Barry, K., Delaney, C., Keogh, K., 2005. Assessment of the flowability of spray-dried milk powders for chocolate manufacture. *Le Lait* 85, 269–277.
- Fitzpatrick, J., Iqbal, T., Delaney, C., Twomey, T., Keogh, M.K., 2004b. Effect of powder properties and storage conditions on the flowability of milk powders with different fat contents. *J. Food Eng.* 64, 435–444.
- Frau, F., Font de Valdez, G., Pece, N., Frau, F., Font de Valdez, G., Pece, N., 2014. Effect of Pasteurization Temperature, Starter Culture, and Incubation Temperature on the Physicochemical Properties, Yield, Rheology, and Sensory Characteristics of Spreadable Goat Cheese. *J. Food Process.*
- Freeman, R., 2007. Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders — A comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell. *Powder Technol.* 174, 25–33.
- Freeman, R., Cooke, J., 2006a. The flowability of powders and the effect of flow additives. Presented at the World Congress on Particle Technology, Orlando.
- Freeman, R., Cooke, J., 2006b. Understanding powder behaviour by measuring bulk, flow and shear properties. *Pharm. Technol. Eur.*
- Freeman, R.E., Cooke, J.R., Schneider, L.C.R., 2009. Measuring shear properties and normal stresses generated within a rotational shear cell for consolidated and non-consolidated powders. *Powder Technol.* 190, 65–69.
- Freeman, R., Fu, X., 2008. Characterisation of powder bulk, dynamic flow and shear properties in relation to die filling. *Powder Metall.* 51, 196–201.

- Funda Sömer, V., 2012. Microbiological, physicochemical properties and biogenic amine contents of the strained yoghurts from Turkish local markets. *Afr. J. Biotechnol.* 11.
- Fu, X., Huck, D., Makein, L., Armstrong, B., Willen, U., Freeman, T., 2012. Effect of particle shape and size on flow properties of lactose powders. *Particuology* 10, 203–208.
- Gadaga, T.H., Mutukumira, A.N., Narvhus, J.A., 2001. The growth and interaction of yeasts and lactic acid bacteria isolated from Zimbabwean naturally fermented milk in UHT milk. *Int. J. Food Microbiol.* 68, 21–32.
- Garofalo, C., Osimani, A., Milanović, V., Aquilanti, L., De Filippis, F., Stellato, G., Di Mauro, S., Turchetti, B., Buzzini, P., Ercolini, D., Clementi, F., 2015. Bacteria and yeast microbiota in milk kefir grains from different Italian regions. *Food Microbiol.* 49, 123–133.
- Georgala, A., 2013. The Nutritional Value of Two Fermented Milk/Cereal Foods Named “Greek Trahanas” and “Turkish Tarhana”: A Review. *J. Nutr. Disord. Ther.* 03.
- Gurbuz, O., Gocmen, D., Ozmen, N., Dagdelen, F., 2010. Effects of Yeast, Fermentation Time, and Preservation Methods on Tarhana. *Prep. Biochem. Biotechnol.* 40, 263–275.
- Gursoy, O., Kesenkas, H., Yilmaz, Y., 2013. White cheese, in: *Handbook of Cheese in Health: Production, Nutrition and Medical Sciences*. Wageningen Academic Publishers.
- Haddad, E., Chamoun, N., 2014. Valorisation des produits laitiers typiques de la Bekaa et Baalbeck-Hermel : diagnostic et stratégie locale, Tozanli S. (ed.), Bencharif A. (ed.), Lapujade J. (ed.). ed. Publication du projet européen LACTIMED (ANIMA / CIHEAM-IAMM) avec le CCIАЗ en collaboration avec le Ministère de l’Agriculture du Liban., Marseille , France.
- Hafeez, Z., Cakir-Kiefer, C., Roux, E., Perrin, C., Miclo, L., Dary-Mourot, A., 2014. Strategies of producing bioactive peptides from milk proteins to functionalize fermented milk products. *Food Res. Int.*, XVI IUFOST World Congress 63, Part A, 71–80.
- Hafsa, I., Mandato, S., Ruiz, T., Schuck, P., Jeantet, R., Mejean, S., Chevallier, S., Cuq, B., 2015. Impact of the agglomeration process on structure and functional properties of the agglomerates based on the durum wheat semolina. *J. Food Eng.* 145, 25–36.
- Hajj Semaan, E., Dib, H., Abi Ramia, R., Chedid, M., 2011. Chemical characterization and bacteriological quality of Lebanese traditional dairy goats products.
- Hassan, E.M., Hussein, W.A., 1987. Chemical, nutritional and sensory evaluation of different kishk mixtures. *Egypt. J. Food Sci. Egypt.*
- Hayaloglu, A.A., Cakmakci, S., Brechany, E.Y., Deegan, K.C., McSweeney, P.L.H., 2007. Microbiology, biochemistry, and volatile composition of Tulum cheese ripened in goat’s skin or plastic bags. *J. Dairy Sci.* 90, 1102–1121.
- Hayaloglu, A.A., Guven, M., Fox, P.F., 2002. Microbiological, biochemical and technological properties of Turkish White cheese “Beyaz Peynir.” *Int. Dairy J.* 12, 635–648.

- Hayaloglu, A.A., Ozer, B.H., Fox, P.F., 2008. Cheeses of Turkey: 2. Varieties ripened under brine. *Dairy Sci. Technol.* 88, 225–244.
- Hébrard, A., Oulahna, D., Galet, L., Cuq, B., Abecassis, J., Fages, J., 2003. Hydration properties of durum wheat semolina: influence of particle size and temperature. *Powder Technol.* 130, 211–218.
- Herken, E.N., Çon, A.H., 2014. Use of Different Lactic Starter Cultures in the Production of Tarhana: LACTIC STARTER CULTURES IN TARHANA PRODUCTION. *J. Food Process. Preserv.* 38, 59–67.
- Hickey, A.J., Ganderton, D., 2016. *Pharmaceutical Process Engineering, Second Edition.* CRC Press.
- Hinrichs, J., 2004. Mediterranean milk and milk products. *Eur. J. Nutr.* 43, 112–117.
- Hosri, C., El Khoury, N., 2004. Valoriser le fromage de chèvre traditionnel «Darfiyeh» pour aider au développement de la région montagnarde nord libanaise. *Options Méditerranéennes Sér. A* 61, 201–206.
- Ibanoglu, S., Ainsworth, P., Wilson, G., Hayes, G.D., 1995. The effect of fermentation conditions on the nutrients and acceptability of tarhana. *Food Chem.* 53, 143–147.
- İbanoğlu, Ş., İbanoğlu, E., 1999. Rheological properties of cooked tarhana, a cereal-based soup. *Food Res. Int.* 32, 29–33.
- İbanoğlu, Ş., İbanoğlu, E., Ainsworth, P., 1999. Effect of different ingredients on the fermentation activity in tarhana. *Food Chem.* 64, 103–106.
- Ibanoglu, S., Kaya, S., Kaya, A., 1999. Evaluation of sorption properties of Turkish tarhana powder. *Food Nahr.* 43, 122–125.
- İbanoğlu, Ş., Maskan, M., 2002. Effect of cooking on the drying behaviour of tarhana dough, a wheat flour–yoghurt mixture. *J. Food Eng.* 54, 119–123.
- Irkin, R., 2011. Shelf-life of unsalted and light lor whey cheese stored under various packaging conditions: microbiological and sensory attributes: extending shelf-life of lor cheese *J. Food Process. Preserv.* 35, 163–178. doi:10.1111/j.1745-4549.2009.00469.x
- Janjatović, D., Benković, M., Srećec, S., Ježek, D., Špoljarić, I., Bauman, I., 2012. Assessment of powder flow characteristics in incoherent soup concentrates. *Adv. Powder Technol.* 23, 620–631.
- Jenike, A.W., 1964. *Storage and Flow of Solids.* University of Utah.
- Jenike, A.W., 1961. *Gravity Flow of Bulk Solids.* University of Utah.
- Kabak, B., Dobson, A.D.W., 2011. An Introduction to the Traditional Fermented Foods and Beverages of Turkey. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* 51, 248–260.

- Kagkli, D.-M., Iliopoulos, V., Stergiou, V., Lazaridou, A., Nychas, G.-J., 2009. Differential *Listeria monocytogenes* Strain Survival and Growth in Katiki, a Traditional Greek Soft Cheese, at Different Storage Temperatures. *Appl. Environ. Microbiol.* 75, 3621–3626.
- Kallinteri, L.D., Kostoula, O.K., Savvaidis, I.N., 2013. Efficacy of nisin and/or natamycin to improve the shelf-life of Galotyri cheese. *Food Microbiol.* 36, 176–181.
- Kalogridou-Vassiliadou, D., Tzanetakis, N., Litopoulou-Tzanetaki, E., 1994. Microbiological and physicochemical characteristics of “Anthotyro”, a Greek traditional whey cheese. *Food Microbiol.* 11, 15–19.
- Kamber, U., 2007a. The Traditional Cheeses of Turkey: Mediterranean Region. *Food Rev. Int.* 24, 119–147.
- Kamber, U., 2007b. The Traditional Cheeses of Turkey: Cheeses Common to All Regions. *Food Rev. Int.* 24, 1–38.
- Kamleh, R., 2005. Composition physico-chimique des différents laits de la plaine de la Bekaa : composition et caractéristiques rhéologiques des différents beurres produits. Vandoeuvre-les-Nancy, INPL.
- Kamleh, R., Olabi, A., Toufeili, I., Daroub, H., Younis, T., Ajib, R., 2014. The effect of partial substitution of NaCl with KCl on the physicochemical, microbiological and sensory properties of Akkawi cheese. *J. Sci. Food Agric.* n/a–n/a.
- Karagozlu, N., Ergonul, B., Karagozlu, C., 2008. Microbiological attributes of instant tarhana during fermentation and drying. *Bulg. J Agric. Sci* 14, 535–541.
- Karakuş, M., Borcakli, M., Alperden, I., 1992. Beyaz peynirin olgunlasmasi sürecinde laktik asit bakterileri. *Gıda.* 363–369.
- Kaur, G., Sandhu, P., Sidhu, M., 2013. Microbial Analysis of Commonly Stored Food Items in Household Refrigerators in Selected Containers. *J Hum Ecol* 41, 151–155.
- Kavas, G., Kinik, O., Uysal, H., Kilic, S., Celikel, N., Akbulut, N., 2006. Characterisation of Yeasts Isolated from Artisanal Turkish Dairy Products. *Int. J. Dairy Sci.* 1, 44–50.
- Kayagil, F., Candan, G., 2009. Effects of starter culture combinations using isolates from traditional cheese on the quality of Turkish white cheese. *Int. J. Dairy Technol.* 62, 387–396.
- Kaya, S., Ibanoglu, S., Kaya, A., 1999. Moisture Sorption Characteristics of Tarhana, a Fermented Turkish Cereal Food. *J. Food Qual.* 22, 95–100.
- Kearney, N., Stack, H.M., Tobin, J.T., Chaurin, V., Fenelon, M.A., Fitzgerald, G.F., Ross, R.P., Stanton, C., 2011. *Lactobacillus paracasei* NFBC 338 producing recombinant beta-glucan positively influences the functional properties of yoghurt. *Int. Dairy J.* 21, 561–567.
- Kim, E.H.-J., Chen, X.D., Pearce, D., 2005. Effect of surface composition on the flowability of industrial spray-dried dairy powders. *Colloids Surf. B Biointerfaces* 46, 182–187.

- Kim, E.H.J., Chen XiaoDong, Pearce, D., 2009. Surface composition of industrial spray-dried milk powders. 1. Development of surface composition during manufacture. *Spec. Issue Food Powder Technol.* 94, 163–168.
- Kılıç, G.B., Kuleaşan, H., Eralp, İ., Karahan, A.G., 2009. Manufacture of Turkish Beyaz cheese added with probiotic strains. *LWT - Food Sci. Technol.* 42, 1003–1008.
- Koçak, C., Avsar, Y.K., 2009. Ayran, in: *Development and Manufacture of Yogurt and Other Functional Dairy Products*. CRC Press, pp. 123–141.
- Kocak, C., Avsar, Y.K., Tamucay, B., 2006. A comparative study on the production methods of ayran. *Gida Food* 31, 225–231.
- Kohajdová, Z., Karovičová, J., Greifová, M., 2007. Analytical and organoleptic profiles of lactic acid-fermented cucumber juice with addition of onion juice. *J. Food Nutr. Res.* 46, 105–111.
- Koksoy, A., Kilic, M., 2004. Use of hydrocolloids in textural stabilization of a yoghurt drink, ayran. *Food Hydrocoll.* 18, 593–600.
- Köksoy, A., Kılıç, M., 2003. Effects of water and salt level on rheological properties of ayran, a Turkish yoghurt drink. *Int. Dairy J.* 13, 835–839.
- Kondyli, E., Katsiari, M.C., Voutsinas, L.P., 2008. Chemical and sensory characteristics of Galotyri-type cheese made using different procedures. *Food Control* 19, 301–307.
- Kondyli, E., Pappa, E.C., Vlachou, A.M., 2012. Effect of package type on the composition and volatile compounds of Feta cheese. *Small Rumin. Res.* 108, 95–101.
- Köse, S., Ocak, E., 2011. Changes occurring in plain, straining and winter yoghurt during the storage periods. *Afr. J. Biotechnol.* 10, 1646–1650.
- Kurmann, J.A., Rasic, J.L., Kroger, M., 1992. *Encyclopedia of Fermented Fresh Milk Products: An International Inventory of Fermented Milk, Cream, Buttermilk, Whey, and Related Products*. Springer Science & Business Media.
- Landillon, V., Cassan, D., Morel, M.-H., Cuq, B., 2008. Flowability, cohesive, and granulation properties of wheat powders. *J. Food Eng.* 86, 178–193.
- Lapčík, L., Lapčíková, B., Otyepková, E., Otyepka, M., Vlček, J., Buňka, F., Salek, R.N., 2015. Surface energy analysis (SEA) and rheology of powder milk dairy products. *Food Chem.* 174, 25–30.
- Lefoka, M.L., 2009. *The survival of microbial pathogens in dairy products (MAGISTER SCIENTIAE)*. University of the Free State, Bloemfontein.
- Leroy, F., De Vuyst, L., 2004. Lactic acid bacteria as functional starter cultures for the food fermentation industry. *Trends Food Sci. Technol.* 15, 67–78.

- Leturia, M., Benali, M., Lagarde, S., Ronga, I., Saleh, K., 2014. Characterization of flow properties of cohesive powders: A comparative study of traditional and new testing methods. *Powder Technol.* 253, 406–423.
- LIBNOR - Lebanese Institute for Standards, 2002. Keshek, NL 250: 2002.
- LIBNOR - Lebanese Institute for Standards, 1999. Labneh, NL 23 :1999.
- Lioliou, K., Litopoulou-Tzanetaki, E., Tzanetakis, N., Robinson, R.K., 2001. Changes in the microflora of manouri, a traditional Greek whey cheese, during storage. *Int. J. Dairy Technol.* 54, 100–106.
- Litopoulou-Tzanetaki, E., Tzanetakis, N., 2011. Microbiological characteristics of Greek traditional cheeses. *Small Rumin. Res.* 101, 17–32.
- London, L.E.E., Chaurin, V., Auty, M.A.E., Fenelon, M.A., Fitzgerald, G.F., Ross, R.P., Stanton, C., 2015. Use of *Lactobacillus mucosae* DPC 6426, an exopolysaccharide-producing strain, positively influences the techno-functional properties of yoghurt. *Int. Dairy J.* 40, 33–38.
- Lore, T.A., Mbugua, S.K., Wangoh, J., 2005. Enumeration and identification of microflora in suusac, a Kenyan traditional fermented camel milk product. *LWT - Food Sci. Technol.* 38, 125–130.
- Ludwig, B., Miller, T.F., 2015. Rheological and surface chemical characterization of alkoxysilane treated, fine aluminum powders showing enhanced flowability and fluidization behavior for delivery applications. *Powder Technol.* 283, 380–388.
- Luquet, F.M., Corrieu, G., 2005. *Bactéries lactiques et probiotiques*. Tec & Doc Lavoisier, Paris, France.
- Magala, M., Kohajdová, Z., Karovicová, J., 2013. Preparation of lactic acid bacteria fermented wheat-yoghurt mixtures. *Acta Sci Pol Technol Aliment* 12, 295–302.
- Mallatou, H., Pappa, E.C., 2005. Comparison of the characteristics of teleme cheese made from ewe's, goat's and cow's milk or a mixture of ewe's and goat's milk. *Int. J. Dairy Technol.* 58, 158–163.
- Manolopoulou, E., Sarantinopoulos, P., Zoidou, E., Aktypis, A., Moschopoulou, E., Kandarakis, I.G., Anifantakis, E.M., 2003. Evolution of microbial populations during traditional Feta cheese manufacture and ripening. *Int. J. Food Microbiol.* 82, 153–161.
- Marinelli, J., 2005. The Role of Food Powders, in: *Encapsulated and Powdered Foods*, Food Science and Technology. CRC Press, pp. 3–26.
- Martin, N. c., Skokanova, J., Latrille, E., Beal, C., Corrieu, G., 1999. Influence of Fermentation and Storage Conditions on the Sensory Properties of Plain Low Fat Stirred Yogurts. *J. Sens. Stud.* 14, 139–160.

- Mashak, Z., Sodagari, H., Mashak, B., Niknafs, S., others, 2014. Chemical and microbial properties of two Iranian traditional fermented cereal-dairy based foods: Kashk-e Zard and Tarkhineh. *Int. J. Biosci. IJB* 4, 124–133.
- Matsumoto, K., Takada, T., Shimizu, K., Moriyama, K., Kawakami, K., Hirano, K., Kajimoto, O., Nomoto, K., 2010. Effects of a probiotic fermented milk beverage containing *Lactobacillus casei* strain Shirota on defecation frequency, intestinal microbiota, and the intestinal environment of healthy individuals with soft stools. *J. Biosci. Bioeng.* 110, 547–552.
- Melgar-Lalanne, G., Rivera-Espinoza, Y., Hernández-Sánchez, H., 2012. *Lactobacillus plantarum*: An overview with emphasis in biochemical and healthy properties, in: *Lactobacillus: Classification, Uses and Health Implications*,. Nova Publishing, pp. 1–31.
- Messens, W., De Vuyst, L., 2002. Inhibitory substances produced by *Lactobacilli* isolated from sourdoughs--a review. *Int. J. Food Microbiol.* 72, 31–43.
- Ministerial Decision No. 313031, Recognition of Protected Designation of Origin (P.D.O.) for the Cheese “GALOTYRI,” 1994.
- Muir, D.D., Tamime, A.Y., Khaskheli, M., 2000. Effect of Processing Conditions and Raw Materials on the Properties of Kishk 2. Sensory Profile and Microstructure. *LWT - Food Sci. Technol.* 33, 452–461.
- Murrieta-Pazos, I., Gaiani, C., Galet, L., Cuq, B., Desobry, S., Scher, J., 2011. Comparative study of particle structure evolution during water sorption: Skim and whole milk powders. *Colloids Surf. B Biointerfaces* 87, 1–10.
- Murrieta-Pazos, I., Galet, L., Patry, S., Gaiani, C., Scher, J., 2014. Evolution of particle structure during water sorption observed on different size fractions of durum wheat semolina. *Powder Technol.* 255, 66–73.
- Nakavuma, J.L., Nasinyama, G.W., Salim, P., Møller, P.L., 2011. Yeasts isolated from “Kwerionik” and some of their biological attributes of importance in milk fermentation. *yeast* 15, 16.
- Ngassam Tchamba, C., 2007. *Caracterisation de la flore lactique des laits fermentes artisanaux au Senegal: cas de la cone des Niayes*. Universite Cheikh Anta Diop de Dakar, Dakar.
- Nobile, M.A.D., Conte, A., Incoronato, A.L., Panza, O., 2009. Modified Atmosphere Packaging to Improve the Microbial Stability of Ricotta. *Afr. J. Microbiol. Res.* 3(4), 137–142.
- Nsabimana, C., Jiang, B., Kossah, R., 2005. Manufacturing, properties and shelf life of labneh: a review. *Int. J. Dairy Technol.* 58, 129–137.
- Nyambane, B., Thari, W.M., Wangoh, J., Njage, P.M.K., 2014. Lactic acid bacteria and yeasts involved in the fermentation of amabere amaruranu, a Kenyan fermented milk. *Food Sci. Nutr.* 2, 692–699.



- Öksüztepe, G., Patir, B., Çalicioğlu, M., 2005. Identification and distribution of lactic acid bacteria during the ripening of Şavak tulum cheese. *Turk. J. Vet. Anim. Sci.* 29, 873–879.
- Ortu, S., Felis, G.E., Marzotto, M., Deriu, A., Molicotti, P., Sechi, L.A., Dellaglio, F., Zanetti, S., 2007. Identification and functional characterization of *Lactobacillus* strains isolated from milk and Gioddu, a traditional Sardinian fermented milk. *Int. Dairy J.* 17, 1312–1320.
- Osborne, J.P., Edwards, C.G., 2007. Inhibition of malolactic fermentation by a peptide produced by *Saccharomyces cerevisiae* during alcoholic fermentation. *Int. J. Food Microbiol.* 118, 27–34.
- Oshima, T., Zhang, Y.-L., Hirota, M., Suzuki, M., Nakagawa, T., 1995. The effect of the types of mill on the flowability of ground powders. *Adv. Powder Technol.* 6, 35–45.
- Ouadghiri, M., 2009. Biodiversité des bactéries lactiques dans le lait cru et ses dérivés « Lben » et « Jben » d'origine marocaine (These de doctorat). Université Mohammed V – AGDAL, Rabat.
- Ouadghiri, M., Vancanneyt, M., Vandamme, P., Naser, S., Gevers, D., Lefebvre, K., Swings, J., Amar, M., 2009. Identification of lactic acid bacteria in Moroccan raw milk and traditionally fermented skimmed milk “lben.” *J. Appl. Microbiol.* 106, 486–495.
- Oulkadi, D., Desobry, S., Mustin, C., Desobry-Banon, S., 2012. Water sorption in hybrid silica gels containing colloidal nontronite. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* 64, 653–660.
- Ozdemir, S., Gocmen, D., Yildirim Kumral, A., 2007. A Traditional Turkish Fermented Cereal Food: Tarhana. *Food Rev. Int.* 23, 107–121.
- Özer, B., 2014. CHEESE | Microflora of White-Brined Cheeses, in: Tortorello, C.A.B.L. (Ed.), *Encyclopedia of Food Microbiology (Second Edition)*. Academic Press, Oxford, pp. 402–408.
- Özer, B.H., Robinson, R.K., 1999. The Behaviour of Starter Cultures in Concentrated Yoghurt (Labneh) Produced by Different Techniques. *LWT - Food Sci. Technol.* 32, 391–395.
- Ozer, B.H., Stenning, R.A., Grandison, A.S., Robinson, R.K., 1999. Rheology and Microstructure of Labneh (Concentrated Yogurt). *J. Dairy Sci.* 82, 682–689. 7
- Panagou, E.Z., Nychas, G.-J.E., Sofos, J.N., 2013. Types of traditional Greek foods and their safety. *Food Control* 29, 32–41.
- Papademas, P., 2006. Halloumi Cheese, in: Tamime, A. (Ed.), *Brined Cheeses*. Blackwell Science Ltd, pp. 117–138.
- Papademas, P., Robinson, R.K., 2000. A comparison of the chemical, microbiological and sensory characteristics of bovine and ovine Halloumi cheese. *Int. Dairy J.* 10, 761–768.
- Papademas, P., Robinson, R.K., 1998. Halloumi cheese: the product and its characteristics. *Int. J. Dairy Technol.* 51, 98–103.
- Papaoannou, G., Chouliara, I., Karatapanis, A.E., Kontominas, M.G., Savvaïdis, I.N., 2007. Shelf-life of a Greek whey cheese under modified atmosphere packaging. *Int. Dairy J.* 17, 358–364.

- Patir, B., Öksüztepe, G., Seker, P., Dikici, A., 2006. Microbiological and chemical quality of packaged or nonpackaged ayran marketed in Elazig. *Firat Üniversitesi Sağlık Bilim. Vet. Derg. Firat Univ. Vet. J. Health Sci.* 20, 357–363.
- Phan, H., Banov, D., Delancy, M., Brockbank, K., 2015. Characterization of the properties of powder excipients commonly used in pharmaceutical compounding. *Part. Sci. Technol.* 1–7.
- Phelan, J.A., Renaud, J., Fox, P.F., 1999. Some Non-European Cheese Varieties, in: Fox, P.F. (Ed.), *Cheese: Chemistry, Physics and Microbiology*. Springer US, pp. 421–465.
- Pintado, M.E., Macedo, A.C., Malcata, F.X., 2001. Review: Technology, Chemistry and Microbiology of Whey Cheeses. *Food Sci. Technol. Int.* 7, 105–116.
- Pirisi, A., Comunian, R., Urgeghe, P.P., Scintu, M.F., 2011. Sheep's and goat's dairy products in Italy: Technological, chemical, microbiological, and sensory aspects. *Small Rumin. Res.* 101, 102–112.
- Pourahmad, R., Assadi, M.M., 2007. Use of isolated autochthonous starter cultures in yogurt production. *Int. J. Dairy Technol.* 60, 259–262.
- Prescott, J.J., Barnum, R.A., 2000. On powder flowability. *Pharm. Technol.* 24, 60–84.
- Quero, G.M., Fusco, V., Cocconcelli, P.S., Owczarek, L., Borcakli, M., Fontana, C., Skapska, S., Jasinska, U.T., Ozturk, T., Morea, M., 2014. Microbiological, physico-chemical, nutritional and sensory characterization of traditional Matsoni: Selection and use of autochthonous multiple strain cultures to extend its shelf-life. *Food Microbiol.* 38, 179–191. d
- Rai V, R., Bai, J.A., 2014. *Beneficial Microbes in Fermented and Functional Foods*. CRC Press.
- Rantsiou, K., Urso, R., Dolci, P., Comi, G., Cocolin, L., 2008. Microflora of Feta cheese from four Greek manufacturers. *Int. J. Food Microbiol.* 126, 36–42.
- Ray, R.C., Montet, D., 2014. *Microorganisms and Fermentation of Traditional Foods [WWW Document]*. CRC Press.
- Robinson, R.K., Tamime, A., Wszolek, M., 2002. Microbiology of fermented milks, in: *Dairy Microbiology Handbook*. John Wiley, New York, pp. 367–430.
- Robinson, R.K., Tamime, A.Y., 1996. *Feta & Related Cheeses*. CRC Press.
- Rodríguez-Figueroa, J.C., González-Córdova, A.F., Astiazaran-García, H., Hernández-Mendoza, A., Vallejo-Cordoba, B., 2013. Antihypertensive and hypolipidemic effect of milk fermented by specific *Lactococcus lactis* strains. *J. Dairy Sci.* 96, 4094–4099.
- Rondet, E., Ruiz, T., Cuq, B., 2013. Rheological and mechanical characterization of wet agglomerates processed in low shear mixer. *J. Food Eng.* 117, 67–73.
- Rozelier, M., 2015. Les producteurs de lait libanais en colère. *Orient- Jour*. URL <http://www.lorientlejour.com/article/913837/les-producteurs-de-lait-en-colere.html>

- Saad, M.M., Barkouti, A., Rondet, E., Ruiz, T., Cuq, B., 2011. Study of agglomeration mechanisms of food powders: Application to durum wheat semolina. *Powder Technol.* 208, 399–408.
- Sahan, N., Yasar, K., Hayaloglu, A.A., 2008. Physical, chemical and flavour quality of non-fat yogurt as affected by a  $\beta$ -glucan hydrocolloidal composite during storage. *Food Hydrocoll.* 22, 1291–1297.
- Sakin-Yilmazer, M., 2015. Convective Drying Behavior of Tarhana Dough. *J. Food Process Eng.*
- Salameh, C., 2012. Caractérisation physio-chimique, microbiologique et sensorielle du Kishk libanais (Mémoire de Diplôme d'Ingénieur Agronome). Université Saint-Esprit de Kaslik, Kaslik, Liban.
- Salameh, C., Banon, S., Hosri, C., Scher, J., 2016a. An overview of recent studies on the main traditional fermented milks and white cheeses in the Mediterranean region. *Food Rev. Int.* 32, 256–279.
- Salameh, C., Hosri, C., 2015. Evaluation of the hygienic quality and nutritional value of traditional Lebanese “Kishk”, a dried fermented goat milk product. Presented at the Seminar of the FAO-CIHEAM Sub-Networks on Production Systems and Nutrition on Sheep and Goats entitled “The value chain in Mediterranean sheep and goats. Industry organisation, marketing strategies and production systems,” 16-18 June, Montpellier, France.
- Salameh, C., Scher, J., Petit, J., Gaiani, C., Hosri, C., Banon, S., 2016b. Physico-chemical and rheological properties of Lebanese kishk powder, a dried fermented milk-cereal mixture. *Powder Technol.* 292, 307–313.
- Salem, A.S., Salama, W.M., Hassanein, A.M., El Ghandour, H.M., 2013. Enhancement of Nutritional and Biological Values of Labneh by Adding Dry Leaves of *Moringa oleifera* as Innovative Dairy Products. *World Appl. Sci. J.* 22, 1594–1602.
- Samet-Bali, O., Bellila, A., Ayadi, M.-A., Marzouk, B., Attia, H., 2010. A comparison of the physicochemical, microbiological and aromatic composition of Traditional and Industrial Leben in Tunisia. *Int. J. Dairy Technol.* 63, 98–104.
- Savadogo, A., Ouattara, C.A.T., Savadogo, P.W., Ouattara, A.S., Barro, N., Traore, A.S., 2004. Microorganisms involved in Fulani traditional fermented milk in Burkina Faso. *Pak J Nutr* 3, 134–139.
- Scher, J., 2014. Rhéologie, texture et texturation des produits alimentaires. *Tech. Ing. Reference F3300*, 1–16.
- Schulz-Collins, D., Senge, B., 2004. Acid- and acid/rennet-curd cheeses part A: Quark, cream cheese and related varieties, in: Patrick F. Fox, P.L.H.M., Timothy M. Cogan and Timothy P. Guinee (Ed.), *Cheese: Chemistry, Physics and Microbiology, Major Cheese Groups*. Academic Press, pp. 301–328.

- Sengun, I.Y., Karapinar, M., 2012. Microbiological quality of Tarhana, Turkish cereal based fermented food. *Qual. Assur. Saf. Crops Foods* 4, 17–25.
- Sengun, I.Y., Nielsen, D.S., Karapinar, M., Jakobsen, M., 2009. Identification of lactic acid bacteria isolated from Tarhana, a traditional Turkish fermented food. *Int. J. Food Microbiol.* 135, 105–111.
- Serhan, M., 2008. Valorisation durable des laits de chèvre de la région du Nord Liban. Transformation en fromage “Darfiyeh” et établissement de caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques en vue de la création d’une appellation d’origine. Vandoeuvre-les-Nancy, INPL.
- Serhan, M., Cailliez-Grimal, C., Borges, F., Revol-Junelles, A.-M., Hosri, C., Fanni, J., 2009. Bacterial diversity of Darfiyeh, a Lebanese artisanal raw goat’s milk cheese. *Food Microbiol.* 26, 645–652.
- Serhan, M., Linder, M., Hosri, C., Fanni, J., 2010. Changes in proteolysis and volatile fraction during ripening of Darfiyeh, a Lebanese artisanal raw goat’s milk cheese. *Small Rumin. Res.* 90, 75–82.
- Serhan, M., Mattar, J., 2015. Physicochemical, microbiological and sensory properties of concentrated yogurt (Labneh) made of goats’ milk, cows’ milk and their mixture, in: *Horizon 2020: Advances in Sciences and Technology*. Presented at the 21th LAAS International Science Conference, Saint Joseph University (USJ), Damascus Road, Beirut, Lebanon.
- Serhan, M., Mattar, J., 2013. Characterization of four Lebanese artisanal goat milk cheeses: Darfiyeh, Aricheh, Shankleesh and Serdale by physico-chemical, microbiological and sensory analyses. *J. Food Agric. Environ.* 11, 97–101.
- Settanni, L., Moschetti, G., 2014. New trends in technology and identity of traditional dairy and fermented meat production processes: Preservation of typicality and hygiene. *Trends Food Sci. Technol.* 37, 51–58.
- Settanni, L., Tanguler, H., Moschetti, G., Reale, S., Gargano, V., Erten, H., 2011. Evolution of fermenting microbiota in tarhana produced under controlled technological conditions. *Food Microbiol.* 28, 1367–1373.
- Shah, N.P., 2006. Health Benefits of Yogurt and Fermented Milks, in: Chandan, R.C. (Ed.), *Manufacturing Yogurt and Fermented Milks*. Blackwell Publishing, pp. 327–351.
- Simsek, B., Sagdic, O., 2012. Effects of Starter Culture Types and Different Temperatures Treatments on Physicochemical, Microbiological and Sensory Characteristics, and Fatty Acid Compositions of Cokelek Cheese Made from Goat Milk. *Kafkas Univ. Vet. Fak. Derg.* 18, 177–183.
- Siyamoglu, B., 1961. *Investigations on the Preparation and Composition of Turkish Tarhana*. Ege University Press, Ýzmir, Turkey.

- Stasiak, M., Molenda, M., Opalinski, I., Blaszczyk, W., 2013. Mechanical properties of native maize, wheat and potato starches. *Czech J. Food Sci.* 31, 347–354.
- Surono, I., Hosono, A., 2003. Fermented milks: types and standards of identity, in: *Encyclopedia of Dairy Sciences*. London, pp. 1018–1023.
- Szulc, K., Nazarko, J., Ostrowska-Ligeza, E., Lenart, A., 2016. Effect of fat replacement on flow and thermal properties of dairy powders. *LWT - Food Sci. Technol.*
- Tamer, C.E., Kumral, A., Aşan, M., Şahin, İ., 2007. Chemical Compositions of Traditional Tarhana Having Different Formulations. *J. Food Process. Preserv.* 31, 116–126.
- Tamime, A.Y., Barclay, M.N., Amarowicz, R., McNulty, D., 1999a. Kishk-a dried fermented milk/cereal mixture. 1 Composition of gross components, carbohydrates, organic acids and fatty acids. *Le Lait* 79, 317–330.
- Tamime, A.Y., Barclay, M.N., McNulty, D., O'Connor, T.P., 1999b. Kishk-a dried fermented milk/cereal mixture. 3. Nutritional composition. *Le Lait* 79, 435–448.
- Tamime, A.Y., Muir, D.D., Barclay, M.N.I., Khaskheli, M., McNulty, D., 1997a. Laboratory-made Kishk from wheat, oat and barley: 1. Production and comparison of chemical and nutritional composition of Burghol. *Food Res. Int.* 30, 311–317.
- Tamime, A.Y., Muir, D.D., Barclay, M.N.I., Khaskheli, M., McNulty, D., 1997b. Laboratory-made Kishk from wheat, oat and barley: 2. Compositional quality and sensory properties. *Food Res. Int.* 30, 319–326.
- Tamime, A.Y., Muir, D.D., Khaskheli, M., Barclay, M.N.I., 2000. Effect of Processing Conditions and Raw Materials on the Properties of Kishk 1. Compositional and Microbiological Qualities. *LWT - Food Sci. Technol.* 33, 444–451.
- Tamime, A.Y., O'Connor, T.P., 1995. Kishk—A dried fermented milk/cereal mixture. *Int. Dairy J.* 5, 109–128.
- Tamime, A.Y., Robinson, R.K., 2007. *Yoghurt: Science and Technology*. Elsevier.
- Tamime, A.Y., Robinson, R.K., 2006. Types of Fermented Milks, in: Tamime, A. (Ed.), *Fermented Milks*. Blackwell Publishing Ltd, pp. 1–10.
- Tamime, A.Y., Robinson, R.K., 1999. *Yoghurt: Science and Technology*. CRC Press.
- Tannous, R.I., 1996. 6 - Miscellaneous white brined cheeses, in: TAMIME, R.K.R.Y. (Ed.), *Feta and Related Cheeses*, Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. Woodhead Publishing, pp. 209–228.
- Temiz, A., Pirkul, T., 1991. Farklı bileşimlerde üretilen tarhanaların kimyasal ve duyuşal özellikleri. *Gıda Food* 16, 7–13.
- Temiz, H., Aykut, U., Hurşit, A.K., 2009. Shelf life of Turkish whey cheese (Lor) under modified atmosphere packaging. *Int. J. Dairy Technol.* 62, 378–386.

- TerCom project/IAM Bari, 2008. Atlas of the Lebanese traditional products. IAM-Bari / Ministry of Agriculture.
- Teunou, E., Fitzpatrick, J.J., Synnott, E.C., 1999. Characterisation of food powder flowability. *J. Food Eng.* 39, 31–37.
- Thonart, P., Karenzi, E., Mashaku, A., M. Nshimiyimana, A., Munyanganizi, B., 2013. Kivuguto traditional fermented milk and the dairy industry in Rwanda. A review. Base.
- Toufeili, I., Melki, C., Shadarevian, S., Robinson, R.K., 1999. Some nutritional and sensory properties of bulgur and whole wheatmeal kishk (a fermented milk-wheat mixture). *Food Qual. Prefer.* 10, 9–15.
- Toufeili, I., Özer, B., 2006. Brined Cheeses from the Middle East and Turkey, in: Tamime, A. (Ed.), *Brined Cheeses*. Blackwell Science Ltd, pp. 188–210.
- Toufeili, I., Shadarevian, S., Artinian, T., Tannous, R., 1995. Ripening changes and sensory properties of bovine, caprine and ovine shankleesh. *Int. Dairy J.* 5, 179–189.
- Trichopoulou, A., Soukara, S., Vasilopoulou, E., 2007. Traditional foods: a science and society perspective. *Trends Food Sci. Technol., EuroFIR* 18, 420–427.
- Turkish Food Codex, 2001. Communication no. 2001/21.
- Tzanetakis, N., Litopoulou-Tzanetaki, E., 1992. Changes in numbers and kinds of lactic acid bacteria in Feta and Teleme, two Greek cheeses from Ewes' Milk. *J. Dairy Sci.* 1389–1393.
- Uçar, A., Pınar, F., 2011. Comparison of some chemical and microbiological quality of homemade tarhana in Ankara, Turkey. *J. Food Agric. Environ.* 9, 34–37.
- Vallerand, F., Dubeuf, J.-P., Tsiboukas, K., 2007. Le lait de brebis et de chèvre en Méditerranée et dans les Balkans : diversité des situations locales et des perspectives sectorielles. *Cah. Agric.* 16, 258–264.
- Varghese, K., Pandey, M., 2015. Development of Freeze Dried Fruit Lassi (Indian Fruit Yoghurt) Powders Using D-Optimal Mixture Design. *MOJ Food Process. Technol.* 1.
- Viljoen, B.C., 2001. The interaction between yeasts and bacteria in dairy environments. *Int. J. Food Microbiol., Yeast in Dairy Products* 69, 37–44.
- World Health Organization (WHO), Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), 2011. Fermented milks (CODEX STAN 243-2003), in: *Milk and Milk Products - Codex Alimentarius*. Rome.
- Wouters, J.T.M., Ayad, E.H.E., Hugenholtz, J., Smit, G., 2002. Microbes from raw milk for fermented dairy products. *Int. Dairy J., NIZO Dairy Conference on Food Microbes 2001* 12, 91–109.
- Yamani, M.I., Abu-Jaber, M.M., 1994. Yeast Flora of Labaneh Produced by In-Bag Straining of Cow Milk Set Yogurt. *J. Dairy Sci.* 77, 3558–3564.

- Yerlikaya, O., Ozer, E., 2014. Production of probiotic fresh white cheese using co-culture with *Streptococcus thermophilus*. *Food Sci. Technol. Camp.* 34, 471–477. d
- Yildiz, F., 2010. Development and manufacture of yogurt and other functional dairy products. CRC Press/Taylor & Francis, Boca Raton, FL.
- Yu, J., Wang, W.H., Menghe, B.L.G., Jiri, M.T., Wang, H.M., Liu, W.J., Bao, Q.H., Lu, Q., Zhang, J.C., Wang, F., Xu, H.Y., Sun, T.S., Zhang, H.P., 2011. Diversity of lactic acid bacteria associated with traditional fermented dairy products in Mongolia. *J. Dairy Sci.* 94, 3229–3241.
- Zeineddine, M., Nassif, N., 2010. Influence of production processes in quality of fermented milk “Laban” in Lebanon. *Health (N. Y.)* 02, 381–389.
- Zouhairi, O., 2005. Evaluation of the contamination status and antimicrobial resistance of *Staphylococcus* and *Salmonella* species isolated from dairy based food products in Lebanon (A thesis for the degree of Master of Science). American University of Beirut, Beirut.
- Zouhairi, O., Saleh, I., Alwan, N., Toufeili, I., Barbour, E., Harakeh, S., 2010. Antimicrobial resistance of *Staphylococcus* species isolated from Lebanese dairy-based products. *East. Mediterr. Health J.* 16, 1221–1225.

---

# *Annexes*

---



## Annexe 1 : Suivi de la fabrication du kishk dans les conditions du laboratoire



**Figure 60.** Boulgour blanc dur;



**Figure 61.** Yaourt (laban)



**Figure 62.** Mélange boulgour + yaourt (Jour 1)



**Figure 63.** Yaourt concentré (labneh)



**Figure 64.** Kishk (Jour 1,5)



**Figure 65.** Kishk (Jour 2,5)



**Figure 66.** Kishk (Jour 3,5)



**Figure 67.** Kishk (Jour 4,5)



**Figure 68.** Kishk (Jour 5,5-Début du séchage)



**Figure 69.** Kishk au cours du séchage



**Figure 70.** Kishk en fin de séchage (Jour 6)



**Figure 71.** Poudre de kishk



**Figure 72.** Soupe de kishk

## Annexe 2 : Questionnaire pour l'analyse sensorielle du kishk

### A. Informations concernant le consommateur

1. Nom
2. Sexe :  Mâle       Femelle
3. Région
4. Age

Code de l'échantillon
-----------------------

### B. Prendre dans une cuillère un peu de l'échantillon, observer et sentir puis répondre aux questions suivantes en cochant la case correspondante

Attribut sensoriel	Notes								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Couleur									
Odeur									
Consistance									

#### Echelle :

- |             |                 |             |                     |
|-------------|-----------------|-------------|---------------------|
| Couleur :   | (1) Très claire | (5) Normale | (9) Très sombre     |
| Odeur :     | (1) Très faible | (5) Normale | (9) Très prononcée  |
| Consistance | (1) Très fluide | (5) Normale | (9) Très consistant |

### C. Goûter l'échantillon puis répondre aux questions suivantes

Attribut sensoriel	Notes								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Texture en bouche									
Goût acide									
Amertume									
Arrière-goût									
Acceptabilité globale									

#### Echelle :

- |                     |                      |             |                    |
|---------------------|----------------------|-------------|--------------------|
| Texture en bouche : | (1) Très fluide      | (5) Normale | (9) Très visqueux  |
| Goût acide :        | (1) Très faible      | (5) Normal  | (9) Très prononcé  |
| Amertume :          | (1) Très faible      | (5) Normale | (9) Très prononcée |
| Arrière-goût :      | (1) Très désagréable | (5) Normal  | (9) Très agréable  |
| Acceptabilité :     | (1) Très faible      | (5) Normale | (9) Très forte     |

### Annexe 3 : Propriétés rhéologiques et sensorielles du kishk traditionnel

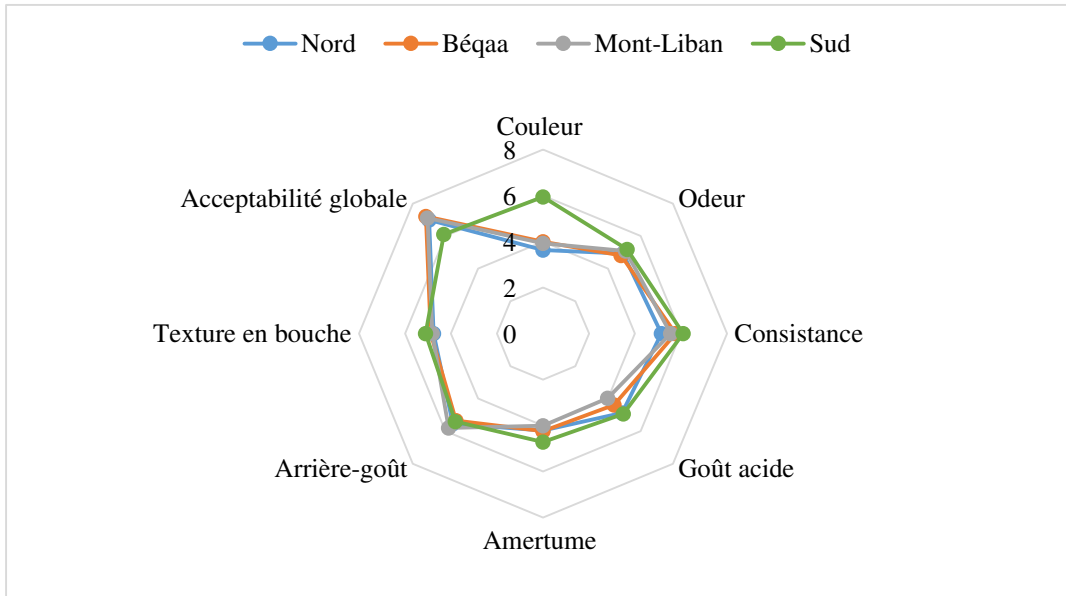


Figure 73. Variation des qualités sensorielles de la soupe de kishk en fonction des régions

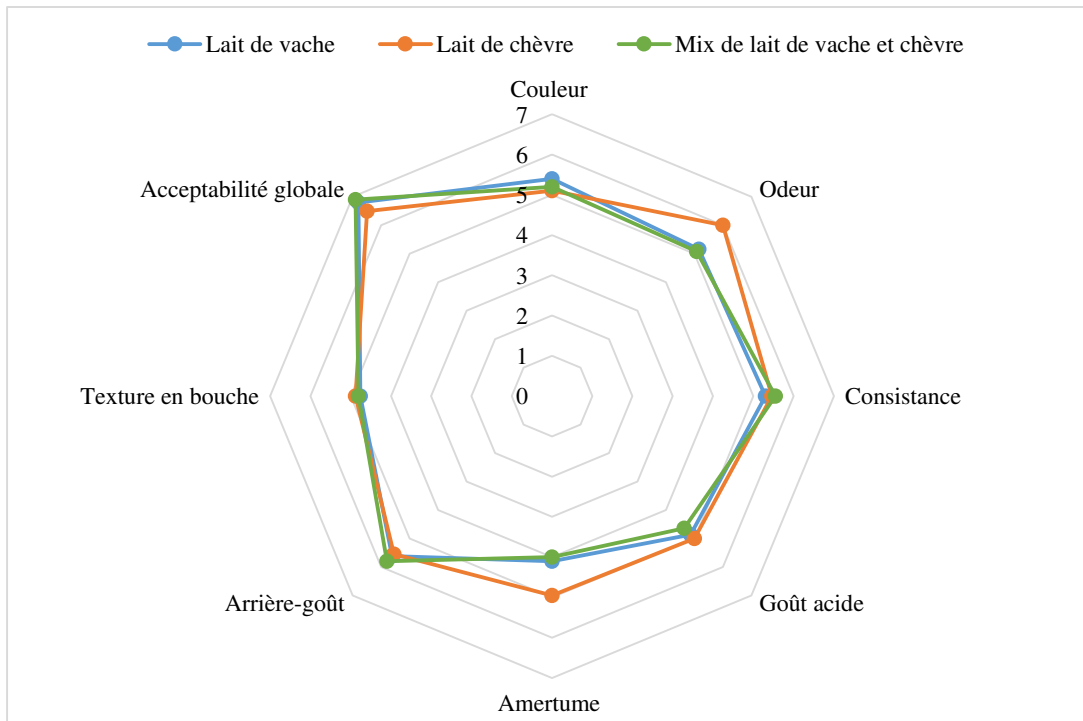


Figure 74. Effet du type de lait sur les qualités sensorielles de la soupe de kishk

**Tableau 26.** Indice de consistance (k) et indice d'écoulement (n) des soupes de kishk de laits de chèvre, de vache et de mix provenant de petits producteurs libanais

Type de kishk	k (Pa. s <sup>n</sup> )	n
Kishk à base de lait de chèvre	175,7 <sup>c</sup> ± 0,36	0,35 <sup>a</sup> ± 0,02
Kishk à base de lait de vache	37,88 <sup>a</sup> ± 5,18	0,32 <sup>a</sup> ± 0,07
Kishk à base d'un mélange de lait de vache et de chèvre	58,90 <sup>b</sup> ± 6,33	0,41 <sup>b</sup> ± 0,02

Les moyennes dans les colonnes suivies de la même lettre ne sont pas significativement différentes

## Résumé

L'objectif de la thèse est de caractériser la poudre du kishk libanais, un lait fermenté traditionnel, et d'optimiser sa technologie de transformation dans une démarche d'industrialisation. Des échantillons de poudre de kishk traditionnel ont été collectés, et leurs propriétés physico-chimiques, rhéologiques, microbiologiques et sensorielles ont été étudiées, en fonction du type de lait utilisé. Il en résulte que le kishk préparé à base de lait de chèvre est plus riche en matières grasses que les autres types. La distribution granulométrique est très large, quel que soit le type de lait, avec présence simultanée de fines particules à forme irrégulière et d'agrégats de grande taille. Les particules de poudre sont revêtues d'une épaisse couche de lipides leur conférant un caractère cohésif et une grande résistance au cisaillement. Il s'avère aussi que la soupe de kishk présente un comportement rhéofluidifiant, et ses propriétés sensorielles sont fortement liées à la région de production et au type de lait. L'effet des conditions de production optimisée sur les propriétés de la poudre et de la soupe de kishk a été également étudié. Les résultats sont prometteurs et montrent que la structure de la poudre de kishk et son comportement rhéologique n'ont pas été altérés. En effet, les deux poudres de kishk présentent des propriétés rhéologiques quasi similaires, avec une faible aptitude à l'écoulement, malgré des différences au niveau de la composition chimique et la taille des particules. Au niveau rhéologique et sensoriel, la soupe de kishk issue de la production optimisée semble plus épaisse et consistante que la soupe traditionnelle, sans dépréciation notable des qualités organoleptiques du kishk.

**Mots-clés :** kishk, lait fermenté, poudre, optimisation, propriétés physicochimiques, propriétés sensorielles, propriétés rhéologiques.

## Abstract

The aim of this thesis is to characterize Lebanese kishk powder, a traditional fermented milk, and to optimize its processing technology. Samples of traditional kishk powder were collected, and their physicochemical, rheological, sensory and microbiological properties were studied based on the type of milk. As a result, kishk prepared with goat milk is richer in fat than other types. The particle size distribution is very wide, regardless of the type of milk, with simultaneous presence of fine irregularly shaped particles and large aggregates. Powder particles are coated with a thick layer of fat conferring a cohesive character and a high shear strength. Kishk soup has a shear-thinning behavior, and its sensory properties are strongly related to the production region and the type of milk. The effect of optimized production conditions on the properties of kishk powder and soup was also studied. The results are promising and show that the structure and rheological behavior of kishk powder were not altered. Indeed, the two kishk powders exhibit almost similar rheological properties, with low flowability, despite slight differences in chemical composition and particle size. Finally, kishk soup resulting from the optimized production seems thicker and consistent than traditional soup, without significant loss of the organoleptic properties of kishk.

**Keywords:** kishk, fermented milk, powder, optimization, physico-chemical properties, sensory properties, rheological properties.